

**SINTESIS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ DENGAN METODE LELEHAN GARAM
CAMPURAN NaCl-KCl PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

**Oleh:
KANTY MARYANI
NIM. 18630101**



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

SINTESIS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ DENGAN METODE LELEHAN GARAM CAMPURAN NaCl-KCl PADA VARIASI SUHU

SKRIPSI

Oleh:
KANTY MARYANI
NIM. 18630101

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) 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

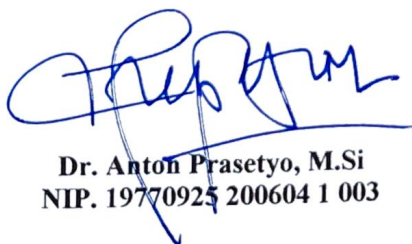
**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ DENGAN METODE LELEHAN
GARAM CAMPURAN NaCl-KCl PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
KANTY MARYANI
NIM. 18630101


Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 19 Desember 2022

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Dr. H. M. Imamudin, Lc., M.A
NIP. 19740602 200901 1 010

Mengetahui,
Ketua Program Studi



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

**SINTESIS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ DENGAN METODE LELEHAN GARAM
CAMPURAN NaCl-KCl PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
KANTY MARYANI
NIM. 18630101

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan
untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 19 Desember 2022

Penguji Utama : A. Ghana'im Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

Ketua Penguji : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 201903 2 008

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

Anggota Penguji : Dr. H. M. Imamudin, Lc., M.A
NIP. 19740602 200901 1 010

(.....)

(.....)

(.....)

(.....)

Mengesahkan,
Ketua Program Studi



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

NIM : 18630101
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul : Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ Dengan Metode Lelehan Garam
Campuran NaCl-KCl Pada Variasi Suhu

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

Malang, 20 Desember 2022
Yang membuat pernyataan



Kanty Maryani
NIM. 18630101

HALAMAN PERSEMBAHAN

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

Dengan ini penulis persembahkan karya tulis ini untuk, Kedua orang tua A.Rifai dan Miaros. Terimakasih telah menjadi alasan utama penulis sampai pada titik ini. Terimakasih atas limpahan do'a dan perhatian yang tidak pernah usai. Begitu juga untuk adik-adik penulis, Putri Ainun Mariani, Muhammad Kasim Al-Adly dan Lilis Mariani yang telah menjadi alasan penulis menjadi pribadi yang lebih kuat, dan tak lupa *"I will thank to myself to always give me best and do not give up to be a better person, always try to answer my curiosity, and still survive until this time. At least, I know I can do it 😊"*.

Terimakasih yang tak terhingga kepada Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Bapak M. Imamudin, Lc, M.A yang senantiasa sabar dalam meluangkan waktunya untuk membimbing penulis, baik dalam penyusunan karya tulis maupun dalam membentuk pribadi yang lebih baik. Terimakasih juga kepada Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si, dan Bapak A. Ghana'im Fasya, M.Si, serta Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si, yang senantiasa memberi dukungan penuh, nasihat, dan masukan selama proses penulisan skripsi ini. Terimakasih juga kepada seluruh Dosen yang telah mencurahkan ilmunya, serta seluruh laboran dan staf Program Studi Kimia yang telah mendukung keberhasilan penelitian ini.

Terimakasih kepada sahabat-sahabat penulis, Siti Musyarofah, Eva Nur Widya, Dita Retnani, Bella Alissa dan Selvia Indriani yang selalu menjadi teman seperjuangan dan menjadi pendengar baik serta tempat berbagi di saat kehidupan tak selalu dalam kata indah. *I know nothing last forever but we always be better right?*. Tak lupa juga dengan teman-teman KECE-ku selama masa perkuliahan ini, terimakasih atas kebersamaan yang akan penulis jadikan sebagai memori yang tak terlupakan. Begitu juga dengan “PHOTOKATALIS” team serta mbak Sifrotun yang selalu peduli dan membantu selama proses penulisan skripsi ini. Terimakasih juga kepada orang-orang baik yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah memberikan kontribusi demi kelancaran proses penulisan skripsi.

Terimakasih kepada EXO, NCT Dream, dan Day6 karena lagu-lagu kalian menjadi teman untuk mengerjakan tugas akhir ini. Tak lupa kepada member EXO terutama Park Chanyeol, terimakasih telah memberikan kebahagiaan sederhana dikala penulis merasa lelah.

MOTTO

“When people underestimate you, its a bigger competitive. So, whatever you are, be a good one and If you do your best each and every day, good things are sure to come your way because the flower that blooms in adversity is the most rare and beautiful of all”

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah Swt. atas limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan proposal penelitian dengan judul **“Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ Dengan Metode Lelehan Garam Campuran NaCl-KCl Pada Variasi Suhu”**. Semoga semua yang penulis upayakan dapat memberikan manfaat kepada pembaca. Selawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada *Habibanaa wa Nabiyanaa* Muhammad saw. Selanjutnya penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu menyelesaikan skripsi ini, khususnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA. selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah membimbing dan memotivasi penulis selama penyusunan dan penyelesaian skripsi.
5. Bapak Dr. H. M. Imamudin, Lc., M.A selaku dosen pembimbing agama yang telah membimbing dan memotivasi penulis selama penyusunan dan penyelesaian skripsi.

6. Ibu Rifatul Mahmudah, M.Si selaku dosen wali yang telah memberikan dukungan dan motivasi kepada penulis.
7. Seluruh dosen program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu dan wawasan kepada penulis.
8. Orang tua serta keluarga penulis yang selalu mendo'akan dan memberikan dukungan baik moril maupun materil.
9. Teman-teman Kimia angkatan 2018 yang telah memberikan dukungan selama penulis menempuh studi di Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
10. Seluruh pihak yang berkontribusi dalam penulisan skripsi ini.

Semoga amal perbuatan Bapak/Ibu dan seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam penyelesaian proposal penelitian ini diridhoi dan dibalas oleh Allah Swt. Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, semua kritik dan saran akan penulis terima dengan lapang hati. Penulis juga memohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kesalahan selama penyusunan. Demikian skripsi ini penulis susun, semoga dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Malang, 20 Desember 2022

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL	I
LEMBAR PENGESAHAN	X
LEMBAR PERSETUJUAN	XI
HALAMAN KEASLIAN TULISAN	IX
HALAMAN PERSEMBAHAN	X
MOTTO	X
KATA PENGANTAR	III
DAFTAR ISI	X
DAFTAR LAMPIRAN	XII
DAFTAR GAMBAR	XIII
DAFTAR TABEL	XV
ABSTRAK	XVI
ABSTRACT	XVII
مستخلص	XVIII
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Batasan Masalah.....	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Material Fotokatalis Bismut Titanat.....	7
2.2 Senyawa Bismut Titanat Terdoping Vanadium.....	9
2.3 Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalitik.....	12
2.4 Metode Lelehan Garam (MSS)	15
2.5 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan Garam.....	19
BAB III METODE PENELITIAN	22
3.1 Pelaksanaan Penelitian.....	22
3.2 Alat dan Bahan.....	22
3.2.1 Alat.....	22
3.2.2 Bahan.....	22
3.3 Tahapan Penelitian.....	22
3.3.1 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam.....	23
3.3.2 Karakterisasi Sampel.....	24
3.3.3 Analisis Hasil Karakterisasi.....	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam.....	26
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan XRD.....	28
4.2.1 Difraktogram Pergeseran Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	29
4.2.2 Difraktogram Hasil <i>Refinement</i> Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	30
4.2.3 Crystallite Size.....	30

4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan SEM-EDS.....	33
4.3.1 Mikrograf SEM.....	33
4.3.2 Spektrum EDS.....	35
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan UV-Vis DRS.....	35
4.5 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam.....	39
BAB V KESIMPULAN	43
5.1 Kesimpulan.....	43
5.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN.....	48

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian.....	48
Lampiran 2	Diagram Alir	49
Lampiran 3	Perhitungan	51
Lampiran 4	Data Difraksi Sinar-X Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	53
Lampiran 5	Data SEM-EDS Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	63
Lampiran 6	Data UV-Vis DRS Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	66
Lampiran 7	Dokumentasi Penelitian	71

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Proses mekanisme reaksi fotokatalitik senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ untuk degradasi senyawa polutan organik.....	8
Gambar 2.2	(a) Difraktorgram $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan (b) plot $(ah\nu)^{1/2}$ spektrum UV-Vis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan suhu sintesis berbeda selama 1 jam	9
Gambar 2.3	(a) data XRD dan (b) Hubungan antara $(FR*h\nu)^{1/2}$ dengan energi celah pita ($h\nu$) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0, 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$).....	11
Gambar 2.4	(a) perkiraan pita energi pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni dan terdoping vanadium, dan (b) Energi CB dan VB $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ ($x= 0,1$).. ..	12
Gambar 2.5	(a) gambar SEM dari serat nano $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{Bi}_2\text{S}_3$ Heterostruktur, (b) Spektrum UV-vis DRS $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{Bi}_2\text{S}_3$ dan Bi_2S_3 dan perbandingan aktivitas fotokatalitik antara sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, Bi_2S_3 dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{Bi}_2\text{S}_3$ di bawah penyinaran sinar tampak UV.	11
Gambar 2.6	(a) citra SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - <i>nanosheet</i> $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - <i>calcined</i> dan (b) Spektrum penyerapan UV-Vis dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - <i>nanosheet</i> dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - <i>calcined</i> serta kurva simulasi linier kinetik dari degradasi fotokatalitik Rhodamin-B $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - <i>nanosheet</i> dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ - <i>calcined</i>	14
Gambar 2.7	Mekanisme pembentukan struktur kristal <i>plate-like</i> $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam	17
Gambar 2.8	(a) pola XRD dan (b) citra SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu 1000 °C selama 1 jam.	19
Gambar 2.9	(a) Pola XRD, dan (b) gambar SEM partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintering pada suhu yang berbeda selama 2 jam yaitu 850 °C dan 900 °C (laju pendinginan 10 °C/menit hingga 850 °C), 950 °C (laju pendinginan 10 °C/menit hingga 850 °C), dan 950 °C (laju pendinginan 0,8 °C/menit hingga 850 °C)	20
Gambar 2.10	(a) Pola difraksi dan pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x: 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) (b) Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x: 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) lelehan garam tunggal NaCl pada suhu 900 °C selama 8 jam	21
Gambar 4.1	(a) sampel BTVO-700, (b) sampel BTVO-750, dan (c) sampel BTVO-800 sebelum tahap kalsinasi, setelah tahap kalsinasi dan setelah menjadi serbuk	26
Gambar 4.2	Pola drifaksi sinar-X senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan variasi suhu 700, 750, dan 800 °C.	28

Gambar 4.3	Pergeseran puncak difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ pada puncak $2\theta = 30,05^\circ$	29
Gambar 4.4	Plot data hasil <i>refinement</i> senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan variasi suhu 700, 750, dan 800 °C.	30
Gambar 4.5	Hasil SEM senyawa BTVO-700, 750, dan 800 °C dengan laju penurunan suhu sebesar 0,8 °C/menit	33
Gambar 4.6	Plot data (%) reflektan dengan panjang gelombang (nm) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	36
Gambar 4.7	Plot-tauc energi celah pita senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	36
Gambar 4.8	Ilustrasi transisi elektronik dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	36

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Kebutuhan prekursor dan garam untuk sintesis	23
Tabel 4.1	Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ hasil <i>refinement</i>	31
Tabel 4.2	Ukuran kristal senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$	33
Tabel 4.3	Persen massa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu 700, 750, dan 800 °C.....	35
Tabel 4.4	Energi celah pita (eV) dan panjang gelombang (nm) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu 700, 750, dan 800 °C.....	37

ABSTRAK

Mariani, Kanty. 2022. Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam Campuran NaCl-KCl Dengan Variasi Suhu. Proposal Penelitian. 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. M. Imamuddin, Lc. M.A

Kata kunci: *Metode lelehan garam, vanadium, fotokatalisis.*

Senyawa Aurivillius lapis tiga, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilaporkan berpotensi sebagai material fotokatalis dengan energi celah pita 2,95 eV sehingga akan bekerja pada daerah sinar tampak. Untuk meningkatkan potensi pemanfaatannya maka energi celah pita-nya harus diturunkan. Salah satu strategi yang banyak dilaporkan untuk menurunkan energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah dengan pendopongan logam transisi vanadium (V). Pada penelitian ini akan disintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$) dengan metode lelehan garam campuran NaCl/KCl dengan variasi suhu kalsinasi pada 700, 750, dan 800 °C. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristal produk, *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy* (SEM-EDS) untuk menentukan morfologi, ukuran partikel, dan komposisi unsur senyawa, serta *Ultraviolet-Visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS) untuk menghitung energi celah pita. Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi suhu yang digunakan tidak mengubah struktur kristal maupun lokal struktur dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang dihasilkan. Hasil SEM-EDS menunjukkan morfologi *plate-like* yang dimiliki sampel semakin teratur dan halus dengan meningkatnya suhu sintesis. Hasil UV-Vis DRS menunjukkan energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ masing-masing 2,92 eV (424 nm) untuk BTVO-700; 2,89 eV (424 nm) untuk BTVO-750; dan 2,88 eV (430 nm) untuk BTVO-800. Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan suhu yang semakin tinggi berkontribusi dalam menurunkan energi celah. Oleh karena itu, senyawa hasil sintesis dapat memberikan respon cahaya pada wilayah tampak, sehingga memberikan aktivitas fotokatalitik yang lebih baik.

ABSTRACT

Maryani, Kanty. 2022. Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ with The Molten Method of Mixture NaCl-KCl Salt At Various Temperatures. Research Proposal. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si. Supervisor II: Dr. H. M. Imamuddin, Lc. M.A

Keywords: *molten salt method, vanadium, photocatalysis*

The triple-layer Aurivillius compound, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ is reported as a potential photocatalyst material with a bandgap energy of 2.95 eV so that it will work in the visible light region. Band gap energy must be reduced to increase the utilization potential. One strategy reported to reduce the band gap energy of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ is by doping the transition metal vanadium (V). In this research, vanadium-doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$) will be synthesis using the mixed salt NaCl/KCl melting method with variations in calcination temperature at 700, 750, and 800 °C. The synthesis results by characterizing using *X-ray diffraction* (XRD) techniques to identify the phase and crystal structure of the product, *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy* (SEM-EDS) to determine morphology, particle size, and elemental composition of compounds, as well as *ultraviolet-visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS) to calculate the bandgap energy. The results showed that the use of temperature variation did not change the crystal structure or local structure of the resulting $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ compound. The SEM-EDS results showed that the plate-like morphology of the samples became more regular and smoother with increasing synthesis temperature. The UV-Vis DRS results show the bandgap energy of $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ 2.92 eV (424 nm) respectively for BTVO-700; 2.89 eV (424 nm) for the BTVO-750; and 2.88 eV (430 nm) for the BTVO-800. This result indicates that the higher temperatures contribute to lowering the gap energy. Therefore, the synthesized compounds can respond to light in the visible region, thereby providing better photocatalytic activity.

مستخلص

مارياني، كاتي. ٢٠٢٢. تخليق $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ بواسطة طريقة إذابة الملح المختلط NaCl-KCl مع اختلاف درجة الحرارة. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: دكتور أنطون براسيتيو، الماجستير. المشرف الثاني: دكتور الحاج محمد إمام الدين، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: طريقة ذوبان الملح، الفاناديوم، التحفيز الضوئي.

تم الإبلاغ بأن مركب Aurivillius من الطبقة الثالثة، $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ لديها القدرة على أن يكون مادة محفزة ضوئية بطاقة فجوة نطاق تبلغ ٢,٩٥ فولت بحيث يعمل في منطقة الحزمة المرئية. لزيادة إمكانات استخدامها، يجب خفض طاقة فجوة النطاق. تتمثل إحدى الاستراتيجيات التي تم الإبلاغ عنها على نطاق واسع لخفض طاقة فجوة النطاق $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ في تعاطي المنشط للفاناديوم المعدني الانتقالي (V). في هذه البحث، سيتم تخليق $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ المتعاطي بالفاناديوم ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$) بواسطة طريقة ذوبان الملح المختلط NaCl/KCl مع اختلاف درجة حرارة التكرس عند ٧٠٠ و ٧٥٠ و ٨٠٠ درجة مئوية. تتميز نتائج التوليف بتقنية حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد الطور والبنية البلورية للمنتج، والمسح المجهر الإلكتروني - التحليل الطيفي المشتت للطاقة (SEM-EDS) لتحديد التشكل، وحجم الجسيمات، والتكوين الأولي للمركب، والتحليل الطيفي للانعكاس المنتشر فوق المرئي للأشعة فوق البنفسجية (UV-Vis DRS) لحساب طاقة فجوة النطاق. أظهرت النتائج أن اختلاف درجة الحرارة المستخدم لم يغير البنية البلورية ولا البنية المحلية لمركب $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ الناتج. أشارت نتائج SEM-EDS إلى التشكل الشبيه باللوحة الذي تمتلكه العينة يصبح أكثر انتظاماً وسلاسة مع زيادة درجة حرارة التوليف. وأظهرت نتائج التحليل الطيفي للانعكاس المنتشر فوق المرئي للأشعة فوق البنفسجية أن طاقة فجوة النطاق $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ هي ٢,٩٢ eV (٤٢٤ نانومتر) ل BTVO-700؛ ٢,٨٩ eV (٤٢٤ نانومتر) ل BTVO-750؛ و ٢,٨٨ eV (٤٣٠ نانومتر) ل BTVO-800. هذا يشير إلى أن استخدام درجات الحرارة المرتفعة بشكل متزايد يساهم في خفض طاقة الفجوة. لذلك، يمكن أن توفر المركبات المركبة استجابة خفيفة للمنطقة المرئية، وبالتالي توفير نشاط تحفيز ضوئي أفضل.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pertumbuhan industri yang pesat telah menghasilkan limbah yang membawa dampak serius bagi lingkungan. Salah satu limbah yang banyak dihasilkan adalah limbah zat warna. Beberapa metode telah dikembangkan untuk penanganannya yang salah satunya adalah dengan menggunakan teknologi fotokatalisis. Fotokatalisis merupakan proses yang memanfaatkan cahaya matahari dan material katalis semikonduktor untuk mendegradasi zat warna dan pencemar organik lainnya dengan produk akhir yang ramah lingkungan (Supriyanto, dkk, 2014).

Salah satu senyawa yang berpotensi digunakan sebagai material fotokatalis adalah material berstruktur Aurivillius. Senyawa Aurivillius memiliki rumus umum $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+} [\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]^{2-}$ yang terdiri dari gugus perovskit yaitu $[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]^2$ yang dipisahkan oleh blok unsur Bismut $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ dimana n merupakan jumlah lapisan perovskit. Kation-A merupakan kation besar dengan jumlah muatan kecil (Na^+ , Pb^{2+} , Bi^{3+}) yang memiliki koordinasi kuboktahedral dan kation-B merupakan kation kecil dengan jumlah muatan besar (Fe^{3+} , Ti^{4+} , Ta^{5+} , W^{6+}) yang memiliki koordinasi oktahedral (Petrovic dan Bobic, 2018). Salah satu sifat penting yang dimiliki Senyawa Aurivillius yaitu sifat fotokatalitiknya. Selain itu, Aurivillius memiliki sifat penting lainnya antara lain ferroelektrik, termoelektrik, dan *photoluminescence* (Yao, dkk., 2003; Lazarevic dkk., 2005; Zhao, dkk., 2014). Beberapa aplikasi material fotokatalisis telah dilaporkan beberapa pihak yaitu (a) Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,6}\text{Cr}_{0,4}\text{O}_{12}$ untuk degradasi *Methylene Orange* (MO) dan produksi

H₂ (Chen, dkk., 2015), (b) Bi₄Ti₃O₁₂ *nanosheets* terdoping Fe³⁺ dan penambahan partikel Au untuk fotodegradasi fenol dan bisfenol A (Liu, dkk., 2016), (c) Bismut Molibdate (Bi₂MoO₆) untuk degradasi *Methylene Blue* (MB) dan *Methylene Orange* (MO) (Chen, dkk., 2016), dan (d) WO₃ terdoping Vanadium (V:WO₃) untuk degradasi *Rhodamine B* (RhB) (Antony, dkk., 2021).

Aplikasi senyawa Aurivillius sebagai fotokatalisis dapat dimanfaatkan untuk mengatasi masalah pencemaran lingkungan al-Qur'an dijadikan pedoman hidup manusia sebagai sumber utama yang berbicara tentang pemanfaatan sumber daya alam untuk pelestarian lingkungan. Bukti mengenai kekuasaan Allah SWT terhadap ciptaannya tertuang dalam Qur'an surah al-Qassash ayat 77 :

وَابْتَغِ فِيمَا آتَاكَ اللَّهُ الدَّارَ الْآخِرَةَ ۖ وَلَا تَنْسَ نَصِيبَكَ مِنَ الدُّنْيَا ۗ وَأَحْسِنَ كَمَا أَحْسَنَ اللَّهُ إِلَيْكَ ۖ وَلَا تَبْغِ الْفَسَادَ فِي الْأَرْضِ ۗ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ

Artinya: *Dan carilah (pahala) negeri akhirat dengan apa yang telah dianugerahkan Allah kepadamu, tetapi janganlah kamu lupakan bagianmu di dunia dan berbuat baiklah (kepada orang lain) sebagaimana Allah telah berbuat baik kepadamu, dan janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi. Sungguh, Allah tidak menyukai orang yang berbuat kerusakan.*

Menurut tafsir Jalalain, ayat di atas menerangkan bahwa Allah menganjurkan manusia sebagai khalifah di muka bumi untuk senantiasa memanfaatkan segala yang Allah ciptakan dan menggunakan ilmu yang kita miliki untuk berbuat baik kepada alam dengan mengambil manfaat dari ciptaan Allah yaitu cahaya dan mineral serta logam sebagai salahsatu teknologi untuk memelihara lingkungan dari berbagai macam kerusakan. Pemanfaatan sinar matahari serta senyawa bismut titanat memiliki kebermanfaatn bagi alam semesta khususnya

dalam proses fotodegradasi polutan organik dalam air dibawah sinar tampak dengan pemanfaatan sifat fotokatalitik Aurivillius (Junaidi, 2011)

Senyawa Aurivillius lapis 3 $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah dilaporkan mempunyai aktivitas fotokatalitik yang baik dalam mendegradasi limbah zat warna dengan energi celah pita yaitu 2,95 eV dan nilai ini masih tergolong tinggi sehingga kurang menguntungkan. Teknik doping dengan atom logam pada material fotokatalis telah dilaporkan dapat menurunkan energi celah pita. Beberapa penelitian telah dikembangkan untuk menurunkan energi celah pita diantaranya dengan mendoping $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan logam contohnya La, Nd, Fe, Cr, dan V sehingga aktivitas fotokatalis bekerja di daerah sinar tampak (Liu, dkk, 2016; Gu, dkk, 2016).

Pemanfaatan logam vanadium sebagai doping material fotokatalis telah dilaporkan beberapa pihak. Agustina, dkk. (2020) mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0; 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) dengan mendoping logam vanadium dengan metode lelehan garam NaCl pada suhu 900°C selama 8 jam menghasilkan senyawa dengan energi celah pita (a) $x=0$ 2,91 eV (426 nm), (b) $x= 0,05$ 2,53 eV (490 nm), (c) $x= 0,1$ 2,02 eV (613 nm), (d) $x= 0,15$ 1,98 eV (626 nm), (e) $x= 0,2$ 1,50 eV (826 nm). Berdasarkan hasil tersebut dapat diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi dopan yang diberikan maka energi celah pita yang dihasilkan semakin menurun dan tepi serapan optik semakin bergeser ke arah cahaya tampak.

Aktivitas fotokatalitik semikonduktor sangat dipengaruhi oleh morfologi dan ukuran partikel. Ramana, dkk. (2017) melaporkan pendopingan senyawa BIT dengan samarium dan vanadium (SBVT) dengan metode reaksi keadaan padat menghasilkan partikel berbentuk lempengan (*plate-like*) yang seragam tanpa fase sekunder dengan ukuran panjang rata-rata 5 μm dan tebal 0,9 μm . Morfologi ukuran

dan bentuk partikel yang seragam akan meningkatkan efisiensi kuantum transfer muatan antarmuka dan mencegah rekombinasi e^-/h^+ dan meningkatkan penyerapan sinar tampak sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalitik (Zhang, dkk., 2018).

Sintesis Bismut Titanat terdoping vanadium telah dilakukan dengan berbagai macam metode seperti metode reaksi kimia padatan, metode hidrotermal, dan metode sol-gel. Akan tetapi metode-metode tersebut biasanya menggunakan suhu cukup tinggi dengan proses yang panjang dan rumit, pembiayaan awal yang tinggi, melibatkan pelarut-pelarut berbahaya, dan dapat menghasilkan partikel teraglomerasi (Contala, dkk., 2018). Metode lain yang sedang dikembangkan termasuk dalam penelitian ini yaitu metode lelehan garam cair (*molten salt synthesis*). Metode lelehan garam adalah metode sintesis garam cair yang berfungsi sebagai pelarut cair dalam suhu tinggi (Jingfu, dkk., 2020). Terdapat dua mekanisme utama pada sintesis molten salt yakni mekanisme *template-growth* dan *dissolution-precipitation*. Pada mekanisme *template-growth* reaktan terlarut dalam garam cair berdifusi ke permukaan reaktan yang jauh lebih sedikit-terlarutnya, sedangkan untuk mekanisme *dissolution-precipitation* yaitu dua reaktan benar-benar larut dalam garam bereaksi untuk membentuk fase produk (Teresa, 2011). Sebagian besar dari lelehan garam merupakan pelarut yang digunakan untuk mengontrol karakteristik serbuk bahan dasar. Sehingga salah satu keuntungan dari metode ini adalah bentuk dan ukuran kristal dari produk sintesis dapat dikontrol dengan suhu sintering yang relatif rendah.

Faktor yang memengaruhi metode lelehan garam yaitu jenis garamnya, suhu sintering, waktu sintering, laju pendinginan, rasio garam terhadap oksida, dan jenis fluks (Akdogan, dkk., 2006). Faktor-faktor tersebut akan berpengaruh

terhadap morfologi partikel yang dihasilkan. Pengaruh jenis garam terhadap morfologi yaitu dilihat dari pengaruh simetri intrinsik kristal produk selama proses nukleasi. Pemilihan garam cair yang sesuai dalam proses sintesis menggunakan metode lelehan garam sangat penting dan harus memenuhi tiga fitur terpenting yaitu titik leleh rendah, kompatibilitas dengan reaktan dan kelarutan air yang tinggi (Jingfu, dkk., 2020). Sintesis menggunakan metode lelehan garam telah banyak diteliti menggunakan berbagai macam jenis garam, seperti garam NaCl, KCl, Na₂SO₄, K₂SO₄ dan campuran berbagai jenis garam. Sintesis menggunakan campuran berbagai jenis garam akan bekerja pada titik leleh yang lebih rendah daripada titik leleh garam tunggal (Kimura, 2011).

Berdasarkan uraian di atas, maka dilakukan penelitian sintesis material Bi₄Ti_{2,95}V_{0,05}O₁₂ menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl dengan variasi suhu. Variasi suhu sintering dilakukan agar dapat diketahui suhu optimal terbentuknya produk Bi₄Ti₃O₁₂ berbentuk *plate-like*. Fasa yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), morfologi dan ukuran partikel ditentukan dengan instrumen *scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray spectroscopy* (SEM-EDX), dan energi celah pita ditentukan dengan menggunakan instrumen *ultraviolet-visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS).

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana struktur kristal, morfologi, dan energi celah pita material fotokatalisis Bi₄Ti_{2,95}V_{0,05}O₁₂ yang disintesis menggunakan metode lelehan garam NaCl-KCl pada variasi suhu 700, 750, dan 800 °C?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui struktur kristal, morfologi, dan energi celah pita material fotokatalisis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang disintesis menggunakan metode lelehan garam dengan menggunakan garam campuran NaCl-KCl pada variasi suhu 700, 750, dan 800 °C

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah :

- a. Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan rasio molar $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}/\text{NaCl-KCl} = 1:7$
- b. Suhu kalsinasi yang digunakan sebesar 700, 750, dan 800 °C.

1.5 Manfaat Penelitian

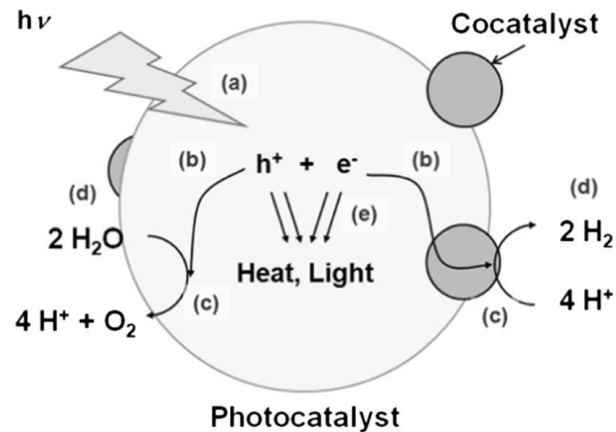
Manfaat dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui kelebihan material fotokatalisis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang disintesis dengan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl dan memberikan informasi mengenai struktur kristal, morfologi, energi celah pita, dan komposisi unsur senyawa material fotokatalisis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

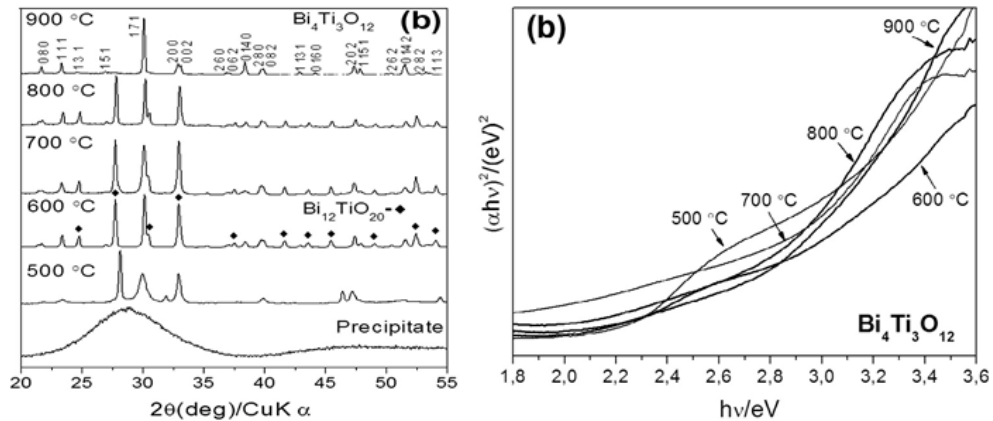
2.1 Material Fotokatalis Bismut Titanat

Fotokatalisis merupakan proses yang memanfaatkan cahaya matahari dan material katalis semikonduktor untuk mendegradasi zat warna dan pencemar organik lainnya dengan produk akhir yang ramah lingkungan (Supriyanto, dkk., 2014). Dalam prosedur fotokatalitik, pasangan elektron-*hole* yang dihasilkan dari semikonduktor dibawah iradiasi cahaya berpartisipasi dalam reaksi reduksi dan oksidasi yang digunakan pada proses degradasi polutan seperti bisfenol A, metil orange, rhodamin B, klorotetrasiklin, tetrasiklin hidroklorida, oksidasi air, dan reduksi CO₂ serta N₂ fiksasi (He, dkk., 2018). Elektron-*hole* merupakan sisi aktif yang berperan dalam proses fotokatalitik dari Bi₄Ti₃O₁₂. Elektron-*hole* terbentuk jika elektron dari pita konduksi tereksitasi menuju pita valensi. Bi₄Ti₃O₁₂ memproduksi superoksida (O⁻) dan hidroksil (.OH) radikal untuk mengubah kontaminan menjadi H₂O. Fotokatalis yang efisien *hole* positif dan elektron yang tereksitasi harus dipisahkan dan menempati permukaan masing-masing pada semikonduktor, agar terjadi reaksi reduksi dan reaksi oksidasi (Hisatomi, dkk., 2015). Berikut adalah mekanisme fotokatalis yang ditampilkan pada Gambar 2.1 ketika cahaya foton diserap material semikonduktor.



Gambar 2.1. Proses mekanisme reaksi fotokatalitik untuk degradasi senyawa polutan (Hisatomi, dkk., 2015)

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan material semikonduktor yang memiliki energi celah pita yang relatif besar ($E_g = 2,95 \text{ eV}$) (Liu, dkk., 2016). Namun senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan celah pita $E_g = 2,95 \text{ eV}$ dinilai kurang efektif sebagai material fotokatalis, karena rentang absorptivitas yang kecil di daerah sinar tampak. Nogueira, dkk. (2013) telah mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode *oxidant peroxide method* (OPM) dengan variasi suhu kalsinasi 400-900 °C dan dilaporkan bahwa pembentukan fasa perovskit senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terjadi pada suhu 500 °C. Aktivitas fotokatalitik $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terbaik terjadi pada suhu 900 °C dengan energi celah pita paling sedikit yaitu 2,63 eV serta kemampuan degradasi Rhodamin B hingga 98 %.



Gambar 2.2 (a) Difraktorgram $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan (b) plot $(\alpha h\nu)^{1/2}$ spektrum UV-Vis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan suhu sintesis berbeda selama 1 jam (Nogueira, 2014)

Januari, dkk. (2020) telah mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl pada suhu 900 °C dengan variasi waktu kalsinasi 2 (BIT-2), 4 (BIT-4), 8 (BIT-8) dan 16 (BIT-16) jam. Dari hasil XRD, dilaporkan bahwa senyawa yang terbentuk murni dan tidak terdapat pengotor. Adapun morfologi yang dihasilkan berbentuk *plate-like* dengan area permukaan yang semakin besar seiring dengan lamanya waktu kalsinasi (Januari, dkk., 2020).

2.2 Senyawa Bismut Titanat Terdoping Vanadium

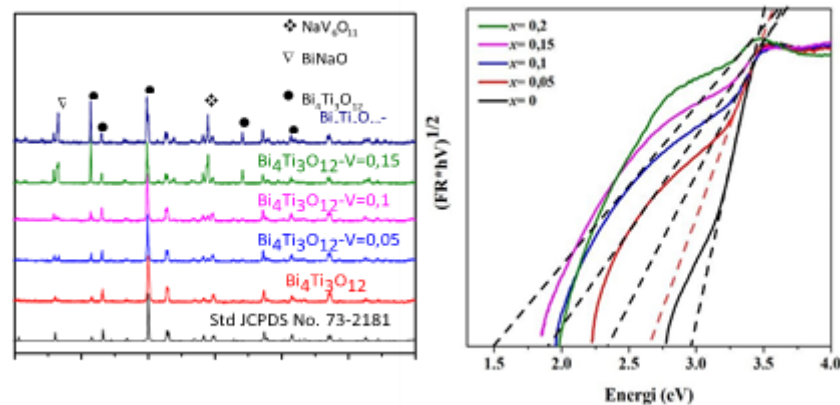
Metode doping merupakan salah satu upaya untuk menurunkan energi celah pita yang terlalu besar pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan meningkatkan penyerapan material semikonduktor ke arah sinar tampak (Chen, dkk., 2016). Logam vanadium dilaporkan dapat digunakan sebagai dopan pada material fotokatalis (Gu, dkk., 2016; Wang, dkk., 2017; Ramana, dkk., 2017; Anthony, dkk., 2021). Penggunaan logam vanadium sebagai dopan pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dikarenakan memiliki ukuran jari-jari ion yang hampir mirip dengan ukuran jari-jari ion Ti^{4+} yaitu 0,605

Å sedangkan V^{5+} 0,54Å, sehingga V^{5+} mudah disubstitusikan kedalam kisi kristal $Bi_4Ti_3O_{12}$ (Gu, dkk., 2016). Hal ini menunjukkan bahwa vanadium dapat digunakan sebagai doping $Bi_4Ti_3O_{12}$.

$Bi_4Ti_3O_{12}$ terdoping vanadium dilaporkan mempunyai energi celah pita yang lebih rendah. Gu, dkk. (2016) melaporkan telah mensintesis $Bi_4Ti_3O_{12}$ dengan penambahan dopan vanadium menggunakan metode hidrotermal pada suhu 180 °C selama 10 jam dan ditemukan bahwa energi celah pita $Bi_4Ti_3O_{12}$ setelah didoping berubah menjadi 2,37 eV ($x=0,1$). Hal ini disebabkan karena substitusi elektronik V^{5+} menyebabkan terjadinya adsorpsi di wilayah cahaya tampak. *conduction band* (CB) pada struktur $Bi_4Ti_3O_{12}$ melibatkan electron pada orbital Ti_3d , sedangkan *valence band* (VB) melibatkan elektron pada orbital Bi_6s dan O_{2p} dan terdapat dispersi besar diantara VB dan CB pada sampel $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang didoping-V, hibridisasi antara O_{2p} . Pada orbital Bi_6s dapat menghasilkan keadaan anti-ikatan di tepi VB, yang memungkinkan mobilitas yang lebih tinggi untuk muatan induksi foton.

Penelitian lain dilaporkan oleh Agustina, dkk. (2020) yang mensintesis $Bi_4Ti_3O_{12}$ terdoping vanadium dengan metode lelehan garam NaCl pada suhu 900 °C selama 8 jam. Dari hasil uji XRD diperoleh bahwa difraktogram senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ menunjukkan kemiripan hasil dengan *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS) No. 73- 2181 namun terdapat fasa pengotor senyawa NaV_6O_{11} dan $BiNaO_3$ yang kemungkinan terbentuk dari reaksi antar prekursor Bi_2O_3 , V_2O_3 dan NaCl yang terjadi pada suhu tinggi (900°C). Nilai energi celah $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang terdoping vanadium mengalami penurunan dari senyawa murninya yaitu secara berturut-turut 2,91; 2,53; 2,02; 1,98; dan 1,50 eV yang dilihat dari

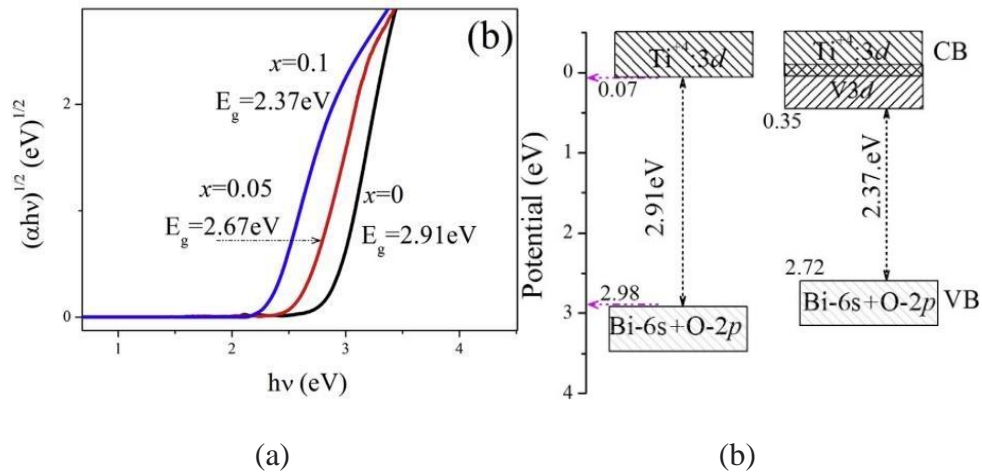
persen reflektansi sampel pada Gambar 2.4. Hal tersebut dikarenakan adanya oksigen vakansi yang terbentuk di bawah pita konduksi sehingga memudahkan elektron yang terikat mengalami eksitasi dan pita serapan bergeser ke arah sinar tampak (Agustina, dkk., 2020).



Gambar 2.3 (a) Difraktogram, dan (b) Plot $(FR \cdot hv)^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0, 0,05; 0,1; 0,15; \text{ dan } 0,2$) (Agustina, dkk., 2020).

Penurunan energi celah pita BIT akibat doping vanadium disebabkan karena adanya pembentukan pita baru yang terbentuk di bawah pita konduksi dan berasal dari komponen elektronik V_{3d} , sehingga transisi elektron yang terjadi dari orbital $\text{Bi}_{6s} + \text{O}_{2p}$ ke V_{3d} . Pembentukan pita baru menghasilkan laju rekombinasi yang lemah sehingga dapat meningkatkan efisiensi degradasi fotokatalis (Gu, dkk., 2016).

Penurunan energi celah pita BIT akibat doping vanadium disebabkan karena adanya pembentukan pita baru yang terbentuk di bawah pita konduksi dan berasal dari komponen elektronik V_{3d} , sehingga transisi elektron yang terjadi dari orbital $\text{Bi}_{6s} + \text{O}_{2p}$ ke V_{3d} . Pembentukan pita baru menghasilkan laju rekombinasi yang lemah sehingga dapat meningkatkan efisiensi degradasi fotokatalis (Gu, dkk., 2016).



Gambar 2.4 (a) Energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni dan terdoping vanadium, dan (b) Transisi elektronik pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-3x}\text{O}_{12}$ ($x = 0,1$) (Gu, dkk., 2016).

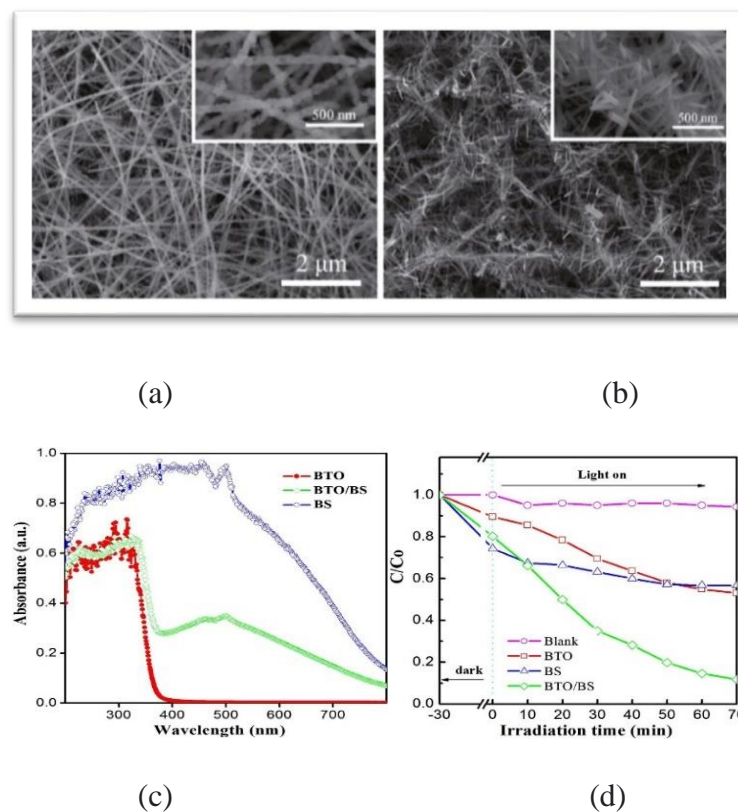
Hasil karakterisasi dengan menggunakan UV-Vis DRS ditampilkan pada Gambar 2.4 energi celah pita yang dihasilkan pada doping $x = 0,05$ yaitu 2,67 eV dan panjang gelombang berubah dari 426 menjadi 450 nm, pada doping $x = 0,1$ energi celah pita yang dihasilkan 2,37 eV dengan pergeseran panjang gelombang 600 nm.

2.3 Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalitik

Sifat fotokatalitik semikonduktor sangat bergantung pada morfologi dan ukuran partikel, luas permukaan yang spesifik, ketebalan, serta struktur hierarkis dan berongga dapat meningkatkan penyerapan cahaya dan aksesibilitas fotokatalis. Senyawa bismuth titanat dalam bentuk lembaran *nanosheet* memiliki ukuran yang kecil dan morfologi yang unik dan dilaporkan mempunyai kinerja fotokatalitiknya lebih meningkat (Chen, dkk, 2016).

Liu, dkk. (2015) melaporkan telah berhasil membandingkan aktivitas fotokatalitik antara $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (mempunyai morfologi *nanofiber*), B_2S_3 ,

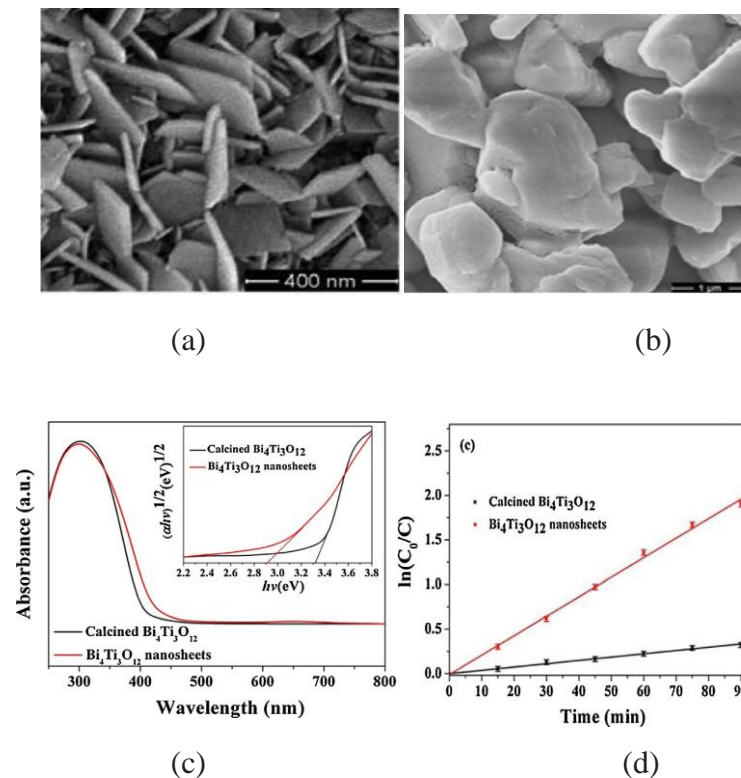
(mempunyai morfologi *nanorods*) dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{Bi}_2\text{S}_3$ (mempunyai morfologi heterostruktur dengan inti *nanofiber* dan cangkang berbasis *nanorods*). Morfologi masing-masing senyawa ditampilkan pada Gambar 2.6. Hasil uji aktivitas fotokatalitik dalam mendegradasi Rhodamin *B* diperoleh hasil bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{Bi}_2\text{S}_3$ bermorfologi heterostruktur (gabungan antara inti dari *nanofiber* dan cangkang berbasis *nanorods*) dapat mendegradasi Rhodamin *B* lebih baik (Liu, dkk., 2015). Hasil uji fotokatalisnya ditampilkan pada Gambar 2.6



Gambar 2.5 (a) Gambar SEM dari serat nano $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{Bi}_2\text{S}_3$ heterostruktur, (b) Spektrum UV-vis DRS $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{Bi}_2\text{S}_3$ dan Bi_2S_3 dan perbandingan aktivitas fotokatalitik antara sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, Bi_2S_3 dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{Bi}_2\text{S}_3$ di bawah penyinaran sinar tampak UV (Liu, dkk., 2015)

Performa fotokatalitik senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ berkaitan dengan peningkatan situs permukaan aktif, pemisahan yang efisien dan transfer pembawa muatan

fotogenerasi dan sangat menekan laju rekombinasi pasangan e^-/h^+ , yang timbul dari luas permukaan spesifik yang besar, partikel kecil ukuran, dan kristalinitas tunggal. Material berstruktur nano dengan ukuran kristal < 20 nm dilaporkan lebih efektif dijadikan sebagai bahan fotokatalis.



Gambar 2.6 (a) Citra SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -nanosheet $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -calcined dan (b) Spektrum penyerapan UV-Vis dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -nanosheet dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -calcined serta kurva simulasi linier kinetik dari degradasi fotokatalitik Rhodamin-B $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -nanosheet dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -calcined (Chen, dkk., 2015)

Chen, dkk. (2015) melaporkan telah berhasil membandingkan aktivitas fotokatalitik antara $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -nanosheet yang disintesis dengan metode sol-gel dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -calcined yang disintesis dengan metode reaksi keadaan padatan (*solid-state reaction*). Adapun morfologi yang ditampilkan yaitu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -nanosheet memiliki morfologi berbentuk *sheet-like* yang unik dengan ukuran partikel kecil,

dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -*calcined* memiliki morfologi berbentuk *plate-like* dengan partikel agregat yang tidak teratur yang ditampilkan pada Gambar 2.7a. Hasil uji fotokatalis dalam mendegradasi Rhodamin-*B* yang ditampilkan pada Gambar 2.7b diperoleh hasil bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan morfologi *sheet-like* dapat mendegradasi Rhodamin-*B* lebih baik dibandingkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan morfologi *plate-like* (Chen, dkk., 2015).

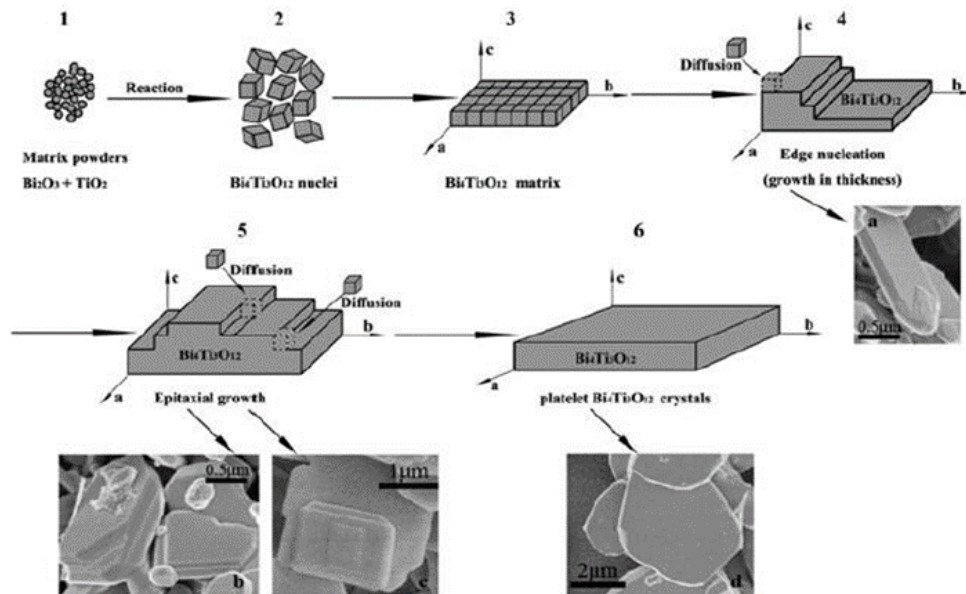
2.4 Metode Lelehan Garam (MSS)

Sintesis dengan metode lelehan garam (MSS) adalah salah satu metode untuk membuat nanomaterial berkualitas tinggi karena berbagai sifat yang menguntungkan dari lelehan garam yaitu non-toksistas, titik leleh rendah, stabilitas tinggi, reaktivitas rendah, kemudahan ketersediaan, hemat biaya, kompatibilitas dengan reaktan, konduktivitas ionik tinggi, dan kelarutan air yang tinggi sehingga dapat dengan mudah dihilangkan setelah sintesis hanya dengan mencuci dengan air (Gupta & Mao, 2020). Dalam metode ini, lelehan garam digunakan sebagai media preparasi MSS telah banyak dilaporkan untuk menyintesis nanomaterial kompleks, seperti nanomaterial berbasis bismut (He, dkk., 2018), grafit (Chen, dkk., 2017), karbon berpori *B*-doped (Huang, dkk., 2016), oksida logam 2D (Hu, dkk., 2017), Ti_4N_3 (Urbankowski, dkk., 2016), doping ion logam (Peng, dkk., 2016), doping non logam (Jin, dkk., 2015), dan lain-lain.

Akdogan, dkk. (2006), menyatakan bahwa kinetika difusi dan reaksi kecepatan melambat seiring dengan rendahnya suhu karena aktivasi termal yang terbatas dan untuk mengatasi hambatan tersebut yaitu dengan meningkatkan suhu pemanasan sehingga dapat meningkatkan reaksi dan massa sehingga mengurangi

skala waktu yang digunakan. Menurut Ebrahimi, dkk. (2003) proses pembentukan *plate-like* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ melalui tahapan proses sintesis metode lelehan garam yaitu disolusi reaktan, transfer reaktan, nukleasi dan pertumbuhan inti produk.

Tahapan dalam metode sintesis lelehan garam ditampilkan pada Gambar 2.8, terdapat tiga tahapan dalam proses MSS, yaitu (a) Tahap pertama melibatkan pencampuran prekursor dengan garam atau dengan campuran eutektik dengan perbandingan jumlah garam yang lebih banyak daripada prekursor. (b) Tahap kedua melibatkan pemanasan prekursor yang bertujuan untuk memperpendek panjang difusi dan meningkatkan laju transpor molekul untuk bereaksi. Pada tahap ini, berbagai proses fisik terjadi di dalam garam cair yaitu dispersi seragam molekul prekursor, disosiasi, penataan ulang dan difusi. (c) Tahap ketiga, terjadi nukleasi dan pertumbuhan partikel produk melalui proses pengendapan larutan dan pembentukan struktur kristal *plate-like* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Pertumbuhan partikel mungkin diatur oleh pematangan Ostwald. Partikel yang jauh lebih kecil akan larut ke dalam lelehan garam untuk membentuk partikel yang lebih besar. Produk didinginkan dan dicuci menggunakan air untuk menghilangkan garam dari produk, kemudian dikeringkan di dalam oven.



Tahap 1	Tahap 2	Tahap 3
Pencampuran Prekursor dan garam	Pemanasan yaitu terjadi penyusunan matriks, dan difusi spesi	Nukleasi tepi dan pertumbuhan fase perovskit dan pe- mbentukan kristal <i>plate-like</i>

Gambar 2.7 Mekanisme pembentukan struktur kristal *plate-like* $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam (Zhao, dkk., 2014)

Faktor-faktor yang dapat memengaruhi hasil sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam, di antaranya yaitu:

a. Jenis Garam

Jenis garam yang digunakan akan memengaruhi morfologi dan ukuran partikel dari produk yang dihasilkan karena perbedaan kelarutan oksida penyusun dan ukuran anion garam dalam fluks garam. Penggunaan garam heterogen cenderung lebih disukai karena menggunakan titik leleh yang lebih rendah, tingkat kekentalan zat yang rendah, dan kisaran suhu sintering yang lebih luas. Campuran garam heterogen dapat menyesuaikan

keseimbangan asam-basa sehingga terjadi pengendapan preferensial dari produk yang ditargetkan (Gupta & Mao, 2020).

b. Suhu Pemanasan

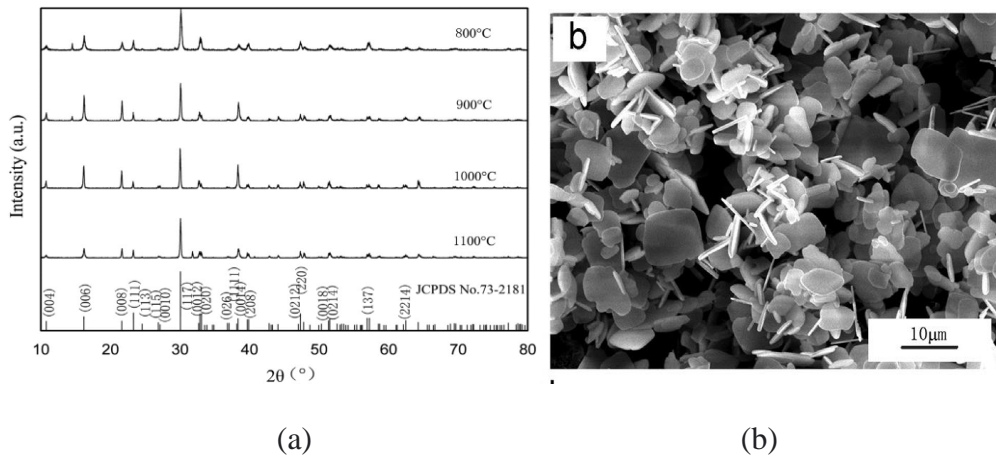
Suhu sintering berperan terhadap morfologi kristal. Semakin tinggi suhu pemanasan, ukuran kristal yang dihasilkan juga semakin besar. Hal ini disebabkan oleh adanya suhu tinggi yang mendorong partikel untuk menurunkan energi permukaan sehingga partikel yang terbentuk semakin bagus (Zhao, dkk., 2014).

c. Laju penurunan suhu sintering

Laju penurunan suhu ini sangat memengaruhi ukuran dan morfologi partikel kristal yang dihasilkan sebagai produk akhir. Semakin tinggi laju pendinginan maka nukleasi partikel secara heterogen semakin rendah. Oleh karena itu, terbentuk lebih banyak partikel dengan struktur kristal yang besar (Gupta & Mao, 2020).

Suhu, jenis garam, dan waktu pemanasan memainkan peran penting dalam mengendalikan pembentukan akhir karakteristik bubuk yaitu menurunkan tingkat aglomerasi produk akhir dan membuat bubuk produk akhir menjadi homogen. Zhao, dkk. (2013) melaporkan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam pada variasi suhu 800-1100 °C selama 1 jam. data XRD menunjukkan bahwa fasa ortorombik terbentuk pada suhu 800 °C dan intensitas meningkat seiring dengan meningkatnya suhu. Akan tetapi, laju pertumbuhan kristal terhenti ketika suhu mencapai 1000 °C dan pada suhu 1100 °C ditemukan adanya pengotor yang kemungkinan disebabkan oleh suhu yang terlalu tinggi. Adapun morfologi partikel

yang terbentuk yaitu *plate-like* dengan diameter dan ketebalan 2 μm and 0.2 μm pada suhu 800-1000 $^{\circ}\text{C}$. Artinya, morfologi partikel produk yang dihasilkan dipengaruhi oleh suhu pemanasan dan juga laju pendinginan yang ditetapkan. Morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dapat dilihat pada Gambar 2.9.



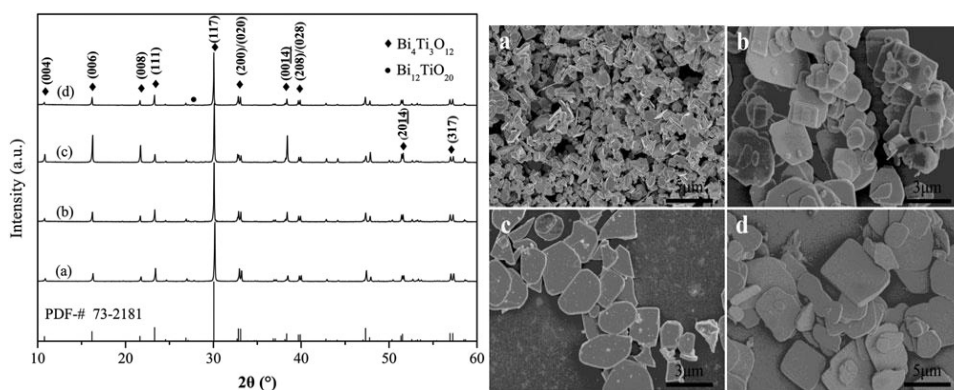
Gambar 2.8 (a) Difraktogram, dan (b) mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu 1000 $^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam (Zhao, dkk., 2013)

2.5 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan Garam

Metode lelehan garam telah banyak digunakan untuk mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dikarenakan metode ini merupakan metode yang sederhana, serbaguna, dan ramah lingkungan dan dapat digunakan untuk sintesis kemurnian yang tinggi dengan meninjau komposisi dan morfologi (Xue, dkk., 2018). Beberapa peneliti telah mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan menggunakan metode lelehan garam tunggal seperti NaCl, KCl, Na_2SO_4 , NaOH, KOH, NaNO_3 , KNO_3 dan garam campuran seperti NaCl-KCl, NaOH-KOH, Na_2SO_4 - K_2SO_4 , dan NaNO_3 - KNO_3 .

Zhao, dkk., (2014) mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam Na_2SO_4 - K_2SO_4 dengan variasi suhu sintering 850, 900, dan 950 $^{\circ}\text{C}$

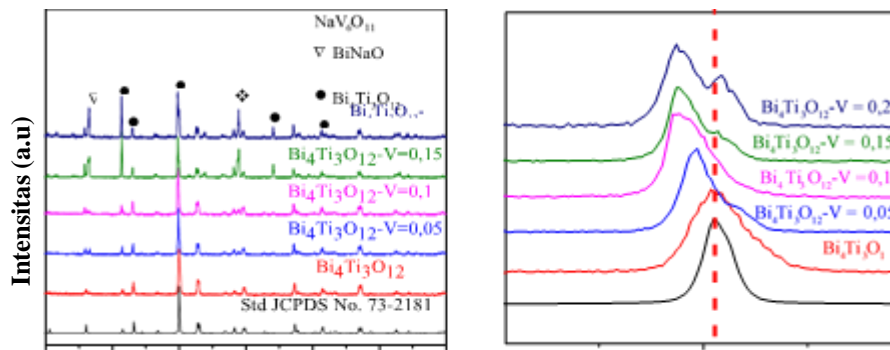
selama 2 jam. Dari hasil difraktogram dapat diketahui bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki kemurnian yang tinggi dan terbentuk fasa pengotor $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$. Hasil karakterisasi menggunakan SEM diketahui bahwa morfologi berbentuk *sheet-like* dengan ukuran partikel meningkat (agregasi menurun) dengan meningkatnya suhu. Difraktogram dan morfologi partikel ditampilkan pada Gambar 2.11.



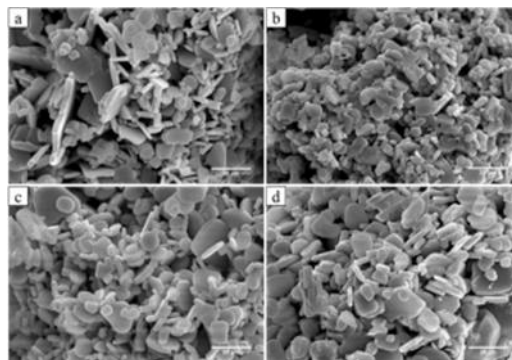
Gambar 2.9 (a) Difraktogram, dan (b) Mikrograf SEM partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintering pada suhu yang berbeda selama 2 jam yaitu $850\text{ }^\circ\text{C}$ dan $900\text{ }^\circ\text{C}$ (laju pendinginan $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{menit}$ hingga $850\text{ }^\circ\text{C}$), $950\text{ }^\circ\text{C}$ (laju pendinginan $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{menit}$ hingga $850\text{ }^\circ\text{C}$), dan $950\text{ }^\circ\text{C}$ (laju pendinginan $0,8\text{ }^\circ\text{C}/\text{menit}$ hingga $850\text{ }^\circ\text{C}$) (Zhao, dkk., 2014)

Agustina, (2020) mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x=0,05; 0,1; 0,15;$ dan $0,2$) menggunakan metode lelehan garam tunggal NaCl pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ selama 8 jam. Dari hasil difraktogram dapat diketahui bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki kemurnian yang tinggi dan terbentuk fasa pengotor $\text{NaV}_6\text{O}_{11}$ dan BiNaO_3 dan terjadi pergeseran posisi puncak yang menunjukkan bahwa doping V^{3+} berhasil tersubstitusi sebagian ke dalam kisi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggantikan atom Ti^{4+} . Hasil karakterisasi menggunakan SEM diketahui bahwa morfologi berbentuk *plate-like* dan dengan ukuran partikel meningkat (tidak terbentuk aglomerasi) dengan meningkatnya konsentrasi doping yang ditampilkan pada Gambar 2.9 bahwa

sampel dengan konsentrasi doping diatas 0,05 memiliki permukaan yang lebih halus sedangkan sampel yang tidak didoping memiliki bidang partikel yang lebih besar dan permukaan yang tidak teratur. Berdasarkan hal tersebut dapat diketahui bahwa konsentrasi doping berpengaruh pada morfologi dan ukuran partikel.



(a)



(b)

Gambar 2.10 (a) Difraktogram, dan pergeseran puncak difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ (x : 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) (b) Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ (x : 0,05; 0,1; 0,15; dan 0,2) lelehan garam tunggal NaCl pada suhu 900°C selama 8 jam

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan September-Oktober 2022 yang bertempat di laboratorium Edukasi Kimia Fisik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

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

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan antara lain Bi_2O_3 (Himedia, 99,9% serbuk), TiO_2 (Aldrich, 99,9% serbuk), V_2O_3 (Sigma Aldrich), NaCl (Merck, 99,5% serbuk), KCl (Merck, 99,5% serbuk), aseton, AgNO_3 , dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini terdiri atas:

- a. Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam
- b. Karakterisasi Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan instrumen XRD, SEM-EDS, dan UV-Vis DRS
- c. Analisis hasil karakterisasi

3.3.1 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam

Dalam penelitian ini senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ disintesis dengan menggunakan metode lelehan garam dengan menggunakan garam NaCl-KCl. Kebutuhan prekursor dan garam pada penelitian ini dirangkum pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Kebutuhan prekursor dan garam untuk sintesis

Prekursor	Bi_2O_3	TiO_2	V_2O_3	NaCl	KCl
Massa (gr)	2,3861	0,6035	0,0096	1,0456	1,3352

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dilakukan dengan tahapan yaitu mencampur prekursor Bi_2O_3 , TiO_2 , dan V_2O_3 , yang disesuaikan dengan perhitungan stoikiometri. Prekursor dihomogenkan dengan cara digerus menggunakan mortar agate selama 1 jam dan ditambahkan dengan aseton untuk menghomogenkan campuran, kemudian ditambahkan garam campuran NaCl-KCl dengan rasio 1:7:7 dan digerus dalam mortar agate selama satu jam. Campuran kemudian dipanaskan pada variasi 700, 750, 800 °C selama 6 jam. Hasil sintesis dikeluarkan dari tanur dan kemudian dibilas dengan aquades panas beberapa kali untuk menghilangkan garam campuran yang digunakan. Kemudian sampel dipanaskan dalam oven pada suhu 90 °C selama 3 jam untuk memperoleh sampel berbentuk serbuk. Untuk mengidentifikasi keberadaan garam NaCl-KCl maka dilakukan pengujian menggunakan larutan AgNO_3 dengan meneteskannya pada filtrat. Adanya endapan putih menandakan bahwa masih terdapat garam di dalam filtrat tersebut.

3.3.2 Karakterisasi Sampel

3.3.2.1 Teknik Difraksi Sinar-X

Sampel yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD yang bertujuan untuk mengetahui analisis produk sintesis dan struktur fasa kristal. Pengukuran dilakukan pada 2θ ($^{\circ}$)= 10-90.

3.3.2.2 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi, ukuran, dan komposisi senyawa sampel. Sampel berupa serbuk dibuat pelet dan dilapisi dengan logam untuk memperbesar kontras antara preparat yang diamati dengan lingkungan sekitar. Kemudian diletakkan 50 mg sampel pada holder. Selanjutnya, diletakkan pada instrumen dan dilakukan analisa menggunakan perbesaran 5.000-20.000 kali (Kan, dkk.,2003).

3.3.2.3 Ultraviolet Visible-Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui energi celah pita dari senyawa produk sintesis. Sampel dengan bentuk bubuk halus yang akan dikarakterisasi diletakkan pada sampel *holder*. Energi celah pita dihitung dari data spektrum adsorpsi yang diukur pada rentang panjang gelombang 200-800 nm.

3.3.3 Analisis Hasil Karakterisasi

3.3.3.1 Analisis Data XRD

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD adalah pola difraksi sinar-X yang selanjutnya akan dibandingkan dengan standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

yang terdapat pada database *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) No. 73-2181. Dari data XRD yang didapat selanjutnya dilakukan analisa (*refinement*) 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 senyawa produk.

3.3.3.2 Analisis Gambar SEM

Hasil karakterisasi SEM berupa gambar diolah menggunakan perangkat lunak *Image-J* untuk mengetahui ukuran partikelnya. Dari semua data akan dibandingkan morfologi dan komposisi senyawanya.

3.3.3.3 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.

$$f(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s} \dots\dots\dots(3.1)$$

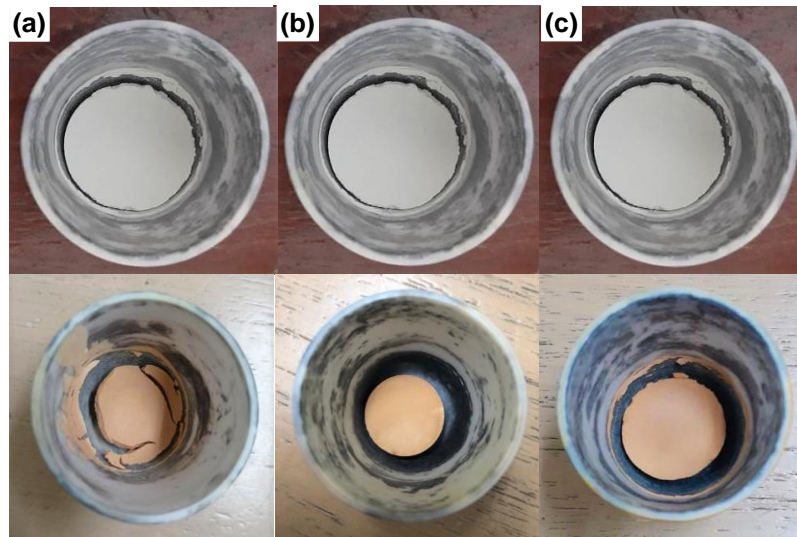
dengan $F(R)$ adalah faktor Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi molar, S adalah koefisien scattering, dan R adalah nilai reflektan yang diukur. Nilai energi celah pita ditentukan dari membuat plot antara energi foton ($h\nu$) (sebagai sumbu x) dan $(F(R).h\nu)^{1/2}$ (sebagai sumbu y). Energi foton ($h\nu$) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana $h\nu = hc/\lambda$ dengan c adalah tetapan cahaya dan h adalah tetapan Planck. 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 ini telah dilakukan sintesis senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl pada variasi suhu pemanasan 700, 750, dan 800 °C selama 6 jam dan produk yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM-EDS, dan UV-Vis DRS.

4.1 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam

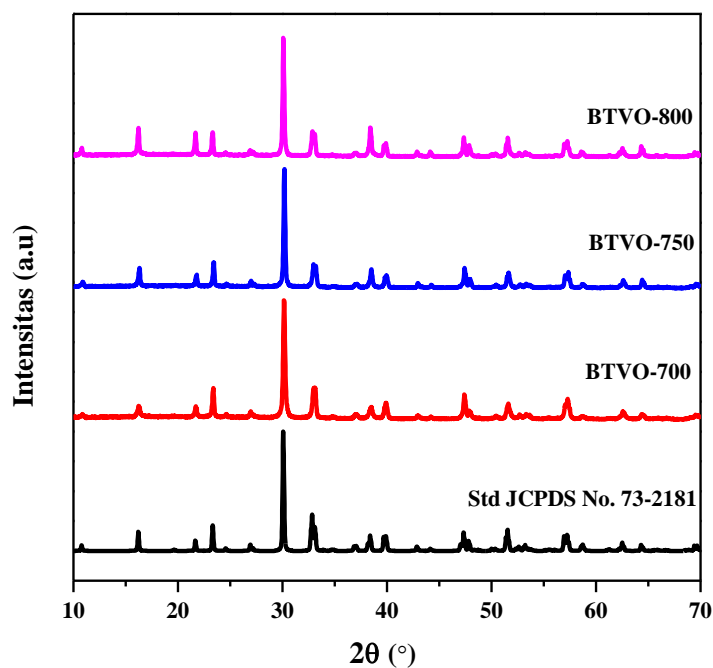


Gambar 4.1 (a) Sampel BTVO-700, (b) sampel BTVO-750, dan (c) sampel BTVO-800 sebelum tahap kalsinasi dan setelah tahap kalsinasi

Proses sintesis dilakukan dengan menggerus prekursor selama satu jam yang bertujuan untuk memperkecil ukuran sehingga luas permukaan prekursor menjadi besar yang diharapkan akan memperluas ruang interaksi antar prekursor. Selama penggerusan juga ditambahkan aseton untuk membantu meningkatkan homogenitas reaksi antar prekursor. Aseton digunakan karena tidak bereaksi

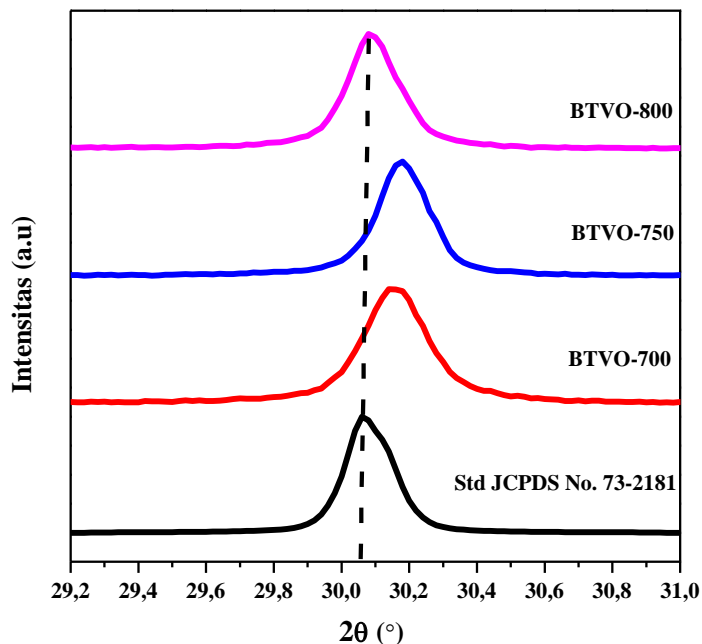
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan XRD

Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 4.2 dan kemudian dicocokkan dengan data standar XRD senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang menggunakan data standar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ No. 73-2181 pada *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS). Dari hasil perbandingan diperoleh hasil bahwa terdapat kesesuaian puncak-puncak difraktogram dengan puncak standar. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ berhasil disintesis. Hasil perbandingan juga menunjukkan bahwa tidak ada puncak-puncak lain yang menunjukkan bahwa tidak terbentuk senyawa pengotor disemua sampel. Difraktogram juga menunjukkan intensitas puncak-puncak tinggi yang menyatakan bahwa sampel mempunyai kristalinitas yang baik (tidak ada bagian yang amorf) dan juga menyatakan bahwa sintesis pada suhu 700 °C, sudah dapat diperoleh sampel murni dengan kristalinitas yang baik.



Gambar 4.2. Difraktogram $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan variasi suhu 700, 750, dan 800 °C.

4.3.1 Difraktogram Pergeseran Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ Pada $2\theta = 30,05^\circ$



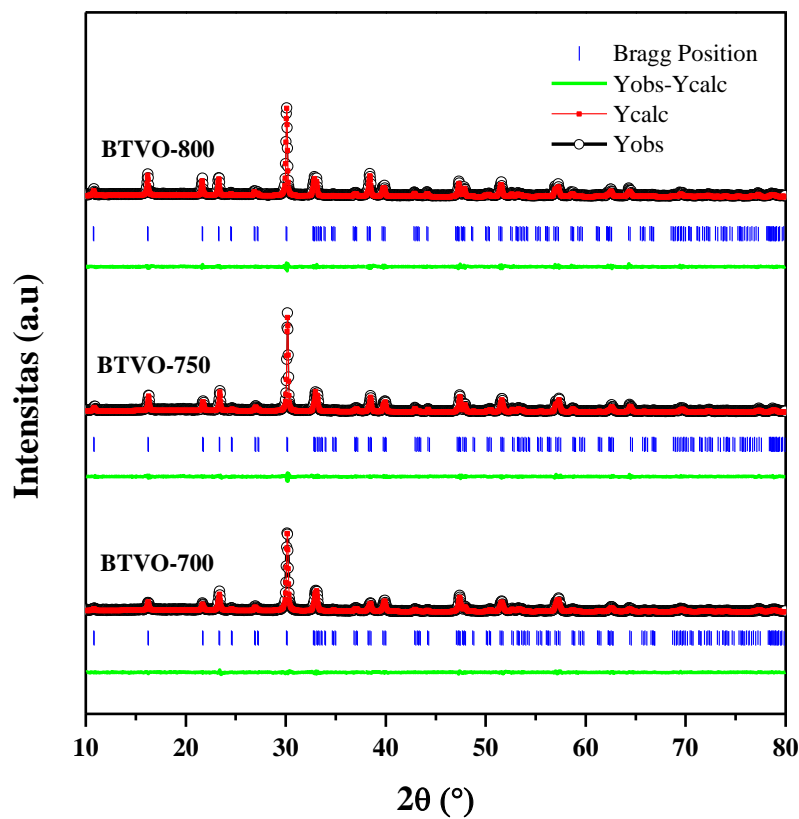
Gambar 4.3 Pergeseran puncak difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ pada puncak $2\theta = 30,05^\circ$

Puncak tertinggi difraktogram pada $2\theta = 30,05^\circ$ ditampilkan pada Gambar 4.3, dan menunjukkan pergeseran ke posisi 2θ yang lebih besar. Pergeseran posisi yang dibandingkan dengan data standar mengindikasikan terjadinya perubahan kisi kristal sebagai akibat dari substitusi Ti oleh V yang membentuk tingkat energi baru V_{-3d} di bawah Ti_{-3d} pada CB. Muatan positif ion V^{5+} yang lebih besar dan jari-jari yang lebih kecil daripada ion Ti^{4+} menjadi penyebab BTVO-700 dan BTVO-750 mengalami pergeseran ke posisi 2θ yang lebih besar dibandingkan dengan BTVO-800 yang hanya mengalami sedikit pergeseran. Hal tersebut diduga disebabkan oleh kemungkinan dopan V tereduksi dari V^{5+} ke V^{4+} (0,53 nm) atau V^{3+} (0,64 nm) yang memiliki jari-jari lebih besar dibandingkan Ti^{4+} (0,51 nm). Hal ini diperkuat oleh teori Bragg yang menyatakan bahwa jarak antar kisi berbanding terbalik dengan

sudut difraksi (dimana perubahan jari-jari V menjadi lebih besar dari jari-jari Ti yang membuat ukuran kisi kristalnya semakin besar sehingga jarak antar kisinya juga semakin besar sehingga BTVO-800 hampir tidak mengalami pergeseran.

4.3.2 Difraktogram Hasil *Refinement* Senyawa $Bi_4Ti_{2,95}V_{0,05}O_{12}$

Refinement difraktogram bertujuan untuk derajat kesesuaian antara difratogram sampel dengan difraktogram standar. Dalam proses *refinement* menggunakan data standar $Bi_4Ti_3O_{12}$ No. 73-2181. Plot hasil *refinement* ditampilkan pada Gambar 4.4 dan hasilnya dirangkum pada Tabel 4.1



Gambar 4.4 Plot data hasil *refinement* senyawa $Bi_4Ti_{2,95}V_{0,05}O_{12}$ dengan variasi suhu 700, 750, dan 800 °C.

Tabel 4.1 Data kristalografi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ hasil *refinement*

Parameter	JCPDS 073-2181	BTVO-700	BTVO-750	BTVO-800
Sistem kristal	Ortorombik	Ortorombik	Ortorombik	Ortorombik
Grup Ruang	<i>Fmmm</i>	<i>Fmmm</i>	<i>Fmmm</i>	<i>Fmmm</i>
Unit Azimetrik (Z)	4	4	4	4
<i>A</i>	<i>a</i> = 5,4100	<i>a</i> =5,4067 (2)	<i>a</i> = 5,4029 (2)	<i>a</i> =5,4206 (2)
<i>b</i>	<i>b</i> =5,4480	<i>b</i> =5,4482 (3)	<i>b</i> =5,4425 (2)	<i>b</i> =5,4591 (2)
<i>c</i>	<i>c</i> = 32,8400	<i>c</i> = 32,7718 (2)	<i>c</i> =32,7292(1)	<i>c</i> =32,8226(1)
$\alpha=\beta=\gamma$ (°)	90	90	90	90
Volume sel (Å^3)	967,92	965,36 (8)	962,42 (6)	971,28 (6)
R_p (%)	-	8,58	9,74	10,92
R_{wp} (%)	-	6,45	7,10	7,53
GOF (X^2)	-	0,143	0,204	0,221
<i>R-Factor</i>	-	0,15	0,28	0,48

Hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa terdapat kesesuaian puncak-puncak difraktogram dengan puncak. Hasil *refinement* dirangkum pada tabel 4.1. Berdasarkan nilai *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$, memiliki kesesuaian yang dengan senyawa standar yang dibuktikan dengan nilai *R-profile* (R_p)= 8,58% (BTVO-700); 9,74% (BTVO-750); dan 10,92% (BTVO-800). Nilai $R_p < 10$ menunjukkan bahwa tingkat kesesuaian tinggi. Data *Refinement Rietveld* dapat diterima menurut kriteria yang disyaratkan yaitu $\text{GoF} < 4\%$ dan $R_{wp} < 20\%$ (Kisi, 2012). Tingginya nilai R_p pada BTVO-800 masih dapat diterima karena nilai GoF masih menunjukan nilai 0,2% dan R_{wp} 7%.

4.3.3 *Crystallite Size*

Ukuran kristal dihitung menggunakan persamaan Debye Scherrer yaitu dengan menggunakan data puncak difraksi 2θ . Hasil perhitungan dirangkum pada Tabel 4.2 dan dari tabel tersebut dapat dilihat bahwa terdapat perubahan tren ukuran kristal. Sesuai dengan yang dikatakan dalam penelitian Indriati, dkk., (2013) bahwa pengaruh suhu kalsinasi terhadap ukuran kristal adalah semakin tinggi suhu maka semakin besar pula ukuran kristal yang terbentuk. Pengaruh suhu pada proses kristalisasi yaitu untuk mengoptimalkan dan mengontrol kristal serta *otswald growth*.

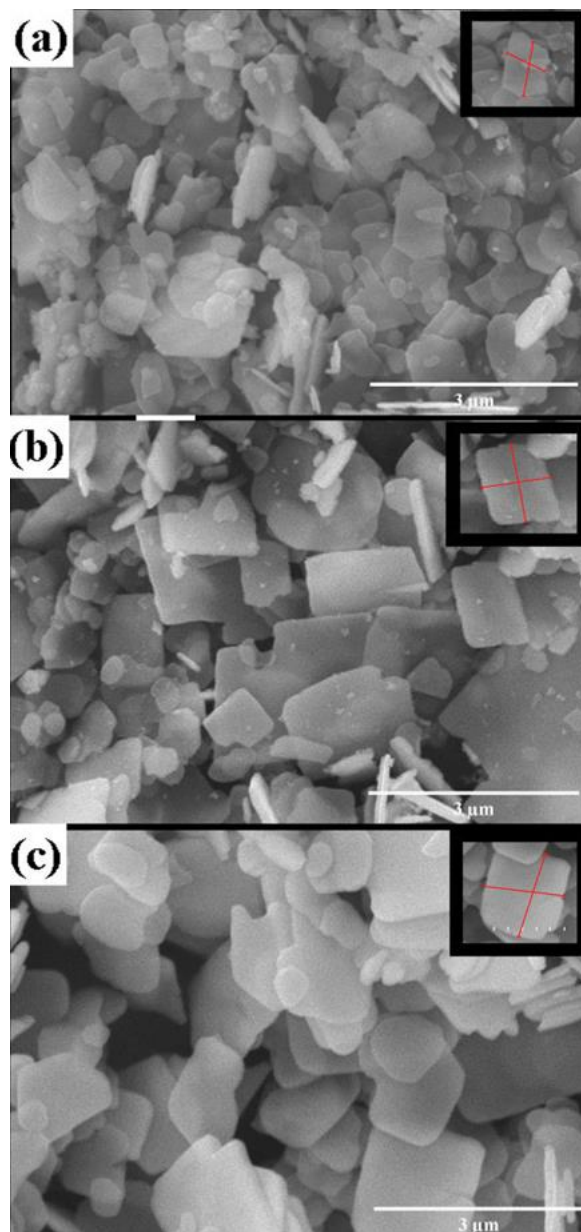
Dalam penelitian ini, ukuran kristal pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ semakin besar seiring dengan bertambahnya suhu kalsinasi. Hal tersebut menandakan bahwa laju pertumbuhan kristal BTVO meningkat seiring dengan naiknya suhu kalsinasi. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu maka semakin banyak energi yang diberikan untuk pertumbuhan ukuran kristalnya, akan tetapi pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ pertumbuhannya sama dengan suhu $750\text{ }^\circ\text{C}$. Hal ini dapat dijelaskan bahwa ketika suhu dinaikkan kembali (750 ke $800\text{ }^\circ\text{C}$), maka laju pertumbuhan kristal berjalan terlalu cepat dan mendorong pertumbuhan inti kristal baru sehingga pertumbuhan kristal pada BTVO-800 tidak berjalan sempurna dan membuat ukurannya lebih kecil dibandingkan pada BTVO-750. Berdasarkan pada penelitian Madras dan McCoy (2003), dapat dilihat bahwa pada senyawa Fe^{3+} , laju pertumbuhan kristal dalam larutan berbeda seiring dengan mulai meningkatnya suhu secara bertahap setelah “zona mati” di mana tidak ada pertumbuhan yang terjadi dengan naiknya kejenuhan. Dengan naiknya suhu jenuh, laju pertumbuhan meningkat pesat, dan mendekati linearitas.

Tabel 4.2 *Crystallite Size* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

Nama Senyawa	Sudut 2θ ($^\circ$)	FWHM (radian)	<i>Crystallite Size</i> (nm)
BTVO-700	30,14	0,00320	44,6
BTVO-750	30,16	0,00244	54,8
BTVO-800	30,08	0,00247	54,2

4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan SEM-EDS

4.4.1 Mikrograf SEM

Gambar 4.5 Mikrograf SEM senyawa BTVO-700, 750, dan 800 $^\circ\text{C}$

Mikrograf SEM senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 4.5. Berdasarkan mikrograf, morfologi yang terbentuk menunjukkan semua sampel berbentuk *plate-like*. Morfologi partikel ini merupakan ciri khas dari material Aurivillius seperti yang telah dilaporkan oleh peneliti terdahulu (Marella, dkk., 2020). Karakter morfologi *plate-like* semakin baik dengan bertambahnya suhu. Zhao, dkk. (2014) melaporkan bahwa dengan bertambahnya suhu pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ meningkatkan pertumbuhan kristal.

Mikrograf SEM menunjukkan bahwa pada sintesis suhu paling rendah (700 °C) diperoleh partikel dengan ukuran yang tidak seragam dan lebih tipis dibandingkan dengan hasil sintesis pada suhu yang lebih tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa proses pertumbuhan partikel yang masih belum maksimal dan dengan seiring kenaikan suhu bentuk partikel yang dihasilkan menjadi lebih halus dan teratur serta ukuran yang semakin besar. Marella, dkk., (2021) mengatakan bahwa pada sintesis menggunakan metode lelehan garam, terdapat dua tahap mekanisme yaitu (a) nukleasi (partikel reaktan saling bereaksi dalam lelehan garam untuk membentuk inti partikel produk), dan (b) *crystal growth* (inti kristal bereaksi membentuk matriks yang lebih besar) dan pada suhu tinggi laju *crystal growth* lebih besar sehingga dihasilkan partikel dengan ukuran yang lebih besar dan ini juga tampak pada hasil penelitian ini di mana reaksi pada BTVO-700 dan BTVO-750 menghasilkan banyak butiran partikel yang lebih kecil. Hal ini dikarenakan laju pertumbuhan kristal yang cepat pada suhu yang tinggi sehingga energi permukaan akan meningkat. Untuk mengurangi energi permukaan tersebut, maka partikel akan berdifusi dan bergabung membentuk partikel yang berukuran lebih besar (Kimura 2011; Rahaman 2007). Adapun pada BTVO-800, partikel *plate-like* semakin

membesar, lebih teratur dan halus dibandingkan dengan senyawa BTVO yang disintesis dibawah suhu 800 °C. Hal ini dimungkinkan karena pada suhu yang lebih tinggi, tingkat difusi atom menjadi lebih tinggi yang menghasilkan pembesaran ukuran partikel *plate-like* BTVO (Zhao, dkk., 2014).

4.4.2 Spektrum EDS

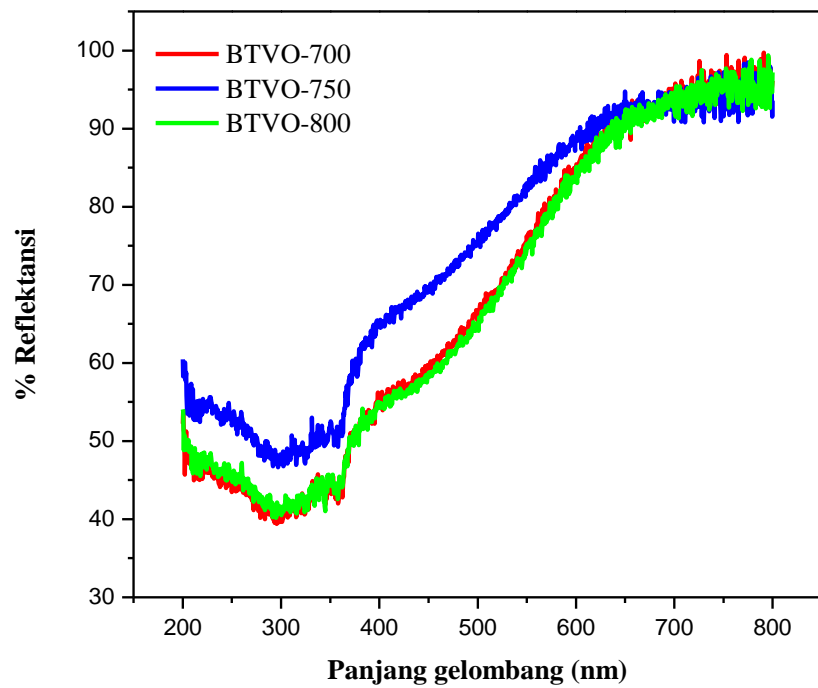
Spektrum EDS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Lampiran 4.5 Hasil analisis EDS senyawa produk dirangkum pada Tabel 4.4, yang menunjukkan persen berat sampel dari masing-masing unsur sampel. Data tersebut menunjukkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang dinyatakan dengan hasil karakterisasi menggunakan EDS diperoleh unsur-unsur penyusun yang terdiri dari unsur Bi, Ti, V, dan O.

Tabel 4.3 Persen massa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu 700, 750, dan 800 °C

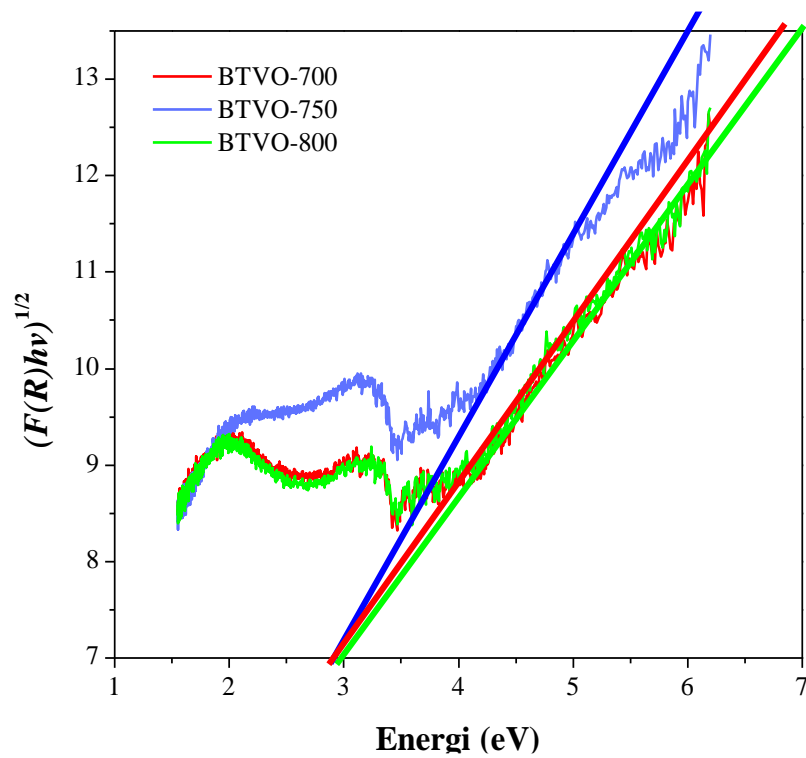
Unsur	700 °C	750 °C	800 °C
Oksigen (%massa)	20,81	24,99	21,32
Bismut (%massa)	62,01	58,08	61,63
Titanium (%massa)	16,11	15,55	16,03
Vanadium (%massa)	1,07	1,38	1,02

4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan UV-Vis DRS

Spektrum reflektansi UV-Vis DRS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 4.6 Plot Tauc untuk menghitung nilai energi celah pita ditampilkan pada Gambar 4.7 Hasil perhitungan energi celah pita dirangkum pada Tabel 4.4.



Gambar 4.6 Plot data (%) reflektan dengan panjang gelombang (nm) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

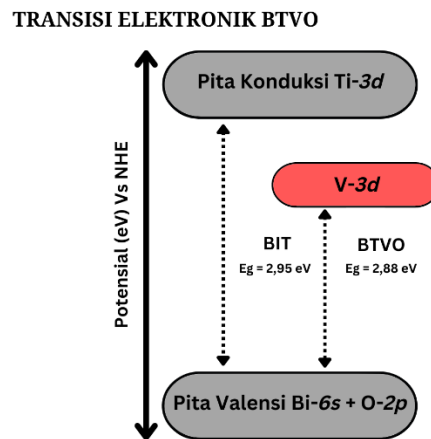


Gambar 4.7 Plot-tauc energi celah pita senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

Tabel 4.4 Energi celah pita (eV) dan panjang gelombang (nm) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu 700, 750, dan 800 °C

Sampel	Energi Celah Pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
BTVO-700	2,92	424
BTVO-750	2,89	428
BTVO-800	2,88	430

Nilai energi celah pita senyawa BIT tanpa didoping vanadium sebesar 2,95 eV. Sedangkan senyawa BIT terdoping logam vanadium ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$) menghasilkan energi celah pita yang lebih kecil dari senyawa BIT murni. Penurunan energi celah pita disebabkan substitusi V pada atom Ti pada material BIT yang menyebabkan renormalisasi struktur pita elektronik dan energi celah pita. Dalam kasus BTVO, struktur pita umumnya terdiri dari orbital $\text{Bi}_{-6s} + \text{O}_{-2p}$ di pita valensi dan Ti_{-3d} di pita konduksi. Dengan adanya substitusi V yang lebih elektronegatif daripada Ti, maka akan terbentuk keadaan interstisial oleh orbital V_{-3d} yang letaknya di bagian bawah pita konduksi Ti_{-3d} . Keadaan interstisial yang dibentuk oleh V_{-3d} sekitar 0,1-0,3 eV di bawah Ti_{-3d} . Hal ini sesuai dengan penelitian ini yang menunjukkan penurunan celah pita dari 2,91 ke 2,88 eV akibat substitusi dopan V terhadap Ti. Oleh karena itu, terjadi kemungkinan perubahan transisi elektronik dari orbital $\text{Bi}_{-6s} + \text{O}_{-2p}$ (VB) ke Ti_{-3d} (CB) menjadi orbital $\text{Bi}_{-6s} + \text{O}_{-2p}$ (VB) ke V_{-3d} (CB) dengan nilai energi celah pita yang lebih rendah dibandingkan dalam keadaan murninya. Ilustrasi transisi elektronik yang mungkin terjadi pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Ilustrasi transisi elektronik dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

Transisi ke orbital yang masih kosong termasuk transisi muatan $(t_{2g})^6 \rightarrow (t_{2g})^5$ (Han, dkk., 2007). Dopan V dalam material BTVO akan berinteraksi dengan 6-O membentuk simetris lokal D_{2d} . Dengan demikian, transisi elektron terjadi dari VB ke tingkat energi t_{2g} V di bawah CB (Tian dan Li, 2009). Berdasarkan hal tersebut diketahui bahwa suhu kalsinasi juga mampu menyebabkan perubahan energi celah pita pada fotokatalis yang dihasilkan. Meningkatnya suhu kalsinasi menyebabkan bertambahnya diameter pori dan ukuran distribusi pori lebih luas (Sun, dkk., 2003). Hasil tersebut mengindikasikan fotokatalis BTVO memiliki respon cahaya yang lebih mendekati wilayah tampak dan memberikan aktivitas fotokatalik yang lebih baik. Pendopongan logam transisi V dapat menurunkan laju rekombinasi yang disebabkan oleh peningkatan delokalisasi dan mobilitas elektron, serta pembentukan OH yang berperan sebagai perangkap elektron (Himmah, dkk., 2022). Oleh karena itu, pendopongan V sangat efektif dalam meningkatkan aktivitas fotokatalitik material BTVO.

4.6 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam

Allah Swt menciptakan segala sesuatu yang ada di bumi dan langit tidak ada yang sia-sia, melainkan banyak manfaat yang dapat dimanfaatkan oleh manusia. Sebagaimana yang diajarkan dalam agama Islam bahwa setiap manusia diwajibkan untuk selalu belajar dan mengembangkan ilmu pengetahuan, seperti dalam HR. Ibnu Majah No. 224:

طَلَبُ الْعِلْمِ فَرِيضَةٌ عَلَى كُلِّ مُسْلِمٍ

Artinya: “Menuntut ilmu itu wajib atas setiap muslim”

Allah memberikan akal pikiran kepada manusia untuk senantiasa merenung dan berfikir bahwa manusia harus memanfaatkan apa yang telah Allah ciptakan dengan baik. Salah satunya manusia dituntut untuk lebih peka dengan lingkungan dan harus dapat menganalisis masalah yang terjadi berdasarkan kejadian yang ada di sekeliling kita, serta berkreaitivitas untuk mencari jalan keluar dari masalah tersebut. Sebagai hamba Allah SWT yang dianugerahi akal dan pikiran kita harus meyakini bahwa setiap yang diciptakan Allah tidak ada yang sia-sia dan memiliki manfaat seperti yang dijelaskan melalui firman Allah dalam QS. Ali Imran Ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ (١٩٠)

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا

خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ (١٩١)

Artinya: “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah

Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka”.

Ayat ini berisi anjuran untuk umat Islam agar merenungi fenomena yang terjadi di alam semesta dengan tujuan untuk menambah keimanan pada diri seorang manusia setelah menyadari kekuasaan Allah SWT yang mengatur alam tempat manusia berada. Hal ini sesuai dengan konteks “*Hablum min Allah*” yang menjelaskan hubungan manusia dengan Sang Pencipta-Nya yaitu beribadah dengan mengikuti segala perintah dan menjauhi larangan-Nya dimana dalam penelitian ini kita dianjurkan untuk berpikir dan merenungi bahwa segala ciptaan Allah tidak ada yang sia-sia untuk makhluk ciptaan Allah lainnya. Dengan melakukan dua hal tersebut sampailah pada hikmah yang berada di balik proses mengingat dan berfikir, yakni mengetahui, memahami, serta menghayati bahwa dibalik fenomena alam dan segala sesuatu yang ada di dalamnya menunjukkan adanya sang pencipta, Allah SWT (Sihab, 2002).

Hampir semua aktivitas manusia, seperti kegiatan industri dan aktivitas rumah tangga dapat menghasilkan limbah cair yang memberikan dampak kerusakan pada ekosistem air, sehingga diperlukan strategi untuk menanggulangi masalah ini. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis material $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ sebagai fotokatalis yang efektif dalam mendegradasi limbah cair yang berbahaya bagi biota air. Dengan adanya fotokatalis, senyawa-senyawa tersebut akan didegradasi menjadi senyawa yang lebih aman jika dibuang ke lingkungan sehingga tidak akan membahayakan ekosistem air. Pemanfaatan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ sebagai fotokatalis merupakan hasil proses berpikir manusia dalam menjaga kesejahteraan hidup. Hal tersebut selaras dengan konteks “*Hablum minal 'alam*”, yang dimana

manusia diharapkan dapat memperbaiki alam yang telah rusak serta menjaganya. Untuk itu, manusia harus memiliki kesadaran dan kepedulian terhadap lingkungan yang cukup tinggi dengan menciptakan ilmu pengetahuan dan teknologi yang kondusif bagi pelestarian lingkungan. Sebagaimana seperti yang telah Allah sebutkan dalam surat al-Anbiyaa terkait anjuran untuk menciptakan atau menggunakan alat (segala sumber daya) untuk meringankan pekerjaan kita layaknya mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ guna memudahkan kita untuk mengurangi polusi serta limbah.

وَعَلَّمْنَاهُ صَنْعَةَ لَبُوسٍ لَّكُمْ لِيُحْصِنَكُمْ مِّنْ بَأْسِكُمْ فَهَلْ أَنتُمْ شَاكِرُونَ

Artinya: “Dan telah kami ajarkan kepada Daud membuat baju besi untuk kamu, guna memelihara kamu dalam peperanganmu; Maka hendaklah kamu bersyukur (kepada Allah)”.

Dalam tafsir Ibnu Katsir (2006) juga dijelaskan bahwa Allah SWT memberikan keistimewaan kepada manusia, maka sudah menjadi kewajiban bagi setiap manusia untuk mengoptimalkan semua kemampuan yang dimilikinya untuk memanfaatkan ciptaan Allah demi kemaslahatan bersama. Hal ini termasuk dalam konteks “*Hablum min ‘annas*” yang menganjurkan kita untuk senantiasa berbuat baik kepada sesama manusia dimana hasil dalam penelitian ini dapat memberikan informasi yang bermanfaat bagi orang lain dan merupakan salah satu bentuk *problem-solving* bagi permasalahan lingkungan sehingga dapat dimanfaatkan dengan baik demi menjaga keberlangsungan hidup manusia.

. Perkembangan ilmu teknologi dalam bidang fotokatalis yang di dalamnya memiliki tujuan dan manfaat yang baik, pengaplikasiannya dapat dimanfaatkan dan akan terus dikembangkan oleh orang lain. Oleh karena itu, sebagai kimiawan, kita

dianjurkan untuk senantiasa mempelajari dan memanfaatkan berbagai senyawa kimia seperti hal-nya Bismut (Bi), Titanium (Ti), Vanadium (V), dan Oksigen (O) dalam pembuatan material fotokatalis ini akan menjadi amal jariyah dan ilmu bermanfaat bagi si pembuatnya, sama seperti orang yang memanfaatkan material fotokatalis tersebut. Tidak ada yang akan sia-sia selama kita tetap berusaha dan berada dalam jalur yang sesuai dengan tuntunan agama, meskipun ranahnya ialah sains dan teknologi.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ berhasil disintesis dengan metode lelehan garam campuran NaCl-KCl. Hasil XRD menunjukkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ memiliki fasa ortorombik dan grup ruang *Fmmm*. Variasi suhu yang digunakan tidak mengubah struktur kristal maupun lokal struktur dari sampel yang dihasilkan. Adapun pergeseran yang terjadi mengindikasikan bahwa dopan V berhasil menggantikan sebagian posisi Ti pada struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Hasil SEM-EDS menunjukkan morfologi *plate-like* yang dimiliki sampel semakin teratur dan halus dengan meningkatnya suhu sintesis dengan unsur penyusun Bi, Ti, V, dan O. Hasil UV-Vis DRS menunjukkan energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ masing-masing 2,92 eV (424 nm) untuk BTVO-700; 2,89 eV (428 nm) untuk BTVO-750; dan 2,88 eV (430 nm) untuk BTVO-800. Hal ini menunjukkan bahwa kenaikan suhu sintesis berkontribusi dalam menurunkan energi celah pita dan memberikan respon cahaya yang lebih mendekati wilayah tampak, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai material fotokatalis yang baik.

5.2 Saran

Sebaiknya dalam proses sintesis dilakukan uji dan analisis kuantitatif untuk memperkuat hasil analisis. Selain itu, juga perlu dilakukan uji fotokatalitik pada limbah perairan untuk mengetahui kemampuan fotokatalisis dari material $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dan uji lanjutan menggunakan teknik spektroskopi fotoluminensi untuk mengetahui laju rekombinasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abu Fida'bin Umar bin Katsir al-Dimasyqi. 2006. Tafsir Ibnu Katsir, penerjemah. Abdul Ghoffar. Juz. 6. Bogor: Pustaka Imam Syafi'ie
- Agustina, K.R., Suheriyanto, D., Prasetyo, A. (2020). Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Terdoping Vanadium dengan Metode Lelehan Garam Tunggal NaCl. *Jurnal Kartika Kimia* 3(1).
- Akdogan, E.K., Brennan, R.E., Allahverdi, M., Safari, A. (2006). Effects of molten salt synthesis (MSS) parameters on the morphology of $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ and SrTiO_3 seed crystals. *Journal of Electroceramics* 16(2): 159-165.
- Antony, A.J., Jelastin, K., Joel, C., Bennie, R.B., Praveendaniel, S. (2021). Enhancing the visible light induced photocatalytic properties of WO_3 nanoparticles by doping with vanadium. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 157.
- Bobić, J.D., Petrović, M.M.V., Ilić, N.I., Palaimieneb, E., Grigalaitisb, R., Paivasantosc, C.O., Cilencec, M., Stojanović, B.D. (2015). Lead-free $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ ceramics: Effect of synthesis methods on phase formation and electrical properties. *Ceramics International* 41(1): 309-316.
- Chen, Z., Jiang, H., Jin, W., Shi, C. (2016). Enhanced photocatalytic performance over $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanosheets with controllable size and exposed {001} facets for Rhodamine B degradation. *Applied Catalysis B: Environmental*. 180: 698-706.
- Chen, Z., Jiang, X., Zhu, C., 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.
- Čontala, A., Kržmanc, M.M., Suvorov, D. (2018). Plate-like $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ particles and their topochemical conversion to SrTiO_3 under hydrothermal conditions. *Acta Chimica Slovenica* 65(3): 630-637.
- Djarwanti, S. Cholid., Yuniati, A. (2009). Degradasi Fotokatalitik Polutan Organik Dalam Air Limbah Menggunakan TiO_2 Nanopartikel Sistem Lapisan Tipis-Alir. *Jurnal Riset Industri* 3(2): 109-117.
- Ebrahimi, M.E., Allahverdi, M., Safari, A. (2005). Synthesis of high aspect ratio platelet SrTiO_3 . *Journal of the American Ceramic Society*. 88(8): 2129-2132.
- E. H. Kisi and C. J. Howard. (2012). Applications of neutron powder diffraction, vol. 15. Oxford University Press.
- Fu, J., Hou, Y., Liu, X., Zheng, M., Zhu, M.A. (2020). construction strategy of ferroelectrics by the molten salt method and its application in the energy field. *Journal of Materials Chemistry C* 8(26): 8704-8731.

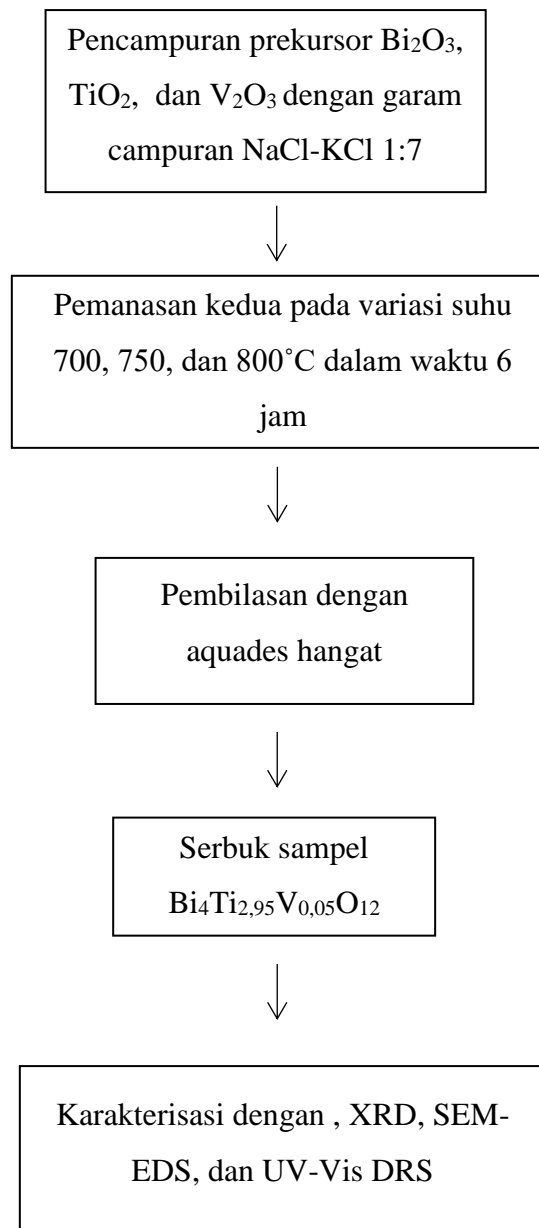
- Gupta, S.K., Mao, Y. (2021). A review on molten salt synthesis of metal oxide nanomaterials: Status, opportunity, and challenge. *Progress in Materials Science* 117.
- Gu, D., Qin, Y., Wen, Y., Li, T., Qin, L., Seo, H.J. (2017). Electronic structure and optical properties of V-doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds* 695: 2224-2231.
- Han, X., Wu, L.Z., Si, G., Pan, J., Yang, Q.Z., Zhang, L.P., Tung, C.H. (2007). Switching between Ligand to Ligand Charge Transfer, Intraligand Charge Transfer and Metal to Ligand Charge Transfer Excited States in Platinum (II) Terpyridyl Acetylde Complexes Induced by pH Change and Metal Ions, *Chem. Eur. J. Vol 13., Interscience*.
- He H, Yin J, Li Y, Zhang, Y., Qiua, H., Xua, J., Xuc, T., Wang, C. (2014). Size controllable synthesis of single-crystal ferroelectric $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanosheet dominated with {001} facets toward enhanced visible-light-driven photocatalytic activities. *Applied Catalysis B: Environmental* 156-157: 35-43.
- He R, Xu D, Cheng B, Yu J, Ho W. (2018). Review on nanoscale Bi-based photocatalysts. *Nanoscale Horizons* 3(5):464-504.
- Hisatomi, T., Takanabe, K., dan Domen, K. (2015). Photocatalytic Water-Splitting Reaction from Catalytic and Kinetic Perspectives. *Catalysis Letters* 145: 95–108
- Himmah, S.N., Sari, P., Prasetyo, A. 2022. Characterization Of Vanadium-Doped $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ Prepared By Molten KCl Salt Method. *JKPK (Jurnal Kimia Dan Pendidikan Kimia)*, Vol. 7, No. 1
- Indriati, M., Nuryanto, R., Suyati, L. 2013. Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Konduktivitas dan Kristalinitas Elektrolit Padat $\text{NaMn}_{2-x}\text{Mg}_x\text{O}_4$. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 16 (2) (2013) : 46 – 49.
- Junaidi, Najib. 2011. Terjemah Tafsir Jalalain Jilid 1/Al-Imam Jalaluddin Abdirrahman bin Abu Bakar As-Suyuthi. Edisi Cetakan ke-2. Surabaya: Pustaka elBA
- Kan Y, Jin X, Wang P, Li Y, Cheng YB, Yan D. (2003). Anisotropic grain growth of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ in molten salt fluxes. *Materials Research Bulletin* 38(4): 567-576.
- Kimura, T. (2011). Molten Salt Synthesis of Ceramic Powders. *Advances in Ceramics-Synthesis and Characterization, Processing and Specific Applications*. ISBN 978-954-307-505-1.
- Lazarević, Z., Stojanović, B.D., Varela, J.A. (2005). An approach to analyzing synthesis, structure and properties of bismuth titanate ceramics. *Science of Sintering* 37(3): 199-216.

- Li, H., Zhao, G., Chen, Z., Han, G., Song, B. (2010). Low temperature synthesis of visible light-driven vanadium doped titania photocatalyst. *Journal of Colloid and Interface Science* 344(2): 247-250.
- Liu, Y., Zhang M, Li L, Zhang X. (2015). In situ ion exchange synthesis of the $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{Bi}_2\text{S}_3$ heterostructure with enhanced photocatalytic activity. *Catalysis Communications* 60: 23-26.
- Liu, Y., Zhu G., Gao, J., Hojamberdiev, M., Zhu, R., Wei, X., Guo, Q., Liu, P. (2016). Enhanced photocatalytic activity of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanosheets by 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, Liu P. (2016). 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.
- Madras, G., McCoy, B.J. (2003). Temperature effects for crystal growth: a distribution kinetics approach. *Acta Materialia* 51, 2031–2040. University of California.
- Marella, S.D., Aini, N., Hardian, A., Suendo, V., Prasetyo, A. (2021). The Effect of Synthesis Temperature on the Plate-Like Particle of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Obtained by Molten NaCl Salt Method. *J. Pure App. Chem. Res.*, 2021, 10 (1), 64-71.
- Nogueira, A.E., Longo E, Leite ER, Camargo ER. (2014). Synthesis and photocatalytic properties of bismuth titanate with different structures via Oxidant Peroxo Method (OPM). *Journal of Colloid and Interface Science* 415: 89-94.
- Shihab, M. Quraish. 2002. Tafsir al-Misbah; Pesan, Kesan, dan Keserasian Alquran Vol. 5 Jakarta: Lentera Hati.
- Rahaman. 2007. *Sintering of Ceramics*. Florida: CRC Press
- Ramana, E.V., Prasad, N.V., Tobaldi, D.M., Zavařnik, J., Hortiguela, M.J., Seabra, M., Prasadb, G., dan Valente, M.A. (2017). Effect of samarium and vanadium co-doping on structure, ferroelectric and photocatalytic properties of bismuth titanate. *RSC Advances* 7(16): 9680-9692.
- Sucahya, T.N., Permatasari, N. & Nandiyanto, A. (2016). Review: Fotokatalis Untuk Pengolahan Limbah Cair. *Jurnal Integrasi Proses* 6(1): 1 – 15.
- Sun, L., Rong S.; Lanqin T.; Zhidong C. 2003. Synthesis of $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{ZnO}$ Nanocomposites Immobilized on Graphene with Enhanced Photocatalytic Activity Under Solar Light Irradiation.
- Supriyanto, E., Holikin, A., Suwardiyanto. (2014). Pengaruh Thermal Annealing terhadap Struktur Kristal dan Morfologi Bubuk Titanium Dioksida (TiO_2). *Jurnal ILMU DASAR* 15(1): 37- 41.

- Tian, Baozhu., dan Li, Chunzhong. (2009). Flame Sprayed V-Doped TiO₂ Nanoparticles with Enhanced Photocatalytic Activity under Visible light Light Irradiation. *Chemical Engineering Journal*, 151(1-3): 220-227.
- Wang, T., Xu, T. (2017). Effects of vanadium doping on microstructures and optical properties of TiO₂. *Ceramics International* 43(1): 1558-1564.
- Xue, P., Wu, H., Lu, Y., Zhu, X. (2018). Recent progress in molten salt synthesis of low-dimensional perovskite oxide nanostructures, structural characterization, properties, and functional applications: A review. *Journal of Materials Science and Technology* 34(6): 914-930.
- Yao, W.F., Wang, H., Xu, X.H., Shang, X.S., Hou, Y., Zhang, Y., Wang, M. (2003). Synthesis and photocatalytic property of bismuth titanate Bi₄Ti₃O₁₂. *Materials Letters* 57(13-14): 1899-1902.
- Zaremba, T. (2011). Synthesis of Ferroelectric Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO₃ by MSS (Molten Salt Synthesis) Method, in Ferroelectrics-Material Aspects. Ed. M. LALLART. RIJEKA, *InTech* 31-48
- Zhang, Y., Gao, J., Chen, Z., Lu, Z. (2018). Enhanced photocatalytic performance of Bi₄Ti₃O₁₂ nanosheets synthesized by a self-catalyzed fast reaction process. *Ceramics International* 44(18): 23014-23023.
- Zhao, Z., Li, X., Ji, H., Deng, M. (2014). Formation mechanism of plate-like Bi₄Ti₃O₁₂ particles in molten salt fluxes. *Integrated Ferroelectrics*. 154(1): 154-158.

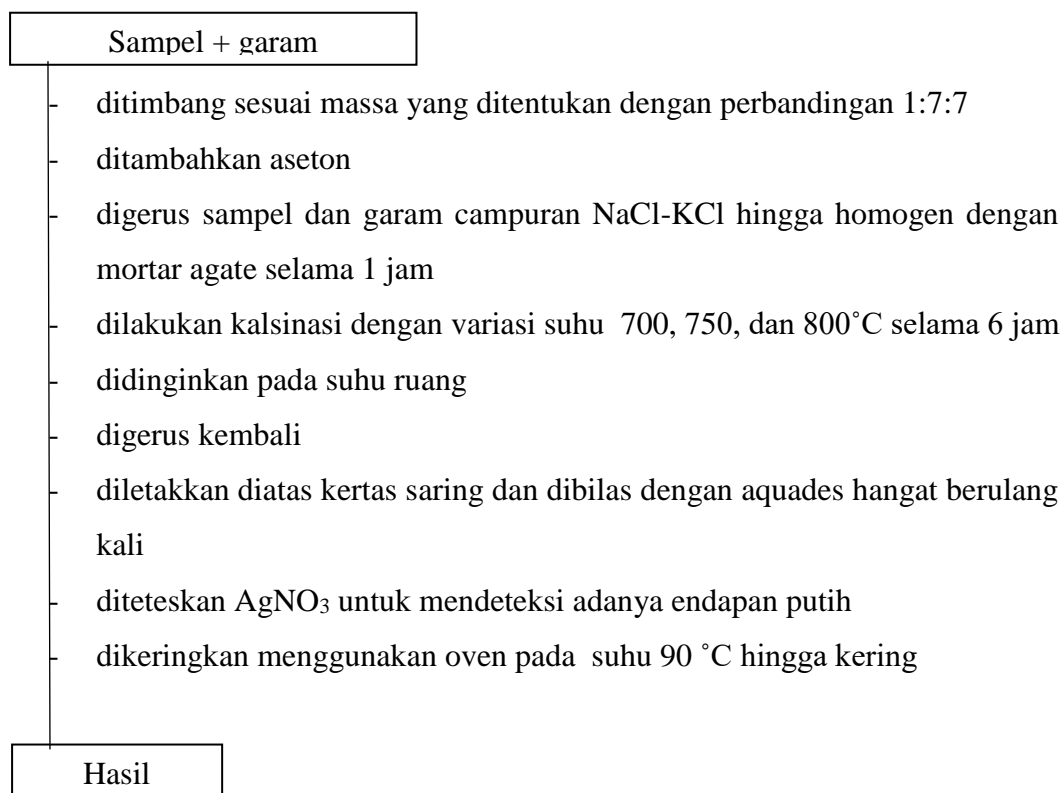
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

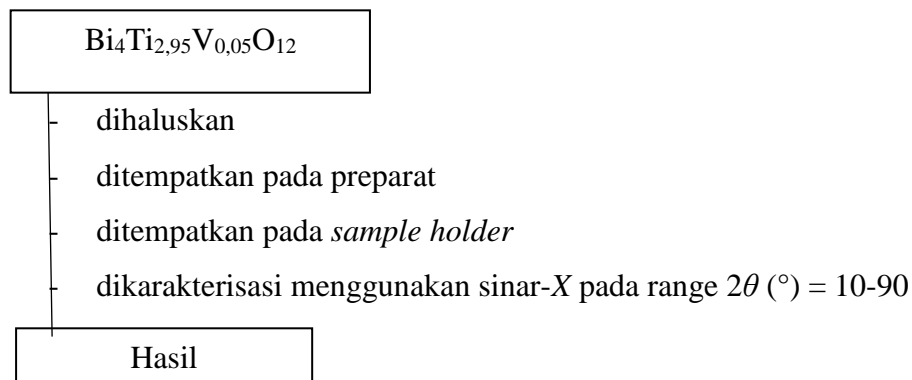


Lampiran 2. Diagram Alir

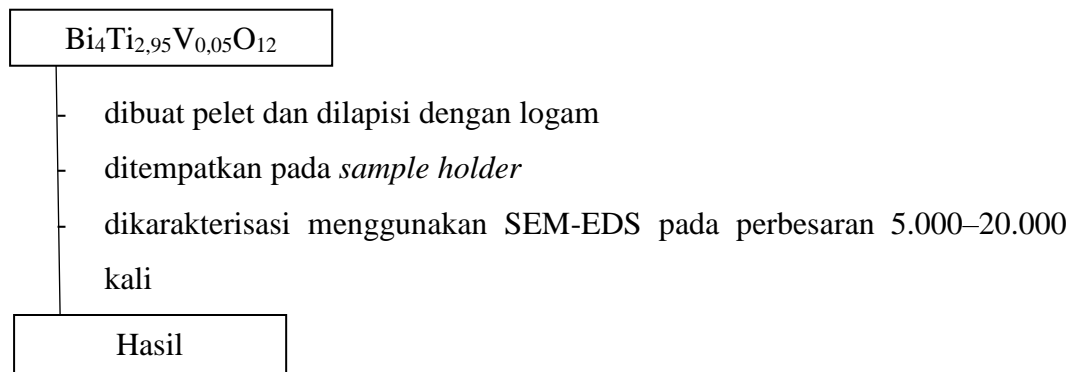
L.2.1 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam



L.2.2.2 Identifikasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

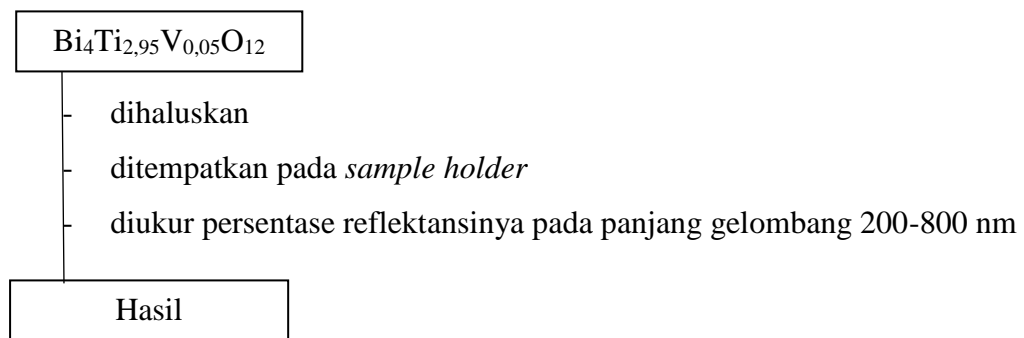


L.2.5 Identifikasi menggunakan SEM-EDS



L.2.2 Karakterisasi Sampel

L.2.2.1 Identifikasi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis DRS



Lampiran 3. Perhitungan

Diketahui:

- Target massa produk adalah 3 gram
- Perbandingan mol precursor $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$: NaCl-KCl adalah 1:7:7
- Mr $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ = 1171,6746 g/mol
- Mr Bi_2O_3 = 465,96 g/mol
- Mr TiO_2 = 79,9 g/mol
- Mr V_2O_3 = 149,883 g/mol
- Mr NaCl = 58,34 g/mol
- Mr KCl = 74,5 g/mol
- Ar Bi = 208,98 g/mol
- Ar Ti = 47,867 g/mol
- Ar V = 50,9415 g/mol

Ditanya:

- Mol $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$?
- Massa Bi_2O_3 ?
- Massa TiO_2 ?
- Massa V_2O_3 ?
- Massa NaCl?
- Massa KCl?

Penyelesaian:

- **Molaritas $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$**

$$\begin{aligned} \text{Mol } \text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12} &= \text{g/mr} \\ &= 3 \text{ g} / 1171,6746 \text{ g/mol} \\ &= 0,0025 \text{ mol} \end{aligned}$$

- **Massa Bi_2O_3**

$$\begin{aligned} \text{Massa } \text{Bi}_2\text{O}_3 &= \text{Ar Bi} \times 4 / \text{Mr } \text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12} \times \text{Mr } \text{Bi}_2\text{O}_3 / \text{Ar Bi} \times 2 \times \text{massa} \\ &\text{target} \\ &= 835,92 \text{ g/mol} / 1171,6746 \text{ g/mol} \times 465,96 \text{ g/mol} / 417,96 \text{ g/mol} \times \\ &3 \text{ g} \\ &= 2,3861 \text{ g} \end{aligned}$$

- **Massa TiO₂**

$$\text{Massa TiO}_2 = \text{Ar Ti} \times 2.95 / \text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12} \times \text{Mr TiO}_2 / \text{Ar Ti} \times \text{massa target}$$

$$= 141,2076 \text{ g/mol} / 1171,6746 \text{ g/mol} \times 79,9 \text{ g/mol} / 47,867 \text{ g/mol} \times 3 \text{ g}$$

$$= 0,6035 \text{ g}$$

- **Massa V₂O₃**

$$\text{Massa V}_2\text{O}_3 = \text{Ar V} \times 0.05 / \text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12} \times \text{Mr V}_2\text{O}_3 / \text{Ar V} \times 2 \times \text{massa target}$$

$$= 2,547 \text{ g/mol} / 1171,6746 \text{ g/mol} \times 149,883 \text{ g/mol} / 101,883 \text{ g/mol} \times 3 \text{ g}$$

$$= 0,0096 \text{ g}$$

- **Massa NaCl**

$$\text{Mol NaCl} = 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$$

$$= 7 \times 0,0025 \text{ mol}$$

$$= 0,0179 \text{ mol}$$

$$\text{Massa NaCl} = \text{Mr} \times \text{mol NaCl}$$

$$= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,0179 \text{ mol}$$

$$= 1,0456 \text{ g}$$

- **Massa KCl**

$$\text{Mol KCl} = 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$$

$$= 7 \times 0,0025 \text{ mol}$$

$$= 0,0179 \text{ mol}$$

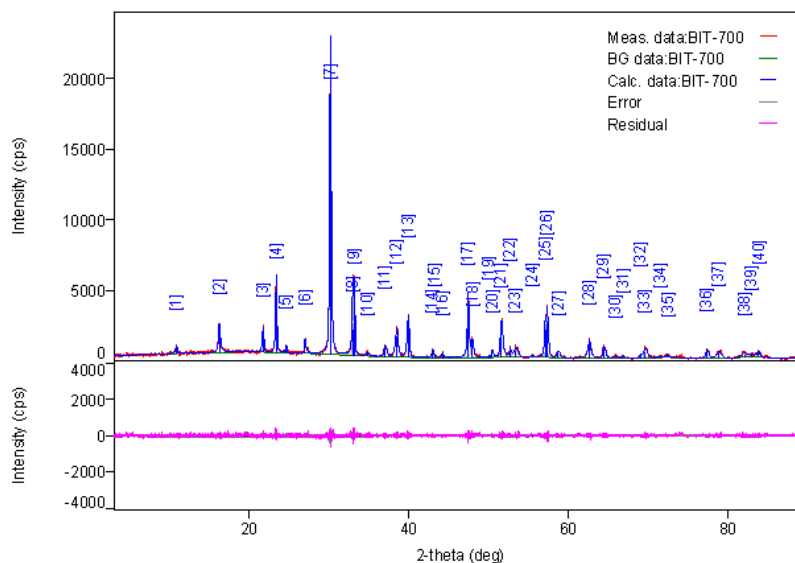
$$\text{Massa KCl} = \text{Mr} \times \text{mol KCl}$$

$$= 74,5 \text{ g/mol} \times 0,0179 \text{ mol}$$

$$= 1,3352 \text{ g}$$

Lampiran 4. Data Difraksi Sinar-X Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

L.4.1 Difraktogram dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ (BTVO-700)



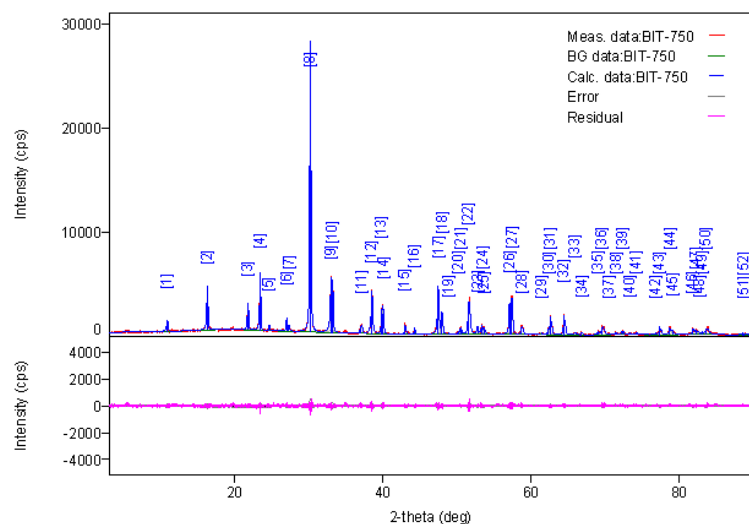
Gambar L.4.1.1 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ (BTVO-700)

Tabel L.4.1.1 Daftar puncak senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ (BTVO-700)

No.	2-theta (deg)	d(ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W (deg)	Asym. Factor
1	10.89(3)	8.12(2)	357(55)	0.26(3)	129(11)	0.36(9)	3(2)
2	16.237(14)	5.455(5)	1402(108)	0.268(16)	579(14)	0.41(4)	1.0(3)
3	21.714(12)	4.090(2)	1181(99)	0.234(10)	359(11)	0.30(3)	1.4(3)
4	23.370(7)	3.8033(11)	3934(181)	0.167(5)	916(13)	0.233(14)	1.7(3)
5	24.62(3)	3.613(4)	368(55)	0.19(2)	81(8)	0.22(6)	1.9(14)
6	26.920(14)	3.3094(17)	731(78)	0.20(2)	242(9)	0.33(5)	0.63(19)
7	30.146(4)	2.9621(4)	16792(374)	0.184(4)	4456(25)	0.265(7)	1.33(13)
8	32.943(6)	2.7168(5)	1834(124)	0.113(14)	263(40)	0.14(3)	3.2(6)
9	33.125(10)	2.7022(8)	3820(178)	0.304(12)	1474(40)	0.39(3)	3.2(6)
10	34.733(17)	2.5807(12)	182(39)	0.34(4)	88(8)	0.48(15)	0.50(17)
11	36.96(2)	2.4300(16)	540(67)	0.361(19)	231(10)	0.43(7)	0.51(17)
12	38.463(18)	2.3386(11)	1507(112)	0.335(17)	757(12)	0.50(5)	1.5(4)
13	39.876(10)	2.2589(5)	2139(133)	0.299(7)	828(11)	0.39(3)	1.22(16)
14	42.901(17)	2.1064(8)	481(63)	0.21(3)	130(9)	0.27(5)	0.5(2)
15	43.26(4)	2.0898(17)	115(31)	0.27(7)	41(10)	0.35(18)	0.5(2)
16	44.178(10)	2.0484(4)	313(51)	0.18(4)	88(6)	0.28(6)	0.8(5)
17	47.389(6)	1.9168(2)	3805(178)	0.166(10)	995(28)	0.26(2)	1.07(19)
18	47.915(12)	1.8970(5)	969(90)	0.25(3)	379(27)	0.39(6)	1.07(19)
19	49.983(16)	1.8232(6)	126(32)	0.15(5)	26(5)	0.21(10)	2.0(4)
20	50.435(11)	1.8080(4)	418(59)	0.181(17)	107(8)	0.26(6)	2.0(4)
21	51.533(13)	1.7720(4)	2026(130)	0.317(11)	898(12)	0.44(3)	0.76(13)
22	52.674(8)	1.7363(2)	539(67)	0.109(16)	84(8)	0.16(3)	0.69(18)
23	53.33(3)	1.7164(8)	480(63)	0.54(4)	370(16)	0.77(13)	0.69(18)

24	55.51(3)	1.6540(8)	104(29)	0.29(8)	38(8)	0.37(18)	4(6)
25	57.050(7)	1.61303(18)	1996(129)	0.200(17)	572(53)	0.29(5)	1.2(3)
26	57.305(7)	1.60647(18)	2579(147)	0.195(16)	720(54)	0.28(4)	1.2(3)
27	58.69(4)	1.5718(10)	318(51)	0.41(3)	137(10)	0.43(10)	0.9(4)
28	62.549(9)	1.4838(2)	1104(96)	0.258(19)	521(9)	0.47(5)	0.76(15)
29	64.427(14)	1.4450(3)	713(77)	0.304(18)	295(8)	0.41(6)	1.8(5)
30	65.91(3)	1.4160(6)	124(32)	0.51(6)	86(6)	0.7(2)	1.8(5)
31	66.774(16)	1.3998(3)	161(37)	0.22(4)	47(4)	0.29(9)	1.8(5)
32	68.98(4)	1.3603(6)	207(41)	0.5(2)	116(42)	0.6(3)	0.5(2)
33	69.52(3)	1.3510(5)	475(63)	0.44(3)	226(44)	0.48(16)	0.5(2)
34	71.43(7)	1.3195(11)	81(26)	0.19(7)	17(6)	0.21(15)	2(3)
35	72.37(3)	1.3047(5)	188(40)	0.21(5)	79(6)	0.42(12)	1.7(15)
36	77.302(16)	1.2333(2)	595(70)	0.27(2)	220(8)	0.37(6)	1.0(3)
37	78.79(4)	1.2138(5)	382(56)	0.64(4)	334(11)	0.88(16)	1.0(3)
38	82.00(4)	1.1741(5)	213(42)	0.48(8)	117(35)	0.5(3)	3.6(18)
39	82.93(10)	1.1633(11)	102(29)	1.3(5)	148(43)	1.5(8)	3.6(18)
40	83.80(3)	1.1534(3)	304(50)	0.35(5)	123(17)	0.40(12)	3.6(18)

L.4.2 Difraktogram dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-750)



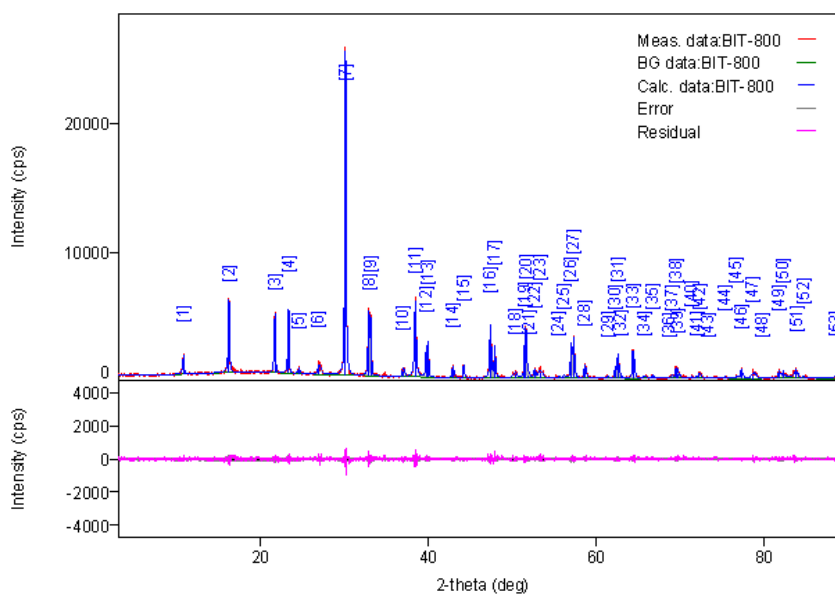
Gambar L.4.3.1 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-800)

Tabel L.4.3.1 Daftar puncak senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-800)

No.	2-theta (deg)	d(ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W (deg)	Asym. Factor
1	10.879(16)	8.126(12)	722(78)	0.218(18)	240(9)	0.33(5)	1.4(5)
2	16.326(7)	5.425(2)	2906(156)	0.180(8)	727(13)	0.250(18)	3.0(9)
3	21.785(10)	4.0764(19)	1815(123)	0.181(11)	427(11)	0.24(2)	2.8(10)
4	23.388(3)	3.8005(5)	4516(194)	0.121(5)	824(13)	0.182(11)	0.68(9)
5	24.616(8)	3.6135(11)	380(56)	0.18(3)	92(9)	0.24(6)	0.5(5)
6	26.974(17)	3.303(2)	1039(93)	0.128(15)	196(17)	0.19(3)	1.0(6)

7	27.28(2)	3.266(3)	399(58)	0.16(4)	96(15)	0.24(7)	1.0(6)
8	30.168(3)	2.9600(2)	22042(429)	0.140(3)	4398(23)	0.200(5)	1.29(10)
9	32.958(6)	2.7156(5)	3619(174)	0.174(14)	960(60)	0.27(3)	1.6(3)
10	33.188(4)	2.6972(3)	3753(177)	0.130(12)	747(60)	0.20(3)	1.6(3)
11	37.04(3)	2.4249(16)	495(64)	0.349(19)	184(11)	0.37(7)	1.0(3)
12	38.477(6)	2.3378(4)	3408(169)	0.167(12)	952(14)	0.280(18)	0.98(17)
13	39.789(7)	2.2636(4)	1797(122)	0.140(16)	346(48)	0.19(4)	1.1(3)
14	39.978(8)	2.2534(4)	1908(126)	0.16(2)	406(49)	0.21(4)	1.1(3)
15	42.929(12)	2.1051(6)	750(79)	0.179(16)	203(8)	0.27(4)	0.74(19)
16	44.232(19)	2.0460(8)	488(64)	0.16(2)	97(7)	0.20(4)	1.3(7)
17	47.425(4)	1.91546(15)	3937(181)	0.147(7)	898(16)	0.228(15)	1.28(17)
18	47.932(5)	1.89637(17)	1803(123)	0.151(10)	422(13)	0.23(2)	1.28(17)
19	48.824(10)	1.8638(4)	129(33)	0.13(2)	25(3)	0.19(7)	2.8(10)
20	50.113(17)	1.8188(6)	188(40)	0.16(4)	36(5)	0.19(7)	1.5(5)
21	50.464(16)	1.8070(5)	504(65)	0.18(2)	106(8)	0.21(4)	1.5(5)
22	51.524(3)	1.77230(9)	2521(145)	0.283(8)	907(14)	0.36(3)	0.51(9)
23	52.739(7)	1.7343(2)	583(70)	0.159(18)	128(7)	0.22(4)	3.6(7)
24	53.360(9)	1.7156(3)	607(71)	0.236(18)	198(12)	0.33(6)	3.6(7)
25	53.686(6)	1.70590(18)	451(61)	0.13(2)	82(11)	0.18(5)	3.6(7)
26	57.056(5)	1.61288(12)	2525(145)	0.150(7)	516(19)	0.204(19)	1.6(2)
27	57.349(5)	1.60534(12)	2952(157)	0.163(8)	652(20)	0.221(18)	1.6(2)
28	58.663(7)	1.57247(17)	586(70)	0.289(19)	198(9)	0.34(6)	0.50(19)
29	61.40(6)	1.5087(13)	118(31)	0.34(7)	51(7)	0.43(18)	3(3)
30	62.313(11)	1.4888(2)	465(62)	0.18(2)	121(14)	0.26(7)	1.4(3)
31	62.613(7)	1.48244(16)	1597(115)	0.160(9)	379(17)	0.24(3)	1.4(3)
32	64.407(7)	1.44540(14)	1716(120)	0.175(8)	408(8)	0.24(2)	0.76(14)
33	65.808(19)	1.4180(4)	124(32)	0.54(6)	71(6)	0.6(2)	0.7(3)
34	66.752(11)	1.4002(2)	197(41)	0.23(3)	47(4)	0.24(7)	0.7(3)
35	68.964(8)	1.36060(13)	296(50)	0.14(2)	53(6)	0.18(5)	0.50(15)
36	69.542(8)	1.35069(13)	621(72)	0.37(2)	294(11)	0.47(7)	0.50(15)
37	70.404(18)	1.3362(3)	123(32)	0.19(5)	30(5)	0.24(11)	0.50(15)
38	71.433(15)	1.3195(2)	213(42)	0.14(2)	33(4)	0.15(5)	2.2(9)
39	72.34(4)	1.3052(6)	256(46)	0.41(4)	111(9)	0.43(11)	2.2(9)
40	73.279(19)	1.2908(3)	180(39)	0.06(4)	17(5)	0.09(5)	0.7(8)
41	74.08(4)	1.2788(5)	129(33)	0.33(10)	63(8)	0.49(19)	0.7(8)
42	76.739(14)	1.24095(19)	147(35)	0.17(4)	36(5)	0.25(9)	0.51(16)
43	77.297(4)	1.23338(6)	749(79)	0.177(13)	195(7)	0.26(4)	0.51(16)
44	78.664(10)	1.21534(13)	579(69)	0.183(17)	166(12)	0.29(6)	0.84(19)
45	79.058(10)	1.21026(13)	410(58)	0.19(2)	122(12)	0.30(7)	0.84(19)
46	81.777(8)	1.17677(9)	517(66)	0.21(2)	144(9)	0.28(5)	0.50(17)
47	82.284(10)	1.17079(12)	336(53)	0.17(2)	79(7)	0.23(6)	0.50(17)
48	82.72(3)	1.1658(4)	102(29)	0.20(8)	27(7)	0.26(15)	0.50(17)
49	83.08(3)	1.1616(3)	118(31)	0.17(6)	27(9)	0.23(14)	0.50(17)
50	83.608(13)	1.15558(14)	457(62)	0.35(4)	218(12)	0.48(9)	0.50(17)
51	88.575(11)	1.10317(11)	125(32)	0.09(3)	13(5)	0.10(7)	4(3)
52	88.62(5)	1.1027(5)	77(25)	0.92(13)	81(11)	1.0(5)	4(3)
53	89.36(2)	1.0955(2)	65(23)	0.16(8)	12(5)	0.18(14)	4(3)

L.4.3 Difraktogram dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-800)



Gambar L.4.3.1 Difraktogram XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-800)

Tabel L.4.3.1 Daftar puncak senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-800)

No.	2-theta (deg)	d(ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W (deg)	Asym. Factor
1	10.786(9)	8.196(7)	1009(92)	0.154(13)	258(9)	0.26(3)	1.1(3)
2	16.207(10)	5.464(3)	3996(182)	0.156(9)	946(19)	0.237(16)	1.3(4)
3	21.694(5)	4.0932(9)	3295(166)	0.148(6)	666(12)	0.202(14)	3.3(7)
4	23.300(7)	3.8146(11)	3712(176)	0.145(6)	726(12)	0.196(13)	1.2(2)
5	24.554(9)	3.6225(14)	353(54)	0.17(4)	100(7)	0.28(6)	2(2)
6	26.900(9)	3.3117(11)	546(67)	0.44(3)	309(15)	0.57(10)	0.5(2)
7	30.085(3)	2.9680(3)	19855(407)	0.142(4)	3998(28)	0.201(6)	1.55(16)
8	32.871(6)	2.7225(4)	3577(173)	0.190(9)	887(35)	0.25(2)	2.3(4)
9	33.106(4)	2.7037(3)	3365(167)	0.124(10)	544(32)	0.162(18)	2.3(4)
10	36.96(3)	2.4300(18)	453(61)	0.33(2)	157(11)	0.35(7)	1.0(3)
11	38.388(6)	2.3430(3)	4996(204)	0.153(12)	1304(19)	0.261(15)	0.91(18)
12	39.702(5)	2.2684(3)	1981(128)	0.123(9)	328(18)	0.17(2)	0.95(16)
13	39.892(4)	2.2581(2)	2197(135)	0.122(8)	359(19)	0.163(19)	0.95(16)
14	42.865(6)	2.1081(3)	790(81)	0.16(2)	207(8)	0.26(4)	1.2(5)
15	44.143(14)	2.0500(6)	858(85)	0.147(17)	168(8)	0.20(3)	1.1(4)
16	47.341(6)	1.9187(2)	3546(172)	0.136(9)	746(19)	0.210(16)	1.5(4)
17	47.863(7)	1.8989(3)	2175(135)	0.140(11)	472(17)	0.22(2)	1.5(4)
18	50.38(6)	1.8098(19)	277(48)	0.53(5)	165(14)	0.60(15)	3.1(19)
19	51.414(4)	1.77584(13)	2079(132)	0.148(10)	431(39)	0.21(3)	1.0(3)
20	51.568(3)	1.77087(9)	2447(143)	0.125(8)	430(32)	0.18(2)	1.0(3)
21	51.89(2)	1.7608(7)	231(44)	0.21(7)	66(21)	0.29(14)	1.0(3)
22	52.608(5)	1.73830(15)	609(71)	0.118(13)	92(7)	0.15(3)	0.8(2)
23	53.247(11)	1.7189(3)	393(57)	0.57(3)	286(12)	0.73(14)	0.8(2)
24	55.517(18)	1.6539(5)	113(31)	0.17(6)	23(6)	0.21(11)	5(14)

25	56.12(4)	1.6375(10)	154(36)	0.19(5)	37(6)	0.24(9)	1.0(9)
26	56.964(3)	1.61526(9)	2482(144)	0.143(5)	487(12)	0.196(16)	0.91(10)
27	57.256(3)	1.60772(8)	2719(151)	0.142(5)	529(12)	0.194(15)	0.91(10)
28	58.593(7)	1.57419(16)	961(89)	0.145(11)	242(7)	0.25(3)	1.03(16)
29	61.327(17)	1.5104(4)	140(34)	0.30(5)	48(7)	0.35(13)	5(7)
30	62.217(7)	1.49091(14)	737(78)	0.142(12)	153(11)	0.21(4)	1.2(2)
31	62.519(6)	1.48443(12)	1734(120)	0.136(6)	343(12)	0.20(2)	1.2(2)
32	62.830(12)	1.4778(3)	248(45)	0.15(3)	54(10)	0.22(8)	1.2(2)
33	64.331(9)	1.44692(17)	2048(131)	0.162(10)	519(10)	0.25(2)	0.8(2)
34	65.647(11)	1.4211(2)	184(39)	0.16(3)	53(6)	0.29(9)	0.5(3)
35	66.67(3)	1.4018(6)	220(43)	0.19(4)	55(7)	0.25(8)	1.0(8)
36	68.68(8)	1.3656(14)	41(18)	0.19(16)	10(34)	0.3(9)	0.9(4)
37	69.00(6)	1.3599(11)	148(35)	0.47(15)	94(19)	0.6(3)	0.9(4)
38	69.453(15)	1.3522(3)	782(81)	0.150(17)	158(18)	0.20(4)	0.9(4)
39	69.716(16)	1.3478(3)	379(56)	0.11(3)	57(14)	0.15(6)	0.9(4)
40	71.334(9)	1.32110(14)	199(41)	0.10(2)	26(4)	0.13(5)	3(3)
41	71.893(17)	1.3122(3)	132(33)	0.17(4)	24(6)	0.18(9)	0.7(3)
42	72.24(3)	1.3068(4)	322(52)	0.28(3)	98(9)	0.30(8)	0.7(3)
43	73.20(7)	1.2920(11)	57(22)	0.7(4)	74(21)	1.3(9)	0.5(11)
44	75.25(4)	1.2618(6)	119(32)	0.18(4)	22(6)	0.19(10)	0.9(9)
45	76.658(16)	1.2421(2)	187(39)	0.21(3)	51(5)	0.27(8)	0.59(17)
46	77.233(10)	1.23424(13)	730(78)	0.170(10)	164(6)	0.22(3)	0.59(17)
47	78.612(12)	1.21601(16)	323(52)	0.65(3)	223(14)	0.69(15)	0.7(2)
48	79.66(4)	1.2026(5)	46(20)	0.17(9)	8(4)	0.18(17)	0.7(2)
49	81.709(7)	1.17757(9)	513(65)	0.22(3)	195(17)	0.38(8)	0.6(3)
50	82.235(6)	1.17137(7)	424(59)	0.12(3)	87(13)	0.20(6)	0.6(3)
51	83.788(7)	1.15356(8)	549(68)	0.31(4)	302(13)	0.55(9)	5(2)
52	84.745(15)	1.14296(16)	163(37)	0.28(7)	81(11)	0.50(18)	5(2)
53	88.48(3)	1.1041(3)	160(37)	0.28(6)	93(7)	0.58(18)	1.6(6)

L.4.4 Perhitungan *Crystallite Size*

Perhitungan *crystallite size* dapat menggunakan persamaan Debye-Scherrer, data perhitungan Data perhitungan untuk *crystallite size* $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ adalah:

$$K = 0,9$$

$$\lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

$$\beta = \text{FWHM}$$

$$\theta = \text{Posisi Peak}$$

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

L.4.4.1 BTVO-700

$$\beta = 0,184 \text{ (FWHM= 0,00320)}$$

$$\theta = 30,146$$

$$\theta = \frac{30,146}{2} = 15,073$$

Crystallite size yang diperoleh adalah :

$$D = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,00320 \times \cos 15,073} = 418$$

$$= 41,8 \text{ nm}$$

L.4.4.2 BTVO-750

$$\beta = 0,140 \text{ (FWHM=0,0024)}$$

$$\theta = 30,168 \rightarrow$$

$$\theta = \frac{30,168}{2} = 15,084$$

Crystallite size yang diperoleh adalah :

$$D = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,00244 \times \cos 15,084} = 548$$

$$= 54,8 \text{ nm}$$

L.4.4.3 BTVO-800

$$\beta = 0,142 \text{ (FWHM}=0,00247)$$

$$\theta = 30,085 \rightarrow \theta = \frac{30,085}{2} = 15,042$$

Crystallite size yang diperoleh adalah :

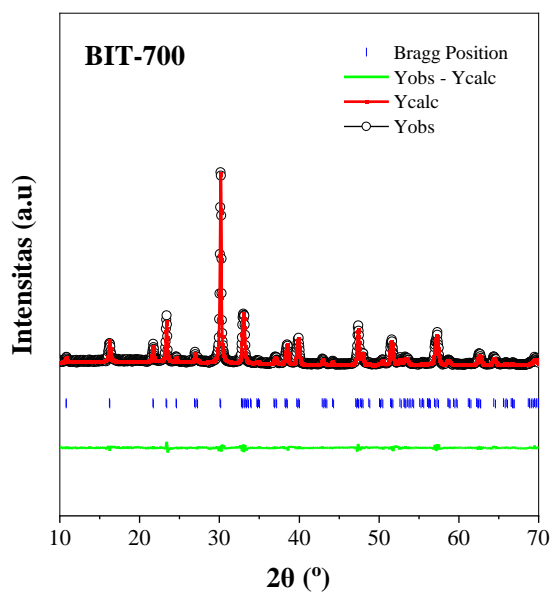
$$D = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,00247 \times \cos 15,042} = 542$$

$$= 54,2 \text{ nm}$$

Tabel L.4.4.1 *Crystallite size* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

Nama Senyawa	Bidang (hkl)	Sudut 2θ (°)	FWHM (radian)	<i>Crystallite size</i> (nm)
BTVO-700	(111)	30,14	0,00320	44,6
BTVO-750	(111)	30,16	0,00244	54,8
BTVO-800	(111)	30,08	0,00247	54,2
Rata – rata <i>crystallite size</i> BTVO				49,4

Lampiran 4.5 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica
L.4.5.1 BTVO-700

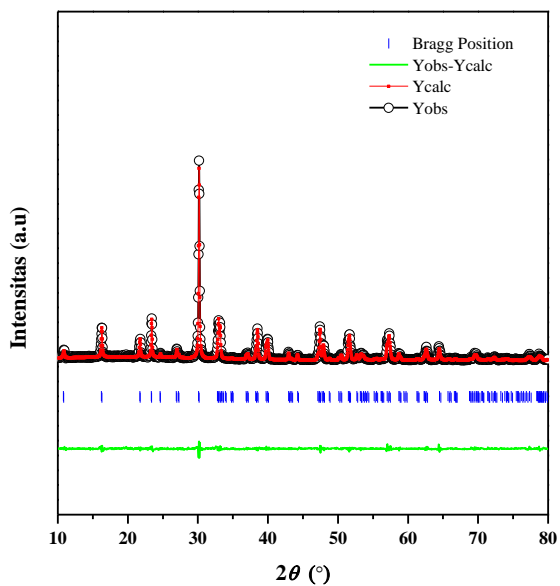


Gambar L.4.5.1 Plot hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

Tabel L.4.5.1 Hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

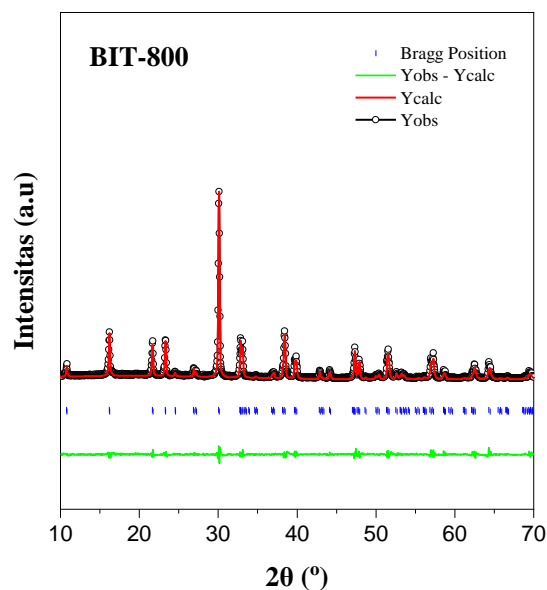
Parameter	JCPDS 073-2181	BIT-700
Sistem kristal	Ortorombik	Ortorombik
Grup Ruang	<i>Fmmm</i>	<i>Fmmm</i>
Unit Azimetrik (<i>Z</i>)	4	4
<i>a</i>	a= 5,4100	a= 5,406739
<i>b</i>	b=5,4480	b=5,448233
<i>c</i>	c= 32,8400	c= 32,771862
$\alpha=\beta=\gamma$ (°)	90	90
Volume sel (Å^3)	967,92	965,36
R_p (%)	-	8,58
R_{wp} (%)	-	6,45
GOF (χ^2)	-	0,143
<i>R-Factor</i>	-	0,15

L.4.5.1 BTVO-750

Gambar L.4.5.1 Plot hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ Tabel L.4.5.1 Hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

Parameter	JCPDS 073-2181	BIT-750
Sistem kristal	Ortorombik	Ortorombik
Grup Ruang	<i>Fmmm</i>	<i>Fmmm</i>
Unit Azimetrik (<i>Z</i>)	4	4
<i>a</i>	a= 5,4100	a= 5,402954
<i>b</i>	b=5,4480	b=5,442513
<i>c</i>	c= 32,8400	c= 32,729206
$\alpha=\beta=\gamma$ (°)	90	90
Volume sel (Å^3)	967,92	962,42
R_p (%)	-	9,74
R_{wp} (%)	-	7,10
GOF (χ^2)	-	0,204
<i>R-Factor</i>	-	0,28

L.4.5.2 BTVO-800

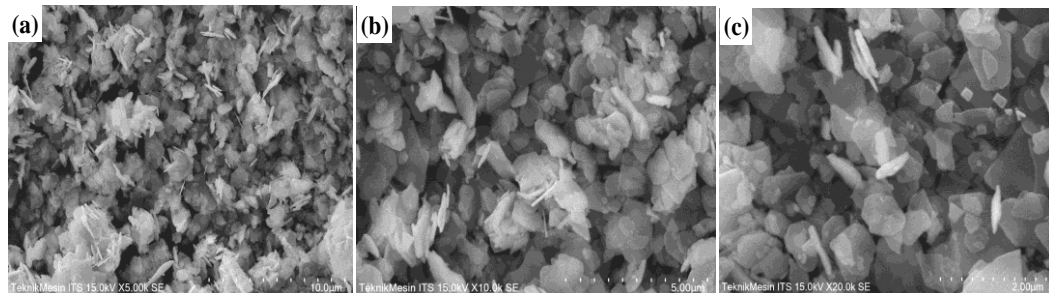
Gambar L.4.5.2 Plot hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ Tabel L.4.5.1 Hasil *refinement* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

Parameter	JCPDS 073-2181	BIT-800
Sistem kristal	Ortorombik	Ortorombik
Grup Ruang	<i>Fmmm</i>	<i>Fmmm</i>
Unit Azimetrik (Z)	4	4
<i>a</i>	a= 5,4100	a= 5,420636
<i>b</i>	b=5,4480	b=5,459150
<i>c</i>	c= 32,8400	c= 32,822643
$\alpha=\beta=\gamma$ (°)	90	90
Volume sel (Å^3)	967,92	971,28
R_p (%)	-	10,92
R_{wp} (%)	-	7,53
GOF (χ^2)	-	0,221
<i>R-Factor</i>	-	0,48

Lampiran 5. Data SEM-EDS Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

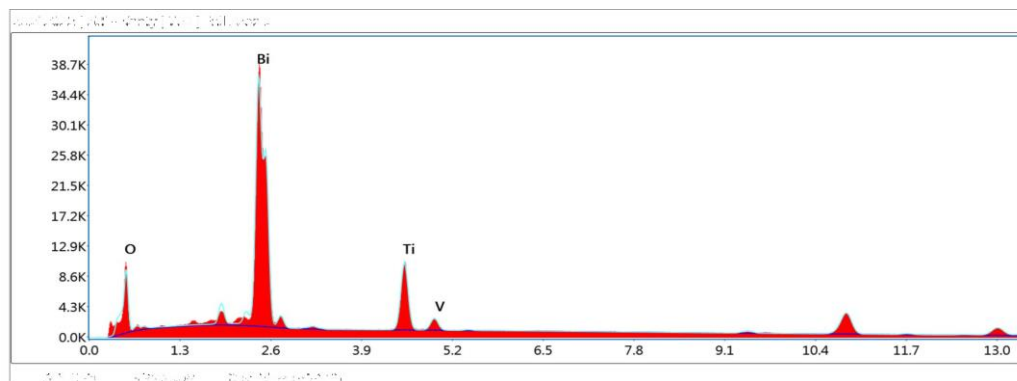
L.5.1 BTVO-700

L.5.1.1 Citra SEM



Gambar L.5.1.1 Morfologi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ (BTVO-700), pada perbesaran a) 5.000x; b)10.000x; dan c) 20.000x.

L.5.1.2 Data EDS



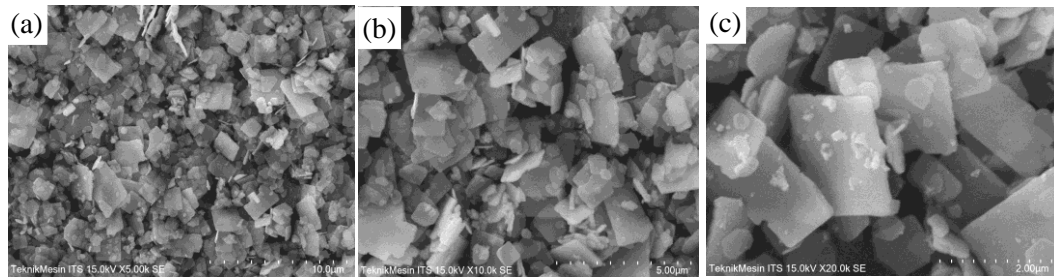
Gambar L.5.1.2 Data EDS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$ (BTVO-700), pada perbesaran a) 5.000x; b)10.000x; dan c) 20.000x.

Tabel L.5.1.1 Presentase (%) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$

Element	Weight % Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F	Element
O K	20.81	66.54	755.25	10.18	0.0414	1.3969	0.1424	1.0000
BiM	62.01	15.18	4659.58	2.46	0.5857	0.8370	1.1197	1.0077
TiK	16.11	17.20	1608.83	4.16	0.1354	1.1222	0.7543	0.9930
V K	1.07	1.08	95.48	12.02	0.0093	1.0976	0.7972	0.9922

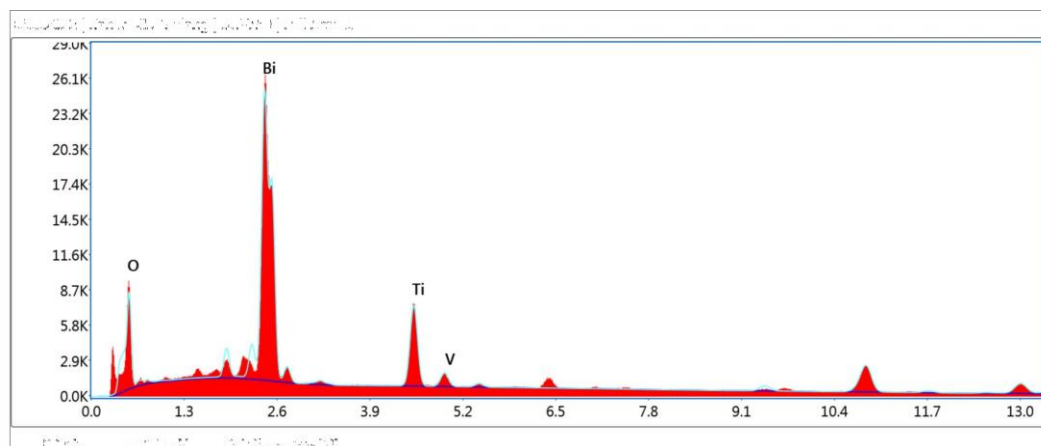
L.5.2 BTVO-750

L.5.2.1 Citra SEM



Gambar L.5.1.1 Morfologi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-750), pada perbesaran a) 5.000x; b)10.000x; dan c) 20.000x.

L.5.2.2 Data EDS



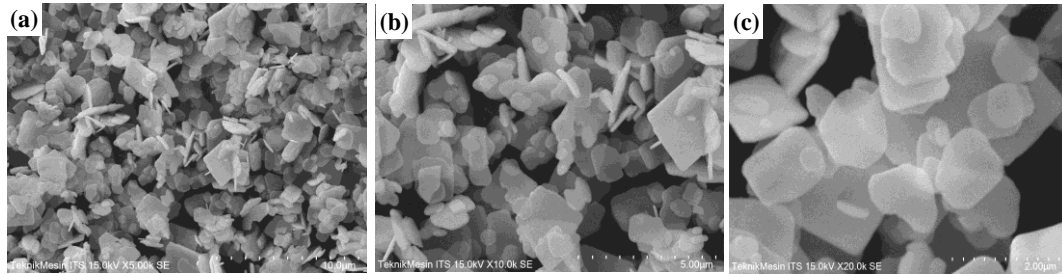
Gambar L.5.1.2 Data EDS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-750), pada perbesaran a) 5.000x; b)10.000x; dan c) 20.000x.

Tabel L.5.2.1 Presentase (%) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$

Element	Weight % Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F	Element
O K	24.99	71.27	629.82	10.13	0.0510	1.3641	0.1496	1.0000
BiM	58.08	12.68	2925.23	2.67	0.5431	0.8175	1.1343	1.0080
TiK	15.55	14.81	1046.70	4.16	0.1301	1.0954	0.7694	0.9931
V K	1.38	1.24	82.67	8.77	0.0119	1.0711	0.8105	0.9922

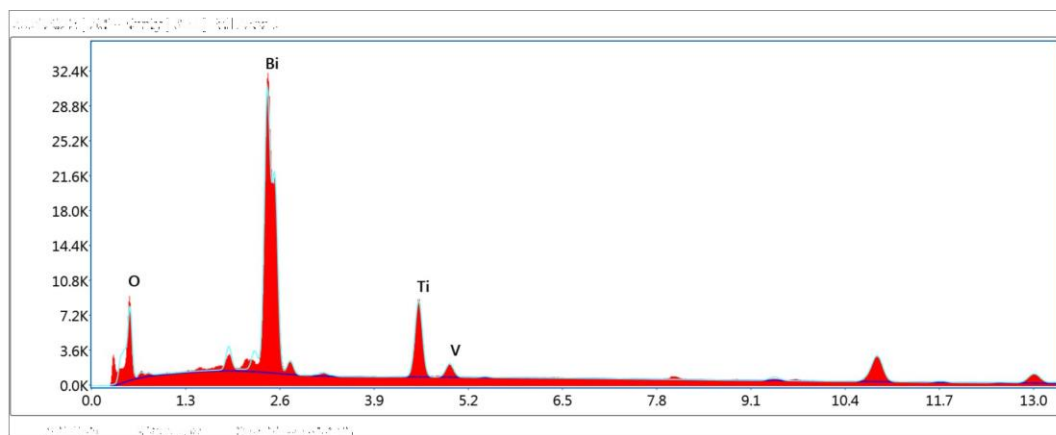
L.5.3 BTVO-800

L.5.3.1 Citra SEM



Gambar L.5.3.1 Morfologi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-800), pada perbesaran a) 5.000x; b)10.000x; dan c) 20.000x.

L.5.3.2 Data EDS

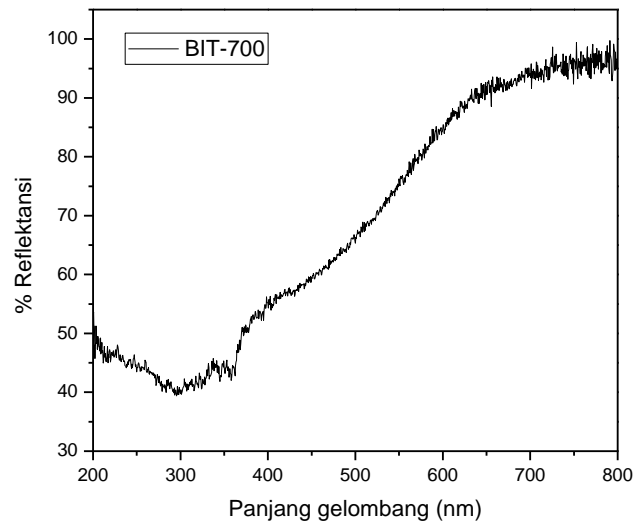


Gambar L.5.3.2 Data EDS $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ (BTVO-800), pada perbesaran a) 5.000x; b)10.000x; dan c) 20.000x.

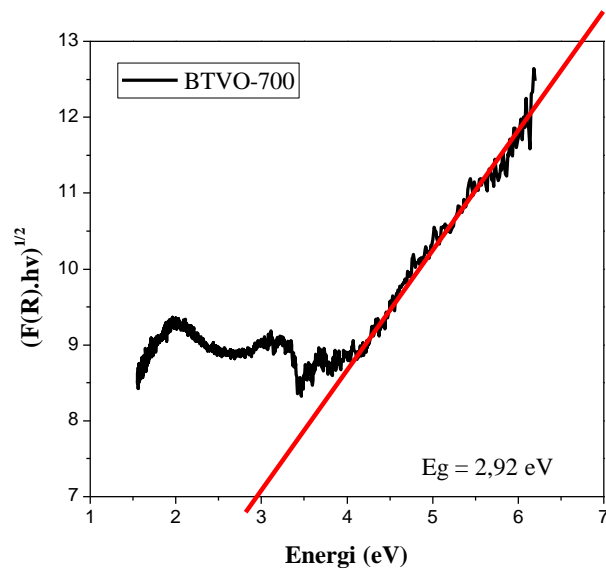
Tabel L.5.3.1 Presentase (%) senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$

Element	Weight % Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F	Element
O K	21.32	67.23	629.59	10.21	0.0426	1.3932	0.1434	1.0000
BiM	61.63	14.88	3748.00	2.52	0.5814	0.8348	1.1213	1.0077
TiK	16.03	16.88	1296.18	4.18	0.1346	1.1192	0.7558	0.9930
V K	1.02	1.01	73.86	16.11	0.0089	1.0946	0.7985	0.9922

**Lampiran 6. Data UV-Vis DRS Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_{12}$
L 6.1 BIT-700**



Gambar L.6.1.1 Sepektra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang senyawa BTVO-700



Gambar L.6.1.2 Sepektra DRS hubungan $F(R)hv^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv) senyawa BTVO-700

Data energi celah pita dapat dikonversi menjadi nilai panjang gelombang dengan menggunakan hukum Planck ($E = hc/\lambda$) seperti dibawah ini:

Diketahui:

$$E_g = 2,92 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,1360 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

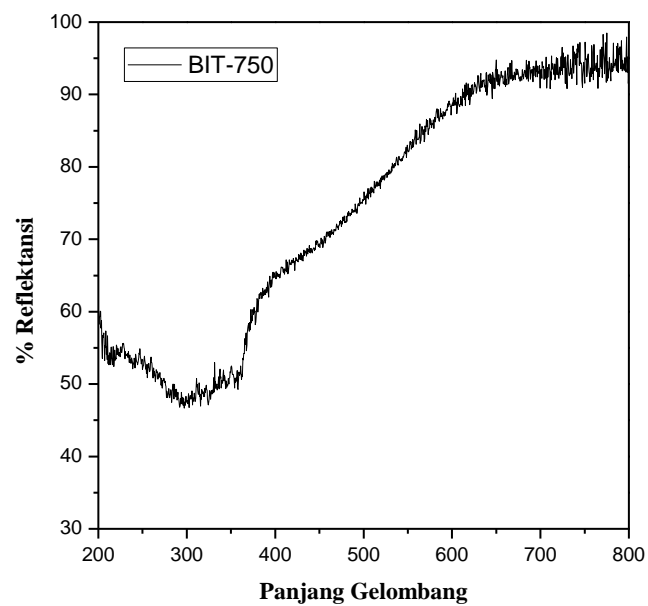
Panjang gelombang pada $E_g = 2,92 \text{ eV}$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,92 \text{ eV}}$$

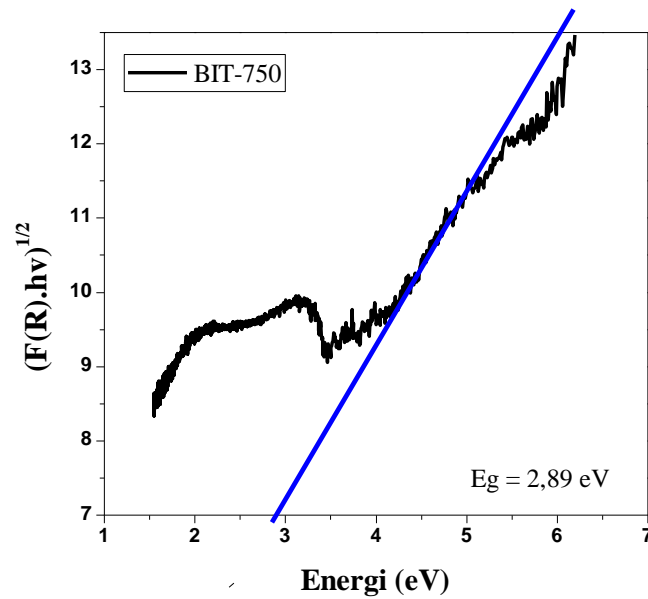
$$= 4,24 \times 10^{-7} \text{ m}$$

$$= 424 \text{ nm}$$

L 6.2 BIT-750



Gambar L.6.1.1 Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang senyawa BTVO-750



Gambar L.6.1.2 Sepektra DRS hubungan $F(R)hv^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv)senyawa BTVO-750

Data energi celah pita dapat dikonversi menjad nilai panjang gelombang dengan menggunakan hukum Planck ($E = hc/\lambda$) seperti dibawah ini:

Diketahui:

$$E_g = 2,89 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,1360 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

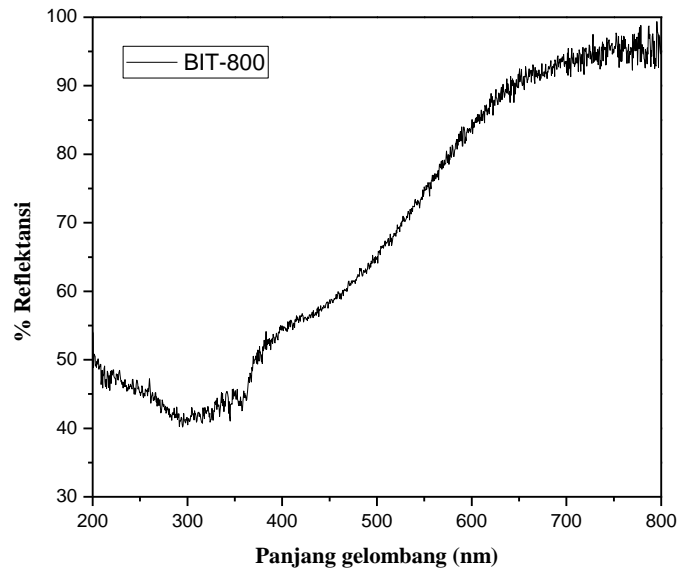
Panjang gelombang pada $E_g = 2,89 \text{ eV}$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,89 \text{ eV}}$$

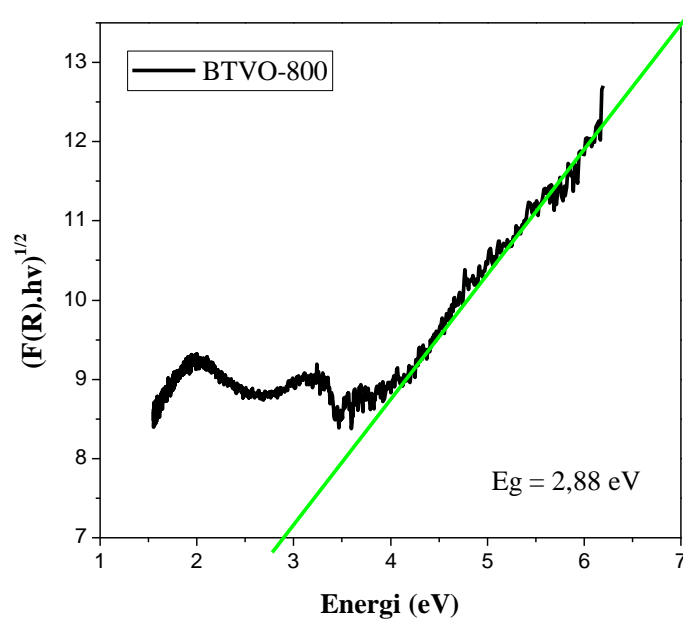
$$= 4,28 \times 10^{-7} \text{ m}$$

$$= 428 \text{ nm}$$

L 6.3 BIT-800



Gambar L.6.1.1 Sepetra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang senyawa BTVO-800



Gambar L.6.1.2 Sepetra DRS hubungan $F(R)hv^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv) senyawa BTVO-800

Data energi celah pita dapat dikonversi menjadi nilai panjang gelombang dengan menggunakan tetapan Planck ($E = hc/\lambda$) seperti dibawah ini:

Diketahui:

$$E_g = 2,88 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,1360 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Panjang gelombang pada $E_g = 2,88 \text{ eV}$

$$\begin{aligned} \lambda &= \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,88 \text{ eV}} \\ &= 4,30 \times 10^{-7} \text{ m} \\ &= 430 \text{ nm} \end{aligned}$$

Lampiran 7. Dokumentasi Penelitian



L.7.1 Proses penimbangan



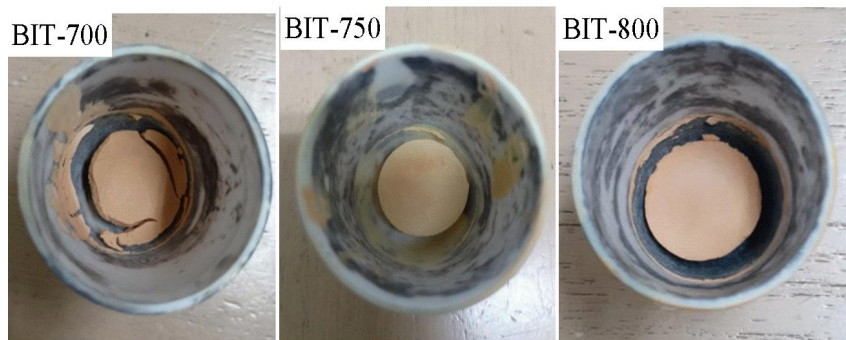
L.7.2 Proses penggerusan



L.7.3 Sampel BTVO sebelum kalsinasi



L.7.4 Proses kalsinasi



L.7.5 Sampel BTVO setelah kalsinasi



L.7.6 Proses Pembilasan



**L.7.7 Proses Pengeringan
serbuk**



L.7.8 Serbuk sampel BTVO