

**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ DENGAN MENGGUNAKAN
METODE LELEHAN GARAM NaCl, KCl, dan CAMPURAN NaCl/-KCl**

SKRIPSI

**Oleh:
Fitria Maulidiah Anwar
NIM. 18630058**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ DENGAN MENGGUNAKAN
METODE LELEHAN GARAM NaCl, KCl, dan CAMPURAN NaCl/-KCl**

SKRIPSI

**Oleh:
FITRIA MAULIDIAH ANWAR
NIM.18630058**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam Memperoleh Gelar Sarjana
Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

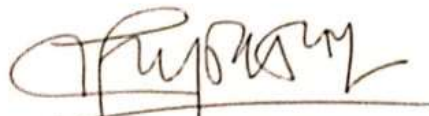
**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ DENGAN MENGGUNAKAN
METODE LELEHAN GARAM NaCl , KCl , DAN CAMPURAN NaCl/KCl**

SKRIPSI

Oleh:
FITRIA MAULIDIAH ANWAR
NIM. 18630058


Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal:

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



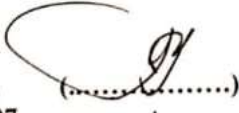
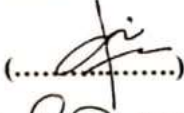
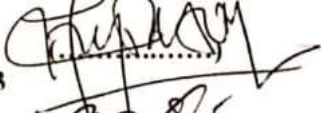

Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 1 010

SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{12}$ DENGAN MENGGUNAKAN
METODE LELEHAN GARAM NaCl, KCl, dan CAMPURAN NaCl-KCl

SKRIPSI

Oleh:
FITRIA MAULIDIAH ANWAR
NIM. 18630058

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan untuk
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 19 Juni 2023

Penguji Utama	: Himmatul Barroroh, M.Si NIP. 19821104 200901 2 007	
Ketua Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIP. 19851020 201903 2 012	
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 Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Fitria Maulidiah Anwar
NIM : 18630058
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan Menggunakan Metode Lelahan Garam NaCl, KCl, dan Campuran NaCl/KCl

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

Malang, 16 Mei 2023
Yang membuat pernyataan



Fitria Maulidiah Anwar
Nim. 18630058

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal penelitian dengan judul **“Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ menggunakan Metode Lelehan Garam NaCl, KCl, dan NaCl-KCl”**. Shalawat dan salam senantiasa tercurah kepada baginda Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing dari jaman kebodohan ke jalan yang diridhai Allah.

Penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam penulisan proposal ini, terutama kepada:

1. Ayah dan Ibu tercinta, Moh. Zainul Anwar dan Nur Laila Umi yang telah memberikan dukungan dan do'a yang tak pernah putus.
2. Prof, Dr. H. M. Zainuddin, M.A selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku dosen pembimbing utama yang telah membimbing dan memberikan arahan serta motivasi untuk menyelesaikan skripsi
6. Bapak Dr. H. M. Imamudin, Lc., M.A selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan arahan dan saran dalam proses pengerjaan skripsi

7. Dr. Suci Amalia, M.Sc. selaku dosen wali program studi Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
8. Seluruh dosen, laboran dan staf Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan, sehingga dapat menyelesaikan skripsi
9. Teman-teman kelas kimia-B dan teman satu bimbingan yang selalu memberikan semangat, motivasi, dan saran dalam proses penulisan skripsi

Penulis menyadari skripsi ini masih jauh dari sempurna dan penulis berharap semoga skripsi ini bisa memberikan manfaat kepada para pembaca. Atas perhatian pembaca, penulis mengucapkan terima kasih.

Malang, 16 Mei 2023

Penulis

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, syukur tak terkira saya panjatkan kepada Allah dengan segala nikmat berupa kesehatan, iman, dan akal, akhirnya membawa saya pada proses akhir dalam proses perkuliahan. Terima kasih ya Allah, atas pertolonganMu hamba mampu melewati semua proses dengan ikhlas dan pantang menyerah. Skripsi ini menjadi salah satu bukti dari sekian banyaknya bentuk kuasa dan kasih sayangNya.

Dengan ini saya persembahkan karya ini untuk kedua orang tua saya. Terima kasih kepada bapak Moh.Zainul Anwar dan ibu Nur Laila Umi Badriyah atas segala bentuk dukungan dan do'a yang tidak pernah putus di setiap kaki saya melangkah. Terima kasih karena selalu mengingatkan saya untuk selalu bersyukur akan segala situasi yang sedang dijalani. Tanpa beliau berdua, saya tidak akan kuat dalam menjalani semua proses karya tulis ini. Terima kasih juga kepada adik saya satu-satunya yaitu M. Haikal Anwar yang selalu menghibur dan menemani saya saat masa-masa sulit. Tak lupa, terima kasih kepada diri saya sendiri. Terima kasih sudah bertahan, terus berjuang dan belajar untuk menjadi yang terbaik.

Terima kasih tak terhingga saya haturkan kepada bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si atas semua ilmu dan nasihat serta motivasi yang diberikan selama proses penyusunan skripsi ini. Terima kasih sudah membimbing saya dengan sabar. Tak lupa kepada bapak Dr. H. Mochamad Imamudin, Lc, MA selaku pembimbing agama saya yang senantiasa meluangkan waktu dan tulus dalam membimbing saya. Terima kasih untuk seluruh dosen, laboran dan staf program studi kimia atas segala dukungan dalam penyelesaian skripsi.

Terima kasih juga kepada sahabat saya Annisa, Eel, Fahma, dan Andini yang selalu mendengarkan keluh kesah, menghibur dan memberikan dukungan bagi saya. Terima kasih kepada Adinda dan Ulva yang sudah kebersamai selama proses perkuliahan saya. Dan tak lupa untuk anggota "Photokatalis Team", Mpita, Ulvi, Efril, Nurul, Kanty dan Diajeng. Terima kasih sudah saling mengingatkan,

menguatkan, dan menemani selama masa-masa perjuangan dalam penyusunan skripsi. Serta untuk kelas Kimia B angkatan 2018, terima kasih atas semua kenangan indah di masa perkuliahan yang tidak akan pernah saya lupakan.

MOTTO

“Kebahagiaan bukanlah sesuatu yang harus kamu capai, kamu masih bisa merasa bahagia selama proses mencapai sesuatu”

&

“Jangan menyerah hanya karena satu bab buruk yang terjadi dalam hidupmu. Teruslah melangkah, kisahmu tidak akan berakhir di sini”

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
LEMBAR PERSETUJUAN	Error! Bookmark not defined.
HALAMAN PENGESAHAN	Error! Bookmark not defined.
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	viii
MOTTO	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xvi
ABSTRAK	xvii
ABSTRACT	xviii
المخلص	xix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan.....	5
1.4 Batasan Masalah.....	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Senyawa Bismut Titanat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	7
2.2 Fotokatalis	8
2.3 Senyawa Bismut Titanat sebagai Material Fotokatalis	9
2.4 Penurunan Energi Celah Pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Doping Logam Transisi...	12
2.5 Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalis	13
2.6 Metode Lelehan Garam	15
2.7 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Menggunakan Lelehan Garam	17
2.8 Manfaat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam	20
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	23
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan	23
3.2.1 Alat.....	23
3.2.2 Bahan	23
3.3 Rancangan Penelitian	24
3.4 Prosedur Kerja.....	24
3.4.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal	24
3.4.2 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam	25
3.4.3 Karakterisasi Sampel	25
3.4.4 Analisis Data.....	26

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ Menggunakan Metode Lelehan Garam	28
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ Menggunakan XRD.....	29
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ Menggunakan SEM-EDS...	32
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ Menggunakan UV-Vis DRS33	
4.6 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam	34
BAB V PENUTUP	43
5.1 Kesimpulan.....	43
5.2 Saran	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN.....	48

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir.....	45
Lampiran 2. Perhitungan.....	47
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi menggunakan XRD.....	50
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi menggunakan SEM-EDS.....	61
Lampiran 5. Hasil Analisis DRS.....	64

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal bismut titanat.....	7
Gambar 2.2	Skema aktivitas fotokatalis.....	8
Gambar 2.3	Spektra UV-DRS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	10
Gambar 2.4	Mekanisme fotokatalisis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	11
Gambar 2.5	(a) Konsentrasi TC-HCl dengan waktu penyinaran yang berbeda pada BTO800, BTO850 dan BTO900, (b) spektra UV-Vis perubahan TC-HCl larutan air pada berbagai waktu penyinaran dengan BTO850, (c) plot kinetika dan (d) konstanta laju dari BTO800, BTO850 dan BTO900 untuk fotokatalitik degradasi TC-HCl.....	11
Gambar 2.6	Spektra UV-Vis DRS pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe ($x = 2, 4, \text{ dan } 6\%$).....	12
Gambar 2.7	Spektra UV-Vis DRS pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping V ($x = 0; 0,005; 0,1; 0,15, \text{ dan } 2$)	13
Gambar 2.8	(a) Hasil TEM $\text{Bi}_5\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$ dengan metode lelehan garam 800°C (b) Kurva degradasi fotokatalitik RhB dengan katalis berbeda	14
Gambar 2.9	(a) SEM mikrograf $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode hidrotermal pada suhu 160°C , (b) grafik efisiensi fotodegradasi pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, dan (c) kurva degradasi fotokatalitik RhB pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ <i>nanosheet</i> dan bubuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dikalsinasi.....	15
Gambar 2.10	Mekansime pembentukan partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	16
Gambar 2.11	Pola XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($M = 0; 4; 8; 16; 32; 40; 50; 60$) dengan garam campuran NaCl-KCl pada suhu 800 selama 2 jam.....	17
Gambar 2.12	Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (a) <i>solid-state</i> dan metode lelehan garam pada suhu 800°C dengan rasio mol garam:senyawa (b) 4 (c) 8 (d) 16 (e) 32 (f) 40 (g) 50 dan (h) 60.....	18
Gambar 2.13	Difraktogram XRD serbuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dipanaskan pada suhu yang berbeda dan simbol (■), (●), (○), (▲), dan (Δ) merepresentasikan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, standar internal Si, $\text{Bi}_{12}\text{Ti}_2\text{O}_{20}$, Bi_2O_3 dan TiO_2 , (a) serbuk A-1, 600°C , (b) A-2, 600°C , (c) prekursor $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tanpa campuran garam apapun, 600°C , (d) A-3, 825°C , dan (e) A-3, 1000°C	19
Gambar 2.14	Mikrograf SEM pada sada serbuk A-1 dengan menggunakan fluks klorida ($M = 17:6$) pada (a) 800 , (b) 900 , (c) 1000 , dan (d) 1100°C selama $0,5$ jam.....	19
Gambar 2.15	Mikrograf SEM pada serbuk A-2 dengan menggunakan fluks sulfat pada suhu 1000°C selama $0,5$ jam dengan rasiol mol (a) $M = 7,9$ (b) $M = 15,8$, dan (c) $M = 23,7$	20

Gambar 4.1	Proses sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ (a) saat penggerusan, (b) sebelum kalsinasi, dan (c) setelah kalsinasi pada suhu 850°C selama 6 jam.....	29
Gambar 4.2	Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan variasi garam NaCl, KCl, campuran NaCl/-KCl (1:3,5:3,5) dan (1:7:7)	31
Gambar 4.3	Pergeseran puncak difraksi $2\theta = 30,06^\circ$ pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$	32
Gambar 4.4	Morfologi dan distribusi partikel senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan variasi garam (a) KCl, (b) NaCl, (c) campuran NaCl/-KCl (1:3,5:3,5), dan (d) campuran NaCl/-KCl (1:7:7)	35
Gambar 4.5	Spektra DRS hubungan % reflektansi dengan panjang gelombang pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$	37
Gambar 4.6	Hubungan $(F(R)h\nu)^{1/2}$ dengan energi celah pita (eV)	39

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Massa prekursor hasil perhitungan.....	25
Tabel 4.1	Data kristalografi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$	31
Tabel 4.2	Data EDS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$	34
Tabel 4.3	Nilai energi celah pita (eV) dan panjang gelombang (nm) pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$	35

ABSTRAK

Anwar, Fitria Maulidiah. 2023. **Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan Menggunakan Metode Lelehan Garam NaCl, KCl, dan Campuran NaCl/-KCl**. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Dr. H. M. Imamudin, Lc., M.A.

Kata kunci: Bismut Titanat, Fotokatalis, Sintesis, Lelehan Garam, Karakterisasi

Bismut Titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) merupakan salah satu senyawa Aurivillius lapis tiga yang mempunyai sifat fotokatalis dengan energi celah pita sebesar 2.92 eV. Morfologi dan ukuran partikel material fotokatalis dilaporkan berpengaruh pada kemampuan aktivitas fotokatalis. Metode yang dilaporkan dapat menghasilkan morfologi dan ukuran partikel yang seragam adalah metode lelehan garam dan salah satu faktor yang mempengaruhi morfologi dan ukuran partikel yang dihasilkan lewat metode lelehan garam adalah jenis garam. Pada penelitian ini telah disintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl/-KCl dan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrument XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy*), dan UV-Vis DRS (*Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy*). Kemudian dikaji pengaruh jenis garam klorida pada struktur kristal, morfologi, dan ukuran partikel yang diperoleh. Difraktogram sampel produk menunjukkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ berhasil disintesis. Namun, pada sampel yang disintesis dengan garam tunggal NaCl ditemukan pengotor yaitu $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$, Bi_2O_3 dan TiO_2 rutil. Mikrograf SEM menunjukkan sampel produk menggunakan garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl/-KCl menghasilkan morfologi plate-like dengan ukuran partikel pada garam NaCl berukuran lebih besar yaitu 3,707,32 nm dibandingkan garam KCl (2205,87 nm), campuran NaCl/-KCl (1:3,5:3,5) (2262,63 nm) dan NaCl/-KCl (1:7:7) sebesar 2248,06 nm. Sedangkan hasil perhitungan dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk menunjukkan bahwa energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ pada rentang 2,21-2,29 eV.

ABSTRACT

Anwar, Fitria Maulidiah. 2023. **Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{12}$ Compounds Using The Molten Method of Salt NaCl, KCl, and Mixture NaCl/-KCl.** Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Dr. H. M. Imamudin, Lc., M.A.

Keywords: Bismuth Titanate, Photocatalyst, Synthesis, Molten Salt, Characterization

Bismuth Titanate ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) is one of the three-layer Aurivillius compounds which has photocatalyst properties with a bandgap energy of 2.92 eV. The morphology and particle size of the photocatalyst material are reported to have an effect on the activity of the photocatalyst. One method that can produce uniform morphology and particle size is the salt melt method. One of the factors that affect the morphology and size of the particles produced is the type of salt used. In this study, $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{12}$ was synthesized using molten method of salt NaCl, KCl, and mixture of NaCl/-KCl and then characterized using an XRD instrument (*X-Ray Diffraction*), SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy*), and UV-Vis DRS (*Ultraviolet-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy*). Then studied the effect of the type of chloride salt on the crystal structure, morphology, and particle size obtained. Product sample diffractogram showing $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{12}$ successfully synthesized. However, in the samples synthesized with single salt NaCl, an impurity was found, namely $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$, Bi_2O_3 and TiO_2 rutil. SEM micrographs show product samples using NaCl salt, KCl, and a NaCl/-KCl mixture produce a plate-like morphology with a larger particle size in NaCl salt 3.707.32 nm compared to KCl salt (2205.87 nm), mixture NaCl/-KCl (1:3.5:3.5) (2262.63 nm) and NaCl/-KCl (1:7:7) is 2248.06 nm. While the results of calculations using the Kubelka-Munk equation show that the bandgap energy $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{Fe}_{0.05}\text{O}_{12}$ in the range of 2.21-2.29 eV.

الملخص

أنوار، فطرية موليدية. ٢٠٢٣. توليف مركبات $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ باستخدام طريقة ذوبان الملح مع تنوع أملاح NaCl و KCl و خلطهما. البحث الجامعي، قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: د. أنطون براسيتيو، الماجستير. المشرف الثاني: د. الحاج محمد إمام الدين، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: بيسموت تيتانات، محفز ضوئي، توليف، ذوبان الملح، تخصيص.

تيتانات البزموت ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) هي واحدة من مركبات أوريفيلوس Aurivillius ثلاثية الطبقات التي لها خصائص محفز ضوئي مع طاقة فجوة نطاق تبلغ $2,92 \text{ eV}$. تم الإبلاغ عن أن مورفولوجيا وحجم الجسيمات لمادة المحفز الضوئي لها تأثير على قدرة نشاط المحفز الضوئي. الطريقة التي تم الإبلاغ عنها لتكون قادرة على إنتاج مورفولوجيا موحدة وحجم الجسيمات هي طريقة ذوبان الملح وأحد العوامل التي تؤثر على مورفولوجيا الجسيمات وحجمها ما يتم إنتاجه من خلال طريقة ذوبان الملح هو نوع من الملح. في هذه الدراسة، تم تصنيع مركبات $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ بطريقة ذوبان الملح NaCl و KCl ومخاليط من NaCl/KCl وما إلى ذلك تتميز باستخدام الأدوات وحيود الأشعة السينية (XRD)، والتحليل الطيفي للمسح المجهري الإلكتروني - الطاقة المشتتة (SEM-EDS)، بالأشعة فوق البنفسجية المرئية (UV-Vis DRS) ثم درس تأثير نوع ملح الكلوريد على المركب والتشكل وحجم الجسيمات التي تم الحصول عليها. أظهر حيود عينات المنتج مركبات $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ تم تصنيعها بنجاح. ومع ذلك، في العينات التي تم تصنيعها بملح واحد من NaCl وجدت شوائب وهي $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ و Bi_2O_3 و TiO_2 الروتيل. تنتج الصور المجهرية SEM التي تظهر عينات المنتج باستخدام مخاليط NaCl و KCl و NaCl/KCl مورفولوجيا تشبه الصفائح مع حجم الجسيمات في الملح NaCl أكبر عند $3,707,32$ نانومتر من ملح KCl ($2205,87$ نانومتر)، وهو مخاليط NaCl/KCl من $(1:3,5:3,5)$ ($2262,63$ نانومتر) و NaCl/KCl ($1:7:7$) من $2248,06$ نانومتر. بينما أظهرت نتائج الحساب باستخدام معادلة Kubelka-Munk أن طاقة فجوة النطاق $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ في نطاق $2.21-2.29 \text{ eV}$.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa golongan Aurivillius merupakan senyawa oksida dengan rumus umum $[A_{n-1}B_nO_{3n+1}]$ yang terdiri atas lapisan perovskit $[A_{x-1}B_xO_{3x+1}]$ dan lapisan $[Bi_2O_2]^{2+}$ (Syuhad & Rosyidah, 2014). Kation-A memiliki ukuran lebih besar seperti Na^+ , Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+} dan Ln^{3+} (Zulhadjri, dkk., 2013). Sedangkan pada kation-B akan diisi oleh kation berukuran kecil, seperti Ti^{4+} , Nb^{5+} , W^{6+} , Ta^{5+} , Mo^{6+} (Muhammad Rizal dan Ismunandar, 2007), atau kation Ga^{3+} , Fe^{3+} , Mn^{4+} (Wibowo, dkk., 2019). Aurivillius banyak digunakan karena memiliki oksida yang dapat digunakan diberbagai bidang seperti bahan konduktor, fotokatalis, material magnetik, bahan fotoluminesense (Ta, dkk., 2011), dan bahan feroelektrik dengan suhu Curie yang tinggi (Zulhadjri, dkk., 2015).

Allah menciptakan segala sesuatu di muka bumi pasti memiliki manfaat bagi makhluk-Nya, sehingga sudah sepatutnya manusia melakukan pengkajian atau observasi sehingga diperoleh penemuan baru sebagai bentuk pengayaan terhadap ilmu pengetahuan. Sebagaimana firman Allah dalam QS. As-Shad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya: "Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka."

Al-Quran selalu menyebutkan segala objek ciptaan Allah yang ada di alam ini berkaitan dengan fenomena alam seperti siang, malam, langit, bulan, matahari,

bintang, sungai, laut, hewan, tumbuhan dimana penyebutan tersebut dilakukan berulang-ulang. Maksud dan tujuan dari penyebutan secara berulang tersebut yaitu Al-Quran memerintahkan kepada manusia untuk mempelajari dan menjaga alam semesta karena setiap penciptaan Allah memiliki manfaat dan mempermudah kehidupan serta menyadarkan manusia tentang ke-Esaan Allah SWT (Zaini, 2018). Salah satu senyawa yang memiliki banyak manfaat melalui pengkajian dan penelitian adalah senyawa Aurivillius. Contoh dari senyawa ini adalah senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ atau Bismut Titanat merupakan salah satu kelompok struktur perovskit lapis tiga. Pada bismuth titanat, Bi^{3+} menempati kation-A dan kation-B ditempati oleh kation Ti^{4+} (Zhang, dkk., 2018). Senyawa BIT juga banyak digunakan sebagai material fotokatalis pendegradasi zat warna (Tang, dkk., 2018). Pemanfaatan senyawa BIT sebagai fotokatalis kurang efisien dikarenakan celah pita yang terlalu besar ($E_g = 2,99$ eV) dan tingginya laju rekombinasi dari *electron-hole* mengakibatkan kinerja fotokatalis menurun. Strategi yang dapat diterapkan terhadap masalah tersebut adalah dengan melakukan pendopongan logam (Zhao, dkk., 2014).

Pendopongan merupakan upaya menurunkan energi celah pita dan menggeser daerah serapan sinar dari UV menuju ke sinar tampak dengan menambahkan dopan berupa ion logam atau non logam untuk memodifikasi karakteristik elektroniknya. Pendopongan dengan atom logam menyebabkan tingkat energi Fermi lebih rendah sehingga energi celah pitanya lebih rendah (Fauriani, dkk., 2019). Salah satu dopan ion logam yang dapat digunakan untuk menggeser daerah serapan sinar menuju daerah panjang gelombang adalah kation Fe^{3+} . Kation

Fe^{3+} mempunyai jari-jari ionik (0,55 Å) lebih kecil dibandingkan kation Ti^{4+} (0,61 Å) (Atkins, dkk., 2010) sehingga lebih mudah diakomodasikan ke dalam kisi kristal BIT. Huang, dkk. (2019) melaporkan hasil penyerapan optik dan struktur pita pada $\text{Bi}_7\text{Ti}_3\text{Fe}_3\text{O}_{21}$, $\text{Bi}_7(\text{Ti}_2\text{Nb})\text{Fe}_3\text{O}_{21}$, dan $\text{Bi}_7(\text{Ti}_2\text{Mg})\text{Fe}_3\text{O}_{21}$ yang menghasilkan perbedaan penyerapan ditunjukkan oleh celah pita yang menyempit. Penyerapan memiliki tepi potong yang dibuat oleh transisi optik elektronik dari ion Fe^{3+} dan menghasilkan struktur pita oksida bismuth titanat yang baik.

Pemanfaatan logam Fe sebagai doping pada senyawa Aurivillius telah dilaporkan beberapa pihak. Liu, dkk. (2017) melaporkan hasil sintesis senyawa BIT ($E_g = 2,95$ eV) yang didoping dengan Fe^{3+} (2, 4, dan 6%) mengalami penurunan energi celah pita secara berturut-turut yaitu 2,43; 2,36; dan 2,28 eV. Hal ini dikarenakan elektron Fe^{3+} dapat tereksitasi oleh foton energi yang lebih rendah, selain itu kemampuan Fe^{3+} yang dapat berubah menjadi Fe^{2+} atau Fe^{4+} sehingga dapat menjebak elektron dan menghambat proses rekombinasi, juga meningkatkan aktivitas fotokatalitik. Selain itu, Mourão, dkk. 2017 mensintesis senyawa SrTiO_3 menggunakan dopan Fe ($x= 0,05$) menghasilkan morfologi bulat yang seragam dengan permukaan yang halus dan teratur sehingga dapat meningkatkan kemampuan fotokatalis dalam degradasi metilen biru.

Metode sintesis yang telah digunakan dalam material Aurivillius adalah metode lelehan garam (Porob & Maggard, 2006); metode hidrotermal; dan metode sol-gel (Ji, dkk., 2020). Metode lelehan garam adalah metode yang menggunakan lelehan garam sebagai media untuk menyiapkan oksida dari prekursor penyusunnya (Ahda, dkk., 2013). Metode lelehan garam merupakan metode sintesis *low-temperature* yang memanfaatkan garam cair untuk melarutkan oksida penyusunnya

sehingga menghasilkan produk akhir berstruktur homogen dan morfologi yang dapat dikontrol. Metode ini juga membutuhkan waktu relatif singkat karena reaktan yang berbeda memiliki jarak difusi yang pendek dan mobilitas spesies reaktan dalam media garam cair yang cukup tinggi. Kelebihan metode lelehan garam diantaranya yaitu kemurnian yang tinggi, memberikan homogenitas kimia lebih baik dan pengendalian morfologi yang baik (Liu, dkk., 2020).

Menurut Akdogan, dkk. (2006), proses metode lelehan garam ini bergantung pada beberapa parameter diantaranya ukuran partikel awal dan *starting material*, suhu sintesis dan lama waktu yang dibutuhkan, rasio bubuk garam terhadap oksida, dan jenis garam atau campuran garam yang akan digunakan. Sintesis bismut titanat telah dilakukan pada suhu dan rentang waktu tertentu. (a) Raineri, dkk. (2013) mensintesis bismuth titanat pada suhu 1000 selama 0,5 jam, (b) Zhao, dkk. (2014) selama 2 jam pada suhu 950°C, (c) Kan, dkk. (2003) pada suhu 1100°C selama 0,5 jam, dan (d) Hao, dkk. (2007) dengan waktu 30 menit pada suhu 750°C. Penggunaan suhu tinggi dengan waktu yang singkat masih ditemukan adanya fasa pengotor. Selain itu, pengotor juga ditemukan pada suhu rendah sebagai akibat dari belum sempurnanya reaksi.

Liu, dkk. (2020) melakukan sintesis dengan metode lelehan garam pada series $YVO_4: Sm^{3+}$ (2%), Eu^{3+} (3%) menggunakan variasi garam cair KNO_3 dan $NaNO_3$. Berdasarkan hasil penelitian diperoleh perbedaan morfologi dari variasi garam yang digunakan. Sampel dengan garam KNO_3 menghasilkan morfologi tidak beraturan dan aglomerasi yang jelas. Kemudian garam $NaNO_3$ dapat menghasilkan morfologi tidak beraturan dengan aglomerasi lebih sedikit daripada menggunakan garam KNO_3 . Tang, dkk. (2007) mensintesis senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ menggunakan

garam tunggal NaCl dan KCl menghasilkan morfologi berbentuk *plate-like*. Selain itu, sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ juga dilakukan oleh Jiang, dkk (2021) menggunakan garam campuran NaCl-KCl dengan perbandingan rasio garam (1:1) dan menghasilkan morfologi berbentuk *plate-like* dan seragam tanpa aglomerasi. Adanya perubahan morfologi ini disebabkan adanya perbedaan garam cair yang digunakan.

Berdasarkan uraian tersebut perlu dilakukan penelitian mengenai sintesis material $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam dengan variasi garam yaitu NaCl, KCl, dan campuran NaCl-KCl. Penggunaan variasi garam ini digunakan untuk mengetahui pengaruh jenis garam terhadap morfologi, struktur dan perubahan energi celah pita senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$. Senyawa hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan instrumen *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy* (SEM-EDS), *x-ray diffraction* (XRD), dan *ultraviolet-visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-Vis DRS).

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana morfologi, struktur, ukuran partikel, dan energi celah pita dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang disintesis dengan metode lelehan garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl/-KCl dengan mol rasio senyawa produk/garam adalah 1:7?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui morfologi, struktur, ukuran partikel, dan energi celah pita dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ yang disintesis dengan metode lelehan garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl/-KCl.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini antara lain:

- a. Jenis garam yang digunakan adalah garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl-KCl dengan komposisi 1:3,5:3,5 dan 1:7:7 untuk garam campuran
- b. Suhu sintesis yang digunakan adalah 825 dan 850°C
- c. Waktu sintesis yang digunakan adalah 6 jam

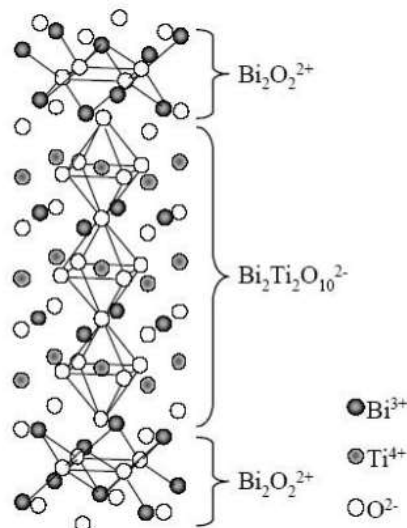
1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi mengenai morfologi, struktur, ukuran partikel, dan energi celah pita pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan menggunakan metode lelehan garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl-KCl.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Bismut Titanat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Bismut titanat merupakan anggota dari golongan senyawa Aurivillius yang tersusun lapis fluorit $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ dan lapis perovskit $[\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_{10}]^{2-}$. Lapis perovskit tersusun atas tiga lapisan oktahedral TiO_6 dengan Bi^{3+} mengisi situs-A dan diapit diantara lapisan $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ pada sepanjang sumbu c (Li, dkk., 2019). Lapisan $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ dibentuk oleh anion oksigen yang membentuk bujur sangkar dimana pada bagian atas merupakan kation Bi^{3+} dan bagian bawah membentuk piramida segi empat secara bergantian (Muhammad Rizal dan Ismunandar, 2007). Struktur kristal bismut titanat dengan sistem kristal ortorombik ditampilkan pada Gambar 2.1. Ranieri, dkk. (2013) melaporkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ berstruktur orthorombik dengan parameter kisi $a= 0,5450$, $b= 0,54059$, dan $c= 3,2832$ nm.

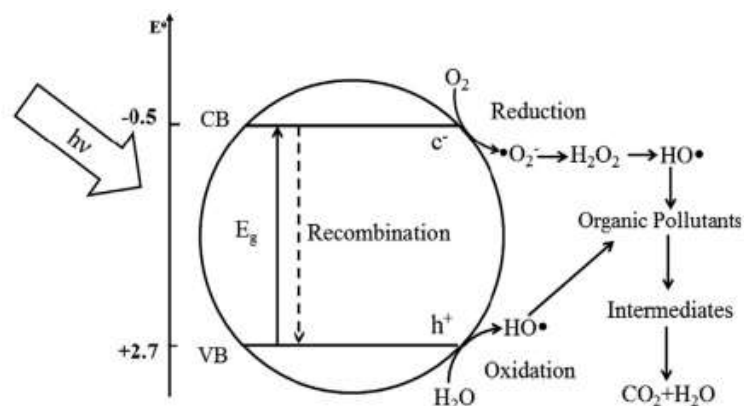


Gambar 2. 1 Struktur kristal bismut titanat (Lazarevic, dkk., 2005)

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilaporkan memiliki sifat elektro-optik dan feroelektrik sehingga dapat digunakan sebagai memori optik, komponen optoelektrik, sensor ultrasonik, memori penyimpanan, keramik pizoelektrik, dan sebagai tampilan optik. Selain itu, senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ juga digunakan sebagai fotokatalis dan aplikasi spintronik (Pirgholi-Givi, dkk., 2021).

2.2 Fotokatalis

Fotokatalis merupakan proses transformasi kimia dengan bantuan cahaya dan katalis untuk mempercepat reaksi kimia. Proses transformasi tersebut dilakukan pada permukaan katalis atau yang bisa disebut dengan material fotokatalis (Rahma, 2018). Mekanisme fotokatalis yaitu ketika foton dengan energi sama atau lebih besar dari celah pita mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi yang menciptakan *hole* pada pita valensi. Elektron yang tereksitasi akan mengikat oksigen terlarut dan membentuk radikal oksigen ($\text{O}_2\cdot$), sedangkan *hole* pada pita valensi akan mengikat ion OH^- pada air sehingga membentuk radikal hidroksil ($\text{OH}\cdot$). $\text{O}_2\cdot$ dan $\text{OH}\cdot$ tersebut nantinya akan berperan dalam mendekomposisi zat-zat warna (Rahmat, dkk., 2021). Skema dari fotokatalis ditampilkan pada Gambar 2.2.



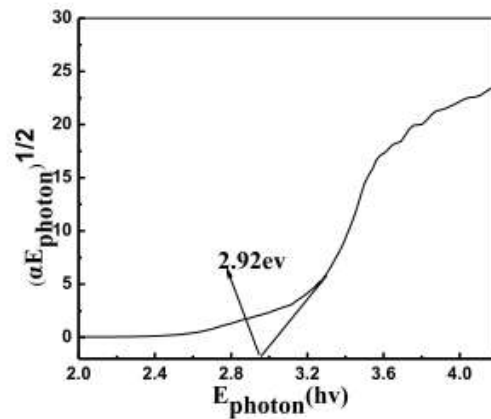
Gambar 2. 2 Skema aktivitas fotokatalis (Sutanto & Wibowo, 2015)

Material semikonduktor yang dilaporkan berpeluang sebagai material fotokatalis adalah material berstruktur perovskite seperti CaTiO_3 , CaSiO_3 , BaTiO_3 , dan SrTiO_3 serta senyawa Aurivillius seperti Bi_2WO_6 , $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, $\text{Bi}_{5-x}\text{La}_x\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ ($x = 1, 2$), $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$, dan $\text{Bi}_{6-x}\text{La}_x\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{O}_{18}$.

2.3 Senyawa Bismut Titanat sebagai Material Fotokatalis

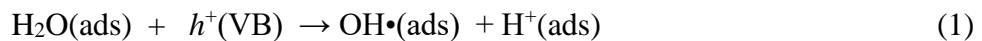
Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ banyak mendapat perhatian untuk diteliti karena kemampuan fotokatalitiknya dalam degradasi polutan (Liu, dkk., 2014; Zhang, dkk., 2009). Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilaporkan memiliki energi celah pita sebesar 2,92 eV yang plot Taucnya ditampilkan pada Gambar 2.3. Struktur pita energi pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ secara teoritis tersusun atas Ti 3d dan Bi 6p pada pita konduksi dan hibridisasi orbital O 2p dan Bi 6s pada pita valensi (Wei, dkk., 2009). Dari hasil laporan Raineri, dkk. (2013) menunjukkan bahwa senyawa ini memiliki energi celah pita berkisar antara 2,9-3,0 eV.

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilaporkan mempunyai kemampuan fotokatalitik yang baik disebabkan karena lapisan $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ dan $[\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_{12}]^{-2}$ menghasilkan medan listrik sehingga mendorong pemisahan *hole* dan *electron* (memperlambat laju rekombinan *electron-hole*) yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik (Liu, dkk., 2014; Chen, dkk., 2016).



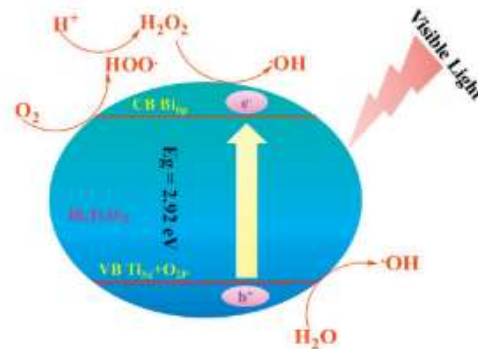
Gambar 2.3 Spektra UV-DRS senyawa Bi₄Ti₃O₁₂ (Wang, dkk., 2013)

Sebagai material fotokatalis, bismuth titanat dapat digunakan untuk mendegradasi zat warna yang mekanismenya ditunjukkan pada Gambar 2.5 yaitu, cahaya tampak yang mengenai bismut titanat akan mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dan meninggalkan *hole* pada pita valensi (h_{VB}^+). Selanjutnya (h_{VB}^+) akan bereaksi dengan air menghasilkan radikal hidroksil (OH•) yang reaksinya dituliskan pada persamaan (1):



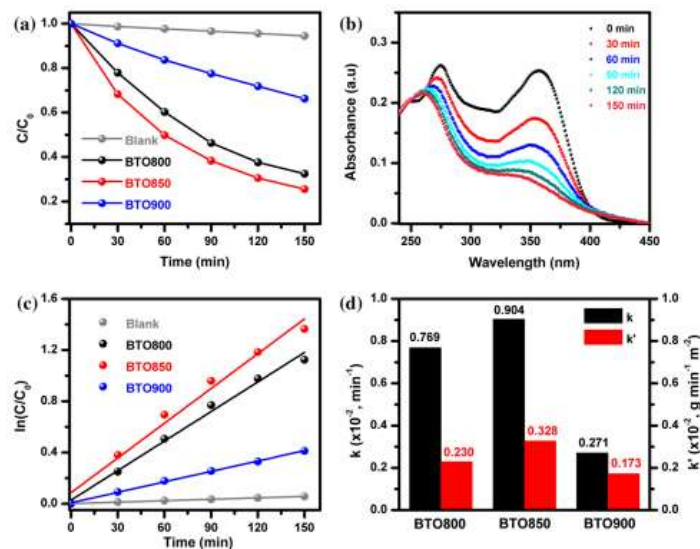
Sedangkan elektron pada pita konduksi (e_{cb}^-) akan diambil oleh oksigen untuk menghasilkan super-oksida anionik (O_2^-) yang terprotonasi membentuk radikal hidroperoksil ($\text{HOO}\cdot$). Kemudian H_2O_2 berdisosiasi membentuk radikal hidroksil yang sangat reaktif dalam degradasi zat warna, sebagaimana dituliskan oleh Ajmal, dkk. (2014) dalam persamaan di bawah ini:





Gambar 2.4 Mekanisme fotokatalisis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Wang, dkk., 2013)

Hasil laporan dari Wang, dkk. (2019) menunjukkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ mampu mendegradasi *tetracycline hydrochloride* secara berturut-turut sebesar 67,5, 75,5, dan 33,5% dengan hasil degradasi terbaik diperoleh pada produk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis dengan menggunakan suhu kalsinasi 850°C selama 6 jam yang hasil uji degradasi zat warna ditampilkan pada Gambar 2.6.

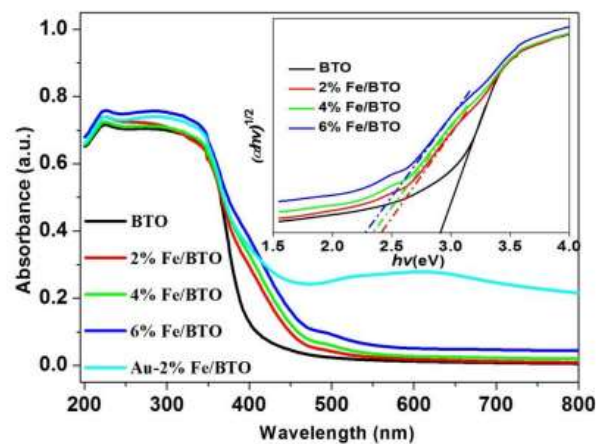


Gambar 2.5 (a) konsentrasi TC-HCl dengan waktu penyinaran yang berbeda pada BTO800, BTO850 dan BTO900, (b) spektral UV-Vis perubahan TC-HCl larutan air pada berbagai waktu penyinaran dengan BTO850, (c) plot kinetika dan d konstanta laju dari BTO800, BTO850 dan BTO900 untuk fotokatalitik degradasi TC-HCl (Wang, dkk., 2019)

2.4 Penurunan Energi Celah Pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Doping Logam Transisi

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ mempunyai energi celah pita sebesar 2,92 eV (427 nm), sehingga akan bekerja pada daerah sinar UV. Untuk memperluas maka dilakukan pendopingan untuk menurunkan energi celah pitanya. Beberapa logam transisi yang telah dimanfaatkan sebagai doping pada material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah Fe, V, dan Ta (Badge & Deshpande, 2019).

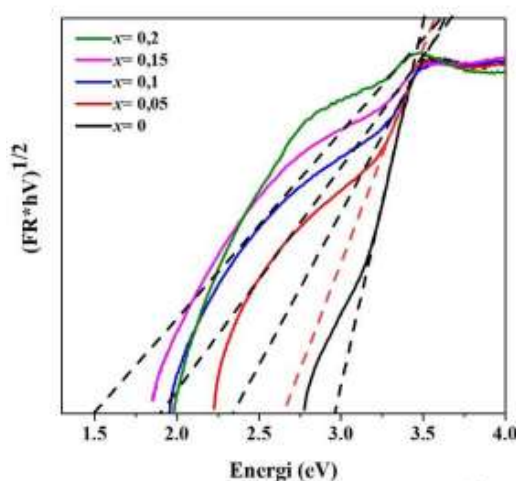
Logam Fe dilaporkan dapat digunakan sebagai dopan karena memiliki jari-jari yang hampir sama dengan Ti. Liu, dkk. (2017) mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping ion logam transisi Fe^{3+} dengan Fe ($x = 0, 2, 4,$ dan 6%) menggunakan metode lelehan garam. Garam yang digunakan adalah garam campuran NaCl-KCl dan menghasilkan penurunan celah pita dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ secara berturut-turut yaitu 2,92; 2,43; 2,36; dan 2,28 eV. Hasil pendopingan terhadap penurunan energi celah pita ditampilkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Spektra UV-Vis DRS pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe ($x = 2, 4,$ dan 6%) (Liu, dkk., 2017)

Agustina (2020) juga melakukan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping logam vanadium ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{3-x}\text{V}_x\text{O}_{12}$ ($x = 0; 0,05; 0,1; 0,15,$ dan 2)) menggunakan metode lelehan garam. Hasil sintesis menunjukkan bahwa senyawa BIT terdoping

vanadium mengalami pergeseran ke arah sinar tampak dan penurunan energi celah pita secara berturut-turut yaitu 2,91; 2,53; 2,02; 1,98; dan 1,50, sebagaimana ditampilkan pada Gambar 2.7. Penurunan energi celah pita tersebut diakibatkan terbentuknya keadaan baru pada pita konduksi logam vanadium.



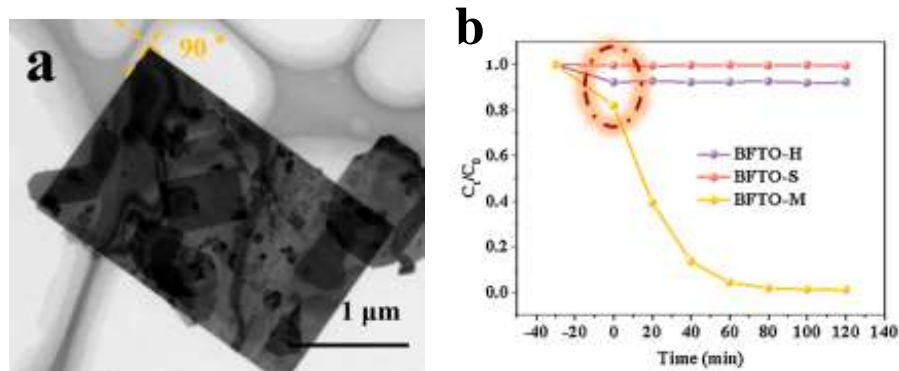
Gambar 2.7 Spektra UV-Vis DRS pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping V ($x = 0; 0,005; 0,1; 0,15, \text{ dan } 2$) (Agustina, dkk., 2020)

2.5 Pengaruh Morfologi pada Aktivitas Fotokatalis

Salah satu faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokatalis adalah morfologi partikel (He, dkk., 2018). Dilaporkan bahwa senyawa Aurivillius dengan partikel seragam, luas permukaan tinggi, dan energi celah pita rendah meningkatkan pembentukan pasangan *electron-hole* di permukaan sehingga kinerja fotokatalitik meningkat (Luo, dkk., 2021).

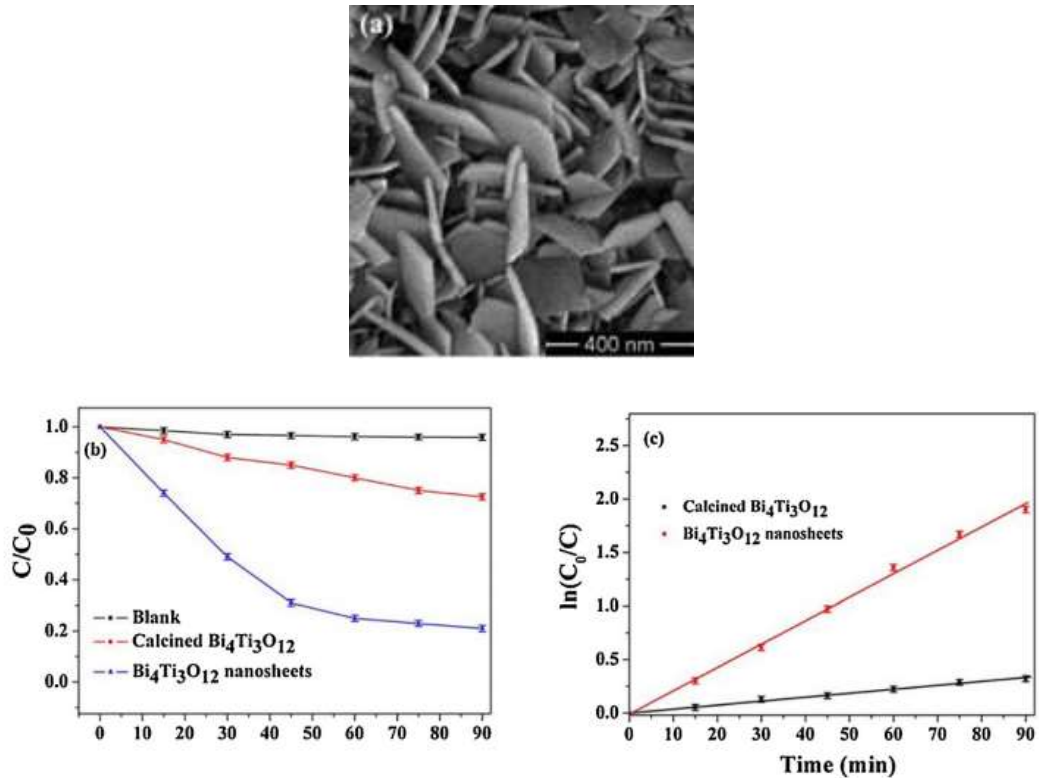
Shao, dkk. (2021) telah mensintesis senyawa $\text{Bi}_5\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$ dengan metode lelehan garam, reaksi keadaan padatan serta hidrotermal dan dilaporkan bahwa produk yang disintesis dengan metode lelehan garam mempunyai morfologi khas *nanosheet* dengan ketebalan 80 nm dan mempunyai aktifitas fotokatalis dalam mendegradasi rhodamin B yang lebih baik dibandingkan dengan produk hasil

dengan metode sintesis lainnya. Morfologi partikel dan kurva degradasi rhodamin B oleh $\text{Bi}_5\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$ dari hasil dengan metode sintesis yang berbeda ditampilkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 (a) Hasil TEM $\text{Bi}_5\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$ dengan metode lelehan garam 800°C (b) Kurva degradasi fotokatalitik RhB dengan katalis berbeda (Shao, dkk., 2021)

Chen, dkk. (2016) mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode hidrotermal. Hasil sintesis menunjukkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki morfologi khas *nanosheet* dengan panjang sisi 100-250 nm. Morfologi khas *nanosheet* mampu mendegradasi RhB lebih baik karena memiliki bentuk partikel yang unik, luas permukaan dengan spesifitas tinggi, dan ukuran partikel kecil sehingga lebih efisien untuk mendelokalikasi pembawa muatan dan efektif untuk menekan tingkat rekombinasi pasangan *electron-hole*. Morfologi *nanosheet* senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, grafik degradasi rhodamin B dan fotokatalitik ditampilkan pada Gambar 2.9.

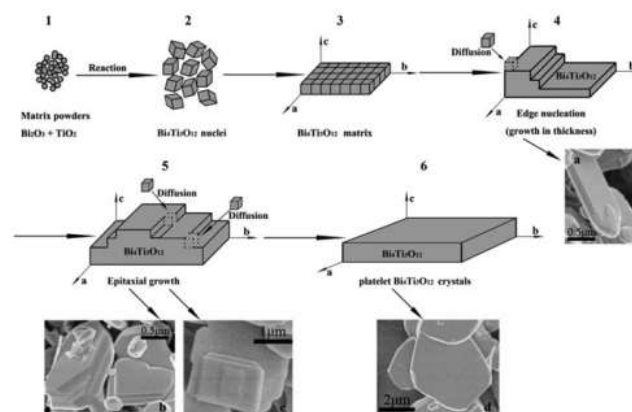


Gambar 2.9 (a) SEM mikrograf $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode hidrotermal pada suhu 160°C , (b) grafik efisiensi fotodegradasi pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, dan (c) kurva degradasi fotokatalitik RhB pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ *nanosheet* dan bubuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dikalsinasi (Chen, dkk., 2016)

2.6 Metode Lelehan Garam

Metode lelehan garam merupakan metode untuk mensintesis bahan dengan melibatkan lelehan garam sebagai media reaksi. Penggunaan lelehan garam sebagai media reaksi dapat meningkatkan efisiensi reaksi dan waktu yang dibutuhkan cukup singkat. Selain itu, penggunaan metode ini dapat mengatur struktur dan komposisi katalis menggunakan reaksi fase cair untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis. Keuntungan metode lelehan garam untuk sintesis bahan fotokatalitik antara lain mengetahui kristalisasi, menyesuaikan morfologi, menstabilkan atom tunggal, doping elemen, dan menyesuaikan posisi cacat (Luo, dkk., 2021).

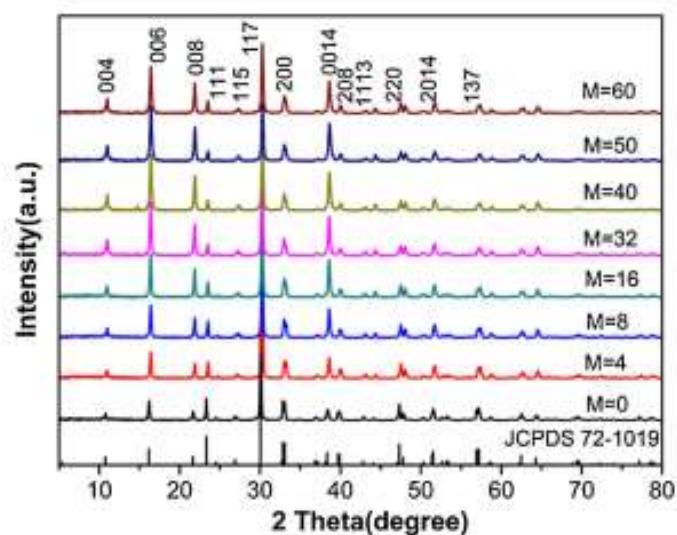
Sintesis menggunakan lelehan garam memiliki dua mekanisme utama, yaitu mekanisme *template-growth* dan *dissolution-precipitation*. Pada mekanisme *template-growth* terjadi difusi reaktan terlarut pada garam cair ke permukaan reaktan yang sedikit terlarut. Sedangkan pada mekanisme *dissolution-precipitation*, kedua reaktan larut dalam garam dan bereaksi membentuk produk (Ahda, dkk., 2013). Zhao, dkk. (2014) menyiapkan partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam dan mengatakan bahwa partikel produk dihasilkan melalui dua tahap, yaitu (1) melarutkan partikel reaktan dalam garam cair kemudian terbentuk partikel produk (tahap reaksi), (2) ketika partikel reaktan dikonsumsi, tahap pertumbuhan partikel dimulai (tahap pertumbuhan partikel). Selain itu, Zhao, dkk. (2014) juga melaporkan mekanisme pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ berbentuk *plate-like* menggunakan metode lelehan garam yang terdiri atas empat proses berurutan: (1) pelarutan reaktan, (2) transportasi reaktan, (3) nukleasi, dan (4) pertumbuhan produk. Empat proses tersebut dapat ditampilkan pada Gambar 2.10.



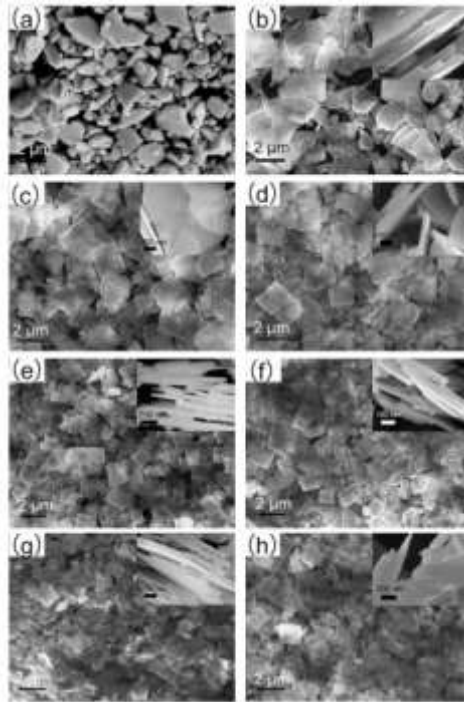
Gambar 2.10 Mekanisme pembentukan partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Zhao, dkk., 2014)

2.7 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Menggunakan Lelehan Garam

Sintesis senyawa Aurivillius dengan metode lelehan garam telah dilaporkan banyak pihak dengan menggunakan garam NaCl, KCl, Na_2SO_4 , K_2SO_4 atau berupa campurannya seperti NaCl-KCl, Na_2SO_4 - K_2SO_4 (Moure, 2018). He, dkk. (2014) telah mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan garam campuran NaCl-KCl dengan jumlah garam ($M= 0; 4; 8; 16; 32; 40; 50; 60$) pada suhu 800°C selama dua jam. Difraktogram senyawa produk ditampilkan pada Gambar 2.11 yang menunjukkan telah diperoleh senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang memilih struktur kristal *orthorombik* dengan grup ruang Aba_2 . Hasil difraktogram juga menunjukkan tidak ditemukan pengotor pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan sesuai dengan standar. Hasil karakterisasi dengan menggunakan SEM menunjukkan bahwa partikel yang diperoleh mempunyai morfologi khas *plate-like*.

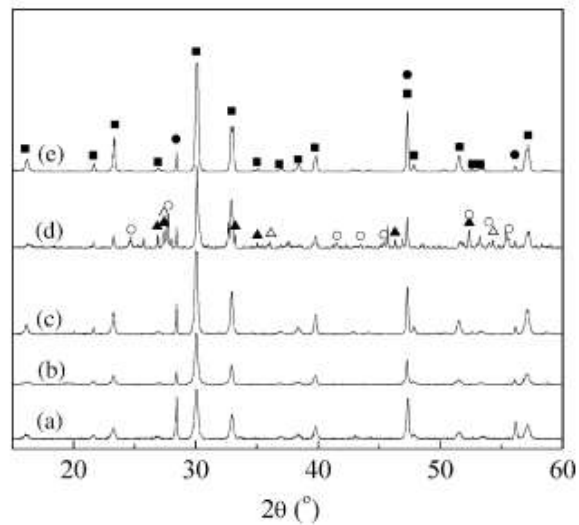


Gambar 2.11 Pola XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($M = 0; 4; 8; 16; 32; 40; 50; 60$) dengan garam campuran NaCl-KCl pada suhu 800°C selama 2 jam (He, dkk., 2014)

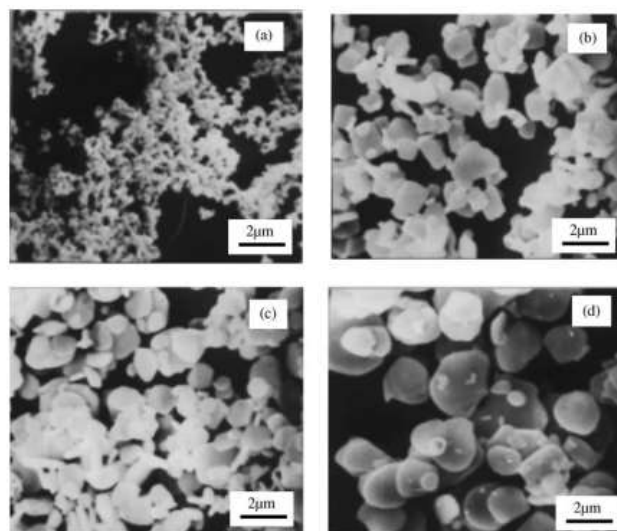


Gambar 2.12 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (a) *solid-state* dan metode lelehan garam pada suhu 800°C dengan rasio mol garam:senyawa (b) 4 (c) 8 (d) 16 (e) 32 (f) 40 (g) 50 dan (h) 60 (He, dkk., 2014)

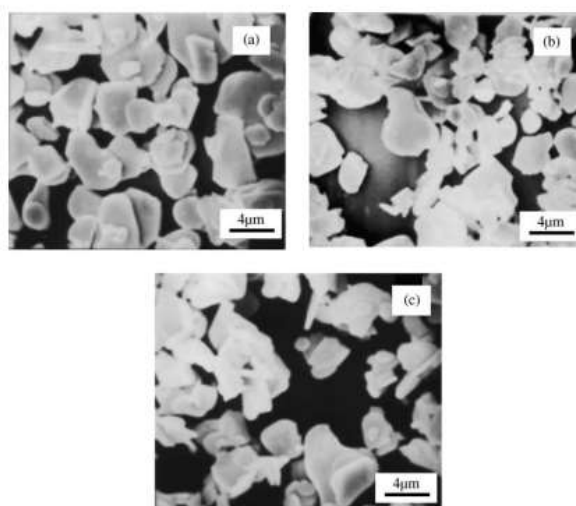
Di lain pihak, Kan, dkk. (2003) melaporkan telah mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan menggunakan metode lelehan garam dengan memanfaatkan garam campuran NaCl-KCl dan $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$. Difraktogram senyawa produk ditampilkan pada Gambar 2.13 dan menunjukkan bahwa pada 600°C telah terbentuk senyawa produk murni, sedangkan pada suhu 825 dan 1000°C terbentuk senyawa produk yang terdapat pengotor. Hasil karakterisasi dengan menggunakan SEM yang ditampilkan pada Gambar 2.14 dan 2.15. Pada Gambar 2.14 menunjukkan morfologi berbentuk *plate-like* dan seragam seiring dengan meningkatnya suhu. Sedangkan pada Gambar 2.15 menunjukkan morfologi yang seragam dan partikel berukuran lebih kecil seiring dengan meningkatnya rasio mol.



Gambar 2.13 Difraktogram XRD serbuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dipanaskan pada suhu yang berbeda dan simbol (■), (●), (○), (▲), dan (△) merepresentasikan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, standar internal Si, $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$, Bi_2O_3 dan TiO_2 , (a) serbuk A-1, 600°C , (b) A-2, 600°C , (c) prekursor $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tanpa campuran garam apapun, 600°C , (d) A-3, 825°C , dan (e) A-3, 1000°C (Kan, dkk., 2003)



Gambar 2.14 Mikrograf SEM pada serbuk A-1 dengan menggunakan fluks klorida ($M = 17:6$) pada (a) 800°C , (b) 900°C , (c) 1000°C , dan (d) 1100°C selama 0,5 jam (Kan et al., 2003)



Gambar 2.15 Mikrograf SEM pada serbuk A-2 dengan menggunakan fluks sulfat pada suhu 1000°C selama 0,5 jam dengan rasiol mol (a) $M= 7,9$ (b) $M= 15,8$,dan (c) $M= 23,7$ (Kan et al., 2003)

2.8 Manfaat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan salah anggota Aurivillius yang memiliki banyak manfaat. Salah satu peran penting dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah digunakan sebagai fotokatalis yang mampu mendegradasi limbah zat warna. Pengolahan limbah zat warna dilakukan untuk mengurangi pencemaran lingkungan seiring dengan meningkatnya produksi tekstil. Oleh karena itu, manusia sebagai makhluk Allah SWT yang sempurna memiliki tanggung jawab untuk menjaga dan memperbaiki lingkungan dari kerusakan. Mengenai hal ini Allah SWT berfirman dalam Al-Quran surat al-Qasas ayat 77:

وَأَتَّبِعْ 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 pada apa yang telah dianugerahkan Allah kepadamu (kebahagiaan) negeri akhirat, dan janganlah kamu melupakan bahagianmu dari (kenikmatan) duniawi dan berbuat baiklah (kepada orang lain) sebagaimana Allah telah berbuat baik kepadamu, dan janganlah kamu berbuat kerusakan di (muka) bumi. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan”.

Dalam Tafsir Ibnu Kasir dijelaskan mengenai larangan untuk merusak bumi karena manusia, hewan, dan lainnya merupakan makhluk hidup yang tinggal di dalamnya. Selain itu, jangan berbuat keburukan terhadap segala ciptaan Allah karena sesungguhnya Allah tidak menyukai segala bentuk kerusakan di bumi. Sehingga dalam hal ini, manusia memiliki tanggung jawab untuk menjaga dan memelihara kelestarian lingkungan hidup (Muhammad, 2022). Dijelaskan dalam tafsir al-Misbah bahwa berbuat kerusakan adalah salah satu bentuk dari melampaui batas. Allah SWT menciptakan alam raya dalam keadaan yang baik agar kebutuhan makhluk hidup terpenuhi dan memerintahkan untuk memperbaiki dan menjaganya. Sebagaimana Allah mengutus para nabi untuk memperbaiki kekacauan di dunia, sehingga merusak setelah perbaikan merupakan sesuatu yang lebih buruk (Mustakim, 2011).

Selaras dengan mencegah kerusakan lingkungan, maka harus diseimbangkan dengan menjaganya. Dalam hal ini, perintah menjaga dan melestarikan lingkungan hidup terkandung dalam akhir surah al-A'raf ayat 56:

إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ

Artinya: *“sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”*

Kata (مُحْسِنِينَ) merupakan jamak dari kata *muhsin*. Seorang *muhsin* dalam beribadah kepada Allah SWT, ia hanya melihat Allah SWT bukan dirinya sendiri. Sehingga dapat dipahami bahwa apabila seseorang peduli kepada orang lain, ia akan bertindak seakan-akan berbuat kebaikan untuk diri sendiri. Begitupun apabila seseorang tersebut peduli terhadap lingkungan, maka ia akan memiliki perhatian yang sama seperti dirinya sendiri. Ketika itu, dia bisa disebut sebagai *muhsin* (orang

yang berbuat baik) dan akan selalu dekat dengan rahmat Allah SWT (Mustakim, 2011). Sehingga implementasi dari muhsin (orang yang berbuat baik) yaitu dengan berbuat baik kepada alam yang diindikasikan dengan menjaganya. Salah satu cara sederhana untuk menjaga alam yaitu dengan tidak merusak lingkungan seperti membuang limbah sembarangan yang nanti akan merusak keseimbangan ekosistem dari perairan dan merugikan manusia itu sendiri.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan November-Desember 2022 di Laboratorium Kimia Fisik Edukasi 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 pada penelitian antara lain seperangkat alat gelas, neraca analitik, *hotplate*, spatula, mortar *agate*, tanur, instrumen XRD Rigaku Miniflex Diffractometer Japan (PT. Greenlab, Bandung), UV-Vis DRS merk Thermo Scientific tipe Evolution 220 UV-Visible Spektrometer (UIN Malang), dan SEM HITACHI FLEXSEM 1000 (ITS Surabaya).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain Bi_2O_3 (Sigma-Aldrich, 99,9% serbuk), TiO_2 (Sigma-Aldrich, 99,9% serbuk), Fe_2O_3 (Himedia, 99,9% serbuk), AgNO_3 (Merck, larutan 2,5%), aseton, NaCl (Merck 99,5%, serbuk), KCl (Merck 99,5%, serbuk), dan akuades.

3.3 Rancangan Penelitian

Adapun penelitian dilakukan dengan tiga tahap, yaitu:

a. Tahap preparasi bahan

Pada tahap ini mencakup pengadaan alat dan bahan, perhitungan dan penimbangan jumlah bahan, penggerusan *starting material*, proses homogenasi menggunakan mortar *agate* dan aseton.

b. Tahap sintesis bismuth titanat ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) terdoping Fe menggunakan metode lelehan garam

Pada tahap ini dilakukan pencampuran antara prekursor dengan garam NaCl, KCl dan campuran NaCl-KCl dengan rasio perbandingan molar prekursor: garam yaitu (1:3,5:3,5) dan (1:7:7) untuk garam campuran. Prekursor dan garam dipanaskan pada suhu 825 dan 850°C selama 6 jam. Kemudian hasil sintesis dicuci menggunakan air panas.

c. Tahap proses karakterisasi

Proses ini meliputi (1) karakterisasi dan analisa produk sintesis menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristal, (2) analisa morfologi dan komposisi produk menggunakan SEM-EDS, dan (3) UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ disintesis dengan massa target 3 gram. Komposisi prekursor ditimbang berdasarkan tabel stoikiometri yang telah ditetapkan pada Tabel 3.1. Prekursor yang telah ditimbang sesuai stoikiometri

kemudian digerus menggunakan mortar *agate* selama satu jam dengan menambahkan aseton untuk menghomogenkan campuran.

Tabel 3. 1 Massa prekursor hasil perhitungan

Target Senyawa	Massa pereaksi (gram)			Massa garam (gram)			
	Bi ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	NaCl	KCl	NaCl-KCl (1:3,5:3,5)	NaCl- KCl (1:7:7)
Bi ₄ Ti _{2,95} Fe _{0,05} O ₁₂	2,3856	0,6032	0,0102	1,0455	1,3360	1,1907	2,3814

3.4.2 Sintesis Bi₄Ti_{2,95}Fe_{0,05}O₁₂ menggunakan metode lelehan garam

Prekursor dikeluarkan dari tanur dan didinginkan pada suhu ruang. Kemudian dicampur dengan garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl-KCl dengan perbandingan prekursor dan garam masing-masing 1:3,5:3,5 dan 1:7:7. Campuran selanjutnya digerus selama 1 jam menggunakan mortar *agate* dan dimasukkan dalam krus alumina kemudian dipanaskan masing-masing pada suhu 825 dan 850°C selama 6 jam. Setelah pemanasan, sampel dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan garam dan diuji menggunakan larutan AgNO₃ untuk mengidentifikasi ada atau tidaknya garam. Sampel kemudian dikeringkan kembali pada suhu 90°C menggunakan oven.

3.4.3 Karakterisasi Sampel

3.4.3.1 Karakterisasi Sampel Produk menggunakan Difraksi Sinar-X

Karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui kristalografi dan struktur kisi kristal dari senyawa. Sampel dibuat pelet dan diletakkan pada *sample holder* dengan radiasi Cu K α ($\lambda = 1.5404 \text{ \AA}$) yang diukur pada rentang 2θ ($^{\circ}$) = 10-90 $^{\circ}$.

3.4.3.2 Karakterisasi Sampel Produk menggunakan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS untuk mengetahui komposisi dan morfologi permukaan produk. Sampel dibuat pelet dan diletakkan dalam *sample holder* dengan perbesaran 3000-20.000 kali. Hasil SEM-EDS kemudian diolah menggunakan *software* Image-J.

3.4.3.3 Karakterisasi Sampel Produk menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita dan serapan sinar dari sampel pada daerah sinar tampak. Sampel berupa bubuk yang diletakkan pada *sample holder* untuk diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang ($\lambda = 200-900$ nm).

3.4.4 Analisis Data

3.4.4.1 Analisis Data XRD

Data dari karakterisasi menggunakan XRD berupa difaktogram yang kemudian dibandingkan dengan standar *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) yang diperoleh dari aplikasi FindIt. Data XRD juga dilakukan *refinement* menggunakan *software* Retica dan Le-Bail untuk memperoleh data kristalografi.

3.4.4.2 Analisis Data SEM-EDS

Hasil karakterisasi pada SEM-EDS berupa mikrograf dan spektrum atom. Mikrograf diperoleh dengan mengolah data menggunakan *software* Image-J untuk mendapatkan sebaran ukuran partikel dan morfologi sampel.

3.4.4.3 Analisis Data UV-Vis DRS

UV-Vis DRS menghasilkan data berupa reflektansi yang selanjutnya diolah menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada Persamaan 3.1.

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

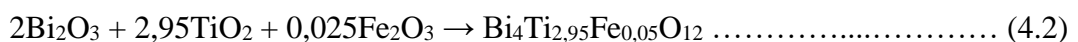
$F(R)$ merupakan faktor Kubelka-Munk, S adalah koefisien scattering, K adalah koefisien absorbs molar, dan R adalah nilai reflektan yang terukur terhadap standar. Sedangkan energy celah pita ditentukan dengan membuat plot antara energi foton ($h\nu$) sebagai sumbu x dan $(F(R).h\nu)^{1/2}$ sebagai sumbu y . Perhitungan energi foton dapat dilakukan menggunakan $h\nu = hc/\lambda$, dimana h merupakan tetapan Planck dan c adalah tetapan cahaya. Energi celah pita diperoleh pada nilai x , ketika $y = 0$ secara regresi linear pada grafik.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

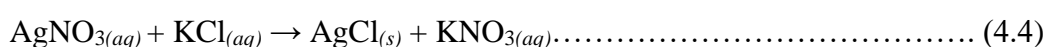
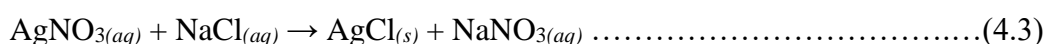
Dalam penelitian ini telah disintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam NaCl, KCl, NaCl/-KCl (1:3.5:3.5) dan NaCl/-KCl (1:7:7), pada suhu 825°C dan 850°C selama 6 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan (a) XRD untuk mengidentifikasi struktur senyawa yang terbentuk, (b) SEM-EDS untuk mengetahui morfologi partikel dan komposisi unsur hasil sintesis, dan (c) UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita hasil sintesis.

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

Sintesis senyawa BIT dilakukan dengan mereaksikan Bi_2O_3 , TiO_2 , dan Fe_2O_3 menggunakan variasi garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl/-KCl (1:1) dengan jumlah perbandingan rasio mol garam 1:3.5:3.5 dan 1:7:7. Sintesis diawali dengan menggerus prekursor dan garam selama 60 menit dengan penambahan aseton untuk meningkatkan homogenitas sampel. Sampel kemudian dikalsinasi selama 6 jam pada suhu 825°C dan 850°C untuk mereaksikan prekursor melalui lelehan garam sebagai mediumnya. Reaksi selama proses sintesis dapat dituliskan pada persamaan 4.1 dan 4.2.



Produk dicuci dengan air panas untuk melarutkan garam yang tertinggal setelah kalsinasi dan filtrat diuji menggunakan AgNO_3 sampai produk tidak mengandung ion Cl^- yang ditandai dengan filtrat tidak membentuk endapan berwarna putih keruh. Reaksi yang terjadi selama proses pencucian sampel adalah sebagai berikut:



Hasil sintesis ditandai dengan perubahan fisik berupa warna yang. Perubahan warna dari merah muda menjadi kuning mengindikasikan bahwa selama proses pemanasan, terjadi reaksi antar prekursor dalam membentuk senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$.

4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ Menggunakan XRD

Senyawa produk dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa dan struktur kristalnya. Difraktogram $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan variasi garam NaCl, KCl, campuran NaCl/-KCl (1:3,5:3,5) dan (1:7:7) ditampilkan pada Gambar 4.2. Difraktogram hasil sintesis kemudian dibandingkan dengan standar *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nomor 87808. Berdasarkan Gambar 4.2, pada garam KCl dan garam campuran NaCl-KCl (1:3,5:3,5) serta NaCl/-KCl (1:7:7) menunjukkan puncak difraksi sesuai dengan standar. Namun, pada garam NaCl ditemukan puncak baru pada 2θ ($^\circ$) = 16,83; 27,91; dan 39,06 $^\circ$ yang diidentifikasi sebagai puncak senyawa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$, Bi_2O_3 , dan TiO_2 rutil.

Kemunculan puncak baru mengindikasikan bahwa senyawa produk mengandung pengotor. Hal ini menunjukkan bahwa pengotor yang teridentifikasi pada senyawa produk dipengaruhi oleh penggunaan jenis garam.

Analisis puncak pengotor dilakukan dengan mengidentifikasi puncak-puncak tambahan dengan menggunakan: (1) standar difraktogram prekursor, dikarenakan kemunculan prekursor sebagai pengotor dimungkinkan homogenitas yang rendah sehingga tidak bisa bereaksi secara sempurna (Kan, dkk., 2003), (2) standar difraktogram produk dari reaksi-reaksi yang mungkin terjadi diantara prekursor. Berdasarkan hasil identifikasi dengan data-data difraktogram standar tersebut, maka dapat diketahui bahwa pengotor adalah senyawa Bi_2O_3 yang diidentifikasi pada $2\theta = 27,91^\circ$ dengan bidang kristal hkl (201). Hal ini menunjukkan bahwa senyawa bidang kristal pengotor yang teridentifikasi adalah bidang kristal (201), sedangkan pada bidang kristal Bi_2O_3 lain tidak dapat teridentifikasi dimungkinkan karena pertumbuhan bidang kristal yang terlalu kecil atau *overlapping* dengan puncak-puncak lain sehingga tidak terlihat.

Lelehan garam berfungsi sebagai media reaksi yang memudahkan proses difusi antar prekursor. Reaktan yang terlarut pada lelehan garam akan berdifusi ke permukaan yang kurang larut dan bereaksi membentuk fasa produk (Safaei-Naeni, dkk., 2012). Chang, dkk. (2014) melaporkan bahwa sintesis menggunakan garam KCl dihasilkan senyawa target murni, sedangkan pada garam NaCl dihasilkan puncak baru (pengotor) yang bukan senyawa target. Hal ini dikarenakan pada garam KCl kelarutan dari TiO_2 lebih tinggi jika dibandingkan dengan garam NaCl. Kelarutan juga memiliki keterkaitan yang erat pada proses nukleasi dan morfologi yang dihasilkan (Chang, dkk., 2014). Selain itu, Kan (2003) mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

pada suhu 825°C menunjukkan adanya puncak tambahan yaitu senyawa Bi_2O_3 , TiO_2 , dan $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ sebagai akibat dari homogenitas yang rendah dan reaksi pembentukan produk belum sempurna.

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe menyebabkan pergeseran puncak difraksi pada $2\theta = 30,06^\circ$. Spesifikasi nilai pergeseran puncak difraksi pada masing-masing variasi garam yaitu NaCl berada pada $2\theta = (30,36^\circ)$, KCl dan campuran NaCl/-KCl 1:3,5:3,5 ($30,13^\circ$), serta NaCl/-KCl 1:7:7 ($30,28^\circ$). Pergeseran puncak difraksi menunjukkan ke arah 2θ yang lebih besar dan mengindikasikan bahwa dopan Fe telah tersubstitusi ke dalam senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Menurut An, dkk. (2016), substitusi ditentukan oleh dua faktor yaitu, ukuran ionik radii dan keadaan ionik. Fe adalah logam transisi pada orbital $3d$ yang identik dengan Ti. Ion Fe^{2+} (0,078 nm) atau Fe^{3+} (0,064 nm) memiliki keadaan ionik yang stabil dan ukuran ionik lebih kecil daripada Bi^{3+} (0,096 nm) tetapi mirip dengan Ti^{4+} (0,068 nm). Sehingga karena kesamaan ukuran ionik tersebut, Fe lebih memilih menggantikan di situs Ti daripada Bi (An, dkk., 2016; Guo, dkk., 2017). Selain itu, dapat juga terjadi intertisi dimana adanya penekanan atau penumpukan pada Ti^{4+} oleh ion Fe^{3+} yang memiliki ukuran lebih kecil.

4.3 Refinement Data XRD $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$

Tingkat kecocokan difraktogram sampel dengan standar dianalisis dengan menggunakan *refinement* pada program Rietica dengan metode *Le Bail*. *Refinement* dilakukan menggunakan data standar ICSD $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ no.87808 pada garam KCl, campuran garam NaCl/-KCl (1:3,5:3,5), dan NaCl/-KCl (1:7:7). Untuk garam NaCl

tidak dilakukan *refinement* karena terdapat pengotor. Kualitas *refinement* dapat dilihat dari nilai R_p dan R_{wp} yaitu kurang dari 15%.

Berdasarkan nilai residu profil (R_p) dan residu profil berbobot (R_{wp}) yaitu kurang dari 20% yang menunjukkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ mempunyai kecocokan yang cukup baik dengan standar (Andrieux, dkk., 2018). Hal ini juga dikatakan oleh Raharjo (2011) bahwa nilai R_{wp} kurang dari 20% menunjukkan difraktogram sampel memiliki kecocokan cukup tinggi dengan standar.

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

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi dan unsur yang terdapat dalam senyawa. Morfologi pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ yaitu *plate-like* dan cenderung tidak beraturan dan mengalami aglomerasi seperti ditampilkan pada Gambar 4.4. Zhao, dkk. (2014) dan He, dkk. (2014) yang mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menghasilkan morfologi khas yaitu *plate-like*. Selain itu, Liu (2016) juga mensintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan doping Fe^{3+} ($x = 2; 4; \text{ dan } 6\%$) menghasilkan morfologi berbentuk *plate-like*.

Sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ menggunakan garam NaCl diperoleh partikel berukuran besar dengan rata-rata ukuran partikel yaitu 3707,32 nm, tidak teratur dan terbentuk aglomerasi. Sedangkan pada garam KCl dihasilkan senyawa produk berukuran lebih kecil yaitu 2205,87 nm dan aglomerasi rendah. Dan pada garam campuran NaCl/KCl (1:3,5:3,5) dan NaCl-KCl (1:7:7) menghasilkan ukuran relatif kecil yaitu 2262,63 dan 2248,06 nm dengan tingkat aglomerasi yang berbeda. Pada garam NaCl-KCl (1:3,5:3,5) menghasilkan tingkat aglomerasi lebih tinggi daripada garam campuran NaCl-KCl (1:7:7). Hal ini dikarenakan adanya perbedaan

komposisi garam. Apabila komposisi garam yang digunakan terlalu sedikit maka peran garam sebagai media reaksi akan berjalan kurang sempurna (Kimura, 2011).

Perbedaan ukuran partikel pada sampel hasil sintesis menggunakan variasi garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl/-KCl yaitu sebagai akibat dari nukleasi (pembentukan inti kristal) dan laju pertumbuhan inti kristal (Maulidianingtyas, dkk., 2021). Pada mekanisme lelehan garam, nukleasi bergantung pada kelarutan oksida yang bereaksi dengan garam. Dimana pada garam campuran NaCl/-KCl (titik eutetik 650°C) dan garam tunggal KCl (titik leleh 770°C) memiliki kelarutan lebih tinggi daripada garam tunggal NaCl (titik leleh 801°C). Garam dengan kelarutan lebih tinggi akan mempercepat nukleasi sehingga menghasilkan partikel berukuran kecil. Sedangkan pada garam dengan kelarutan rendah akan menghasilkan partikel berukuran besar (Li, dkk., 2012; Marella, dkk., 2021). Selain itu, Fachry, dkk. (2008) juga melaporkan bahwa semakin besar partikel, maka semakin rendah kecepatan pertumbuhannya. Spektra EDS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$, terdapat unsur-unsur yang ada dalam senyawa produk antara lain bismut, titanium, besi, dan oksigen.

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

Karakterisasi senyawa produk menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui nilai energi celah pita dan serapan sinar pada panjang gelombang daerah sinar tampak atau UV. Hasil karakterisasi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ berupa serapan sinar pada rentang 400-600.

Penggunaan dopan Fe dapat menurunkan energi celah pita. Hal ini dikarenakan terbentuknya pita konduksi baru pada logam Fe-3d yang mensubstitusi

Ti-3d (Liu, dkk., 2017). Penurunan energi celah pita ini disebabkan adanya pembentukan pita baru yang dapat menurunkan laju rekombinasi sehingga efisiensi fotokatalis menjadi meningkat. Selain itu, penurunan energi celah pita juga dikarenakan adanya dopan yang dapat membentuk oksigen valensi di bawah pita konduksi sehingga elektron yang tereksitasi dapat dengan mudah diikat (Zhang, dkk., 2011). Nilai energi celah pita didapatkan menggunakan persamaan Kubelka-Munk.

Penambahan dopan Fe menghasilkan energi celah pita lebih rendah (2,29; 2,21; 2,25, dan 2,26 eV) dibandingkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tanpa doping (2,92 eV). Pada sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ menggunakan garam KCl, campuran NaCl/-KCl (1:3,5:3,5) dan NaCl/-KCl (1:7:7) menghasilkan energi celah pita lebih rendah dibandingkan garam NaCl. Hal ini dikarenakan pada garam tunggal KCl dan campuran NaCl/-KCl memiliki ukuran partikel yang kecil sehingga meningkatkan luas permukaannya. He, dkk. (2014) melaporkan bahwa senyawa dengan ukuran partikel yang kecil dapat mengurangi waktu transfer atau waktu eksitasi elektron-hole ke permukaan dan besarnya luas permukaan mengindikasikan bahwa situs aktif fotokatalis yang bereaksi lebih banyak.

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

Sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ merupakan salah satu bentuk pembuktian bahwa segala penciptaan Allah memiliki manfaat. Oleh sebab itu, sudah sepantasnya manusia mensyukuri segala nikmat yang Allah berikan dengan cara menjaga dan memelihara alam, lingkungan dan sekitarnya. Penjagaan ini juga dapat dilakukan dengan menjaga hubungan antara Sang Pencipta, manusia, dan

alam disekitarnya. Ada tiga konsep fiqh muamalah yang mengatur hal tersebut yaitu, *muamalah ma'a Allah*, *muamalah ma'a annas*, dan *muamalah ma'a alam*.

Muamalah ma'a Allah menjelaskan hubungan antara Allah dengan manusia. Salah satunya melalui penelitian senyawa ini. Adanya penelitian ini membuktikan bahwa segala sesuatu yang Allah ciptakan pasti memiliki manfaat dan tidak ada yang sia-sia. Sebagaimana dijelaskan dalam Al-Quran surat ali-Imran ayat 191-192:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ . الَّذِينَ يَذْكُرُونَ
 اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا
 بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: “sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya siang dan malam terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka”.

Pada ayat 190-191, Allah menguraikan secuil dari penciptaan-Nya dan memberikan perintah agar memikirkannya. Menurut tafsir Al-Misbah karya Quraish Shihab (2002), ayat tersebut mengajak manusia untuk berfikir bahwa segala ciptaan Allah seperti bulan, matahari, dan bintang yang bekerja dalam sistem tata surya sudah diatur dengan sangat teliti. Adanya rotasi dan revolusi bumi juga menunjukkan tanda-tanda kekuasaan Allah bagi ulul alba, yaitu orang-orang yang memiliki akal yang murni.

Kedua adalah *muamalah ma'a annas* yaitu hubungan antara manusia dengan sesama manusia. Melalui penelitian ini, dapat memberikan informasi ke

sesama bahwa sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dapat mengurangi limbah zat warna pada lingkungan. Sebagaimana dijelaskan dalam hadits Rasulullah SAW:

خَيْرُ النَّاسِ أَنْفَعُهُمْ لِلنَّاسِ

Artinya: “*sebaik-baik manusia adalah yang paling bermanfaat bagi orang lain.*”

(HR. Ahmad, ath-Thabrani, ad-Daruqutni. Hadits ini dihasankan oleh al-Albani di dalam Shahihul Jami’ no.3289).

Menjadikan hidup bermanfaat bagi orang lain dan sekitar, maka manfaat kebaikan akan kembali ke diri kita. Sebagaimana dijelaskan dalam Al-Quran surat al-Isra’ ayat 7:

إِنْ أَحْسَنْتُمْ أَحْسَنْتُمْ لِأَنْفُسِكُمْ وَإِنْ أَسَأْتُمْ فَلَهَا

Artinya: “*Jika kamu berbuat baik (berarti) kamu berbuat baik untuk dirimu sendiri. Dan jika kamu berbuat jahat, maka (kerugian kejahatan) itu untuk dirimu sendiri.*”

Menurut Quraish Shihab dalam tafsir Al-Misbah mengatakan jika ayat tersebut merupakan penegasan bahwa amal baik ataupun buruk seseorang akan tertuju secara khusus ke diri sendiri, bukan orang lain.

Ketiga adalah muamalah ma’a alam yaitu hubungan antara manusia dengan alam. Salah satu tujuan dilakukan penelitian ini adalah untuk mengurangi limbah zat warna yang dapat merusak alam sekitar. Karena Allah SWT pun membenci kerusakan, sebagaimana dijelaskan dalam Al-Quran surat al-A’raf ayat 56:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ

Artinya: “*Janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi setelah diatur dengan baik. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap.*”

Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat dengan orang-orang yang berbuat baik."

Menurut Tafsir Ibnu Kasir dijelaskan bahwa ayat tersebut merupakan larangan Allah untuk berbuat kerusakan di bumi dan membahayakan kelestariannya. Karena apabila segala sesuatu tidak berjalan sesuai dengan kelestariannya, maka akan membahayakan semua hamba Allah SWT (Zaini, 2018).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian disimpulkan bahwa sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam dengan variasi garam NaCl, KCl, dan campuran NaCl/-KCl (1:3,5:3,5) dan (1:7:7) telah berhasil disintesis, dan tidak ditemukan pengotor pada garam KCl dan garam campuran NaCl/-KCl, namun ditemukan pengotor pada garam NaCl. Bentuk morfologi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ adalah *plate-like* dengan ukuran partikel rata-rata pada variasi garam KCl (2205,87 nm), campuran NaCl/-KCl (1:3,5:3,5) (2262,63 nm), dan NaCl/-KCl (1:7:7) (2248,06 nm) yaitu lebih kecil yaitu dibandingkan ukuran partikel dengan menggunakan garam NaCl (3707,32 nm) sehingga dapat menurunkan energi celah pita dari 2,92 eV menjadi 2,29; 2,21; 2,25, dan 2,26 eV.

5.2 Saran

Perlu dilakukan uji aktivitas fotokatalis untuk mengetahui pengaruh aktivitas fotokatalis dalam mendegradasi limbah zat warna.

DAFTAR PUSTAKA

- 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), 19–24.
- Ahda, S., Mardiyanto, & Mahyudin, A. (2013). .Aplikasi Metode Molten Salt untuk Sintesis Bahan Piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$. *J Sci Mater Ina*, 4(14), 284 – 289.
- Ajmal, A., Majeed, I., Malik, R. N., Idriss, H., & Nadeem, M. A. (2014). Principles and Mechanisms of Photocatalytic Dye Degradation on TiO_2 based Photocatalysts: A comparative overview. *RSC Advances*, 4(70), 37003–37026.
- 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.
- An, H., Han, J. Y., Kim, B., Song, J., Jeong, S. Y., Franchini, C., Bark, C. W., & Lee, S. (2016). Large Enhancement of The Photovoltaic Effect in Ferroelectric Complex Oxides Through Bandgap Reduction. *Scientific Reports*, 6(June), 1–7.
- Andrieux, J., Gardiola, B., & Dezellus, O. (2018). Synthesis of Ti Matrix Composites Reinforced with TiC Particles: in situ Synchrotron X-ray Diffraction and Modeling. *Journal of Materials Science*, 53(13), 9533–9544.
- A. Rasyidi Fachry, Juliyadi Tumanggor, N. P. E. Y. L. (2008). Pengaruh Waktu Kristalisasi dengan Proses Pendinginan Terhadap Pertumbuhan Kristal Amonium Sulfat dari Larutannya. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya. *Jurnal Teknik Kimia*, 15(April), 9–16.
- Atkins, P. W., dan de Paula, J. 2010. *Physical Chemistry Ninth Edition*. W. H Freeman and Company, Oxford, 877.
- Badge, S. K., & Deshpande, A. V. (2019). Effect of Vanadium Doping on Structural, Dielectric and Ferroelectric Properties of Bismuth Titanate ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) ceramics. *Ceramics International*, 45(12), 15307–15313.
- Chang, Y., Wu, J., Yang, B., Zhang, S., Lv, T., & Cao, W. (2014). Synthesis and properties of high aspect ratio $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ microplatelets. *Materials Letters*, 129, 126–129.
- Chen, Z., Jiang, 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.
- Dea Marella, S., Aini, N., Hardian, A., Suendo, V., & Prasetyo, A. (2021). The Effect of Temperature Synthesis on the Plate-Like Particle of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Obtained by Single Molten NaCl Salt. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*, 10(1), 64–71.

- Fauriani, R., Aritonang, A. B., & Harlia. (2019). Sintesis dan Karakterisasi TiO_2/Ti Terdoping Fe (III). *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 8(2), 73–81.
- Guo, Q., Wang, Q., Chen, G., Shen, M., & Li, B. (2017). Molten Salt Synthesis of Different Ionic Radii Metallic Compounds Doped Lithium Titanate Used in Ion Battery Anodes. *Materials Transactions*, 58(3), 383–389.
- He, H., Yin, J., Li, Y., Zhang, Y., Qiu, H., Xu, J., Xu, T., & Wang, C. (2014). Size Controllable Synthesis of Single-Crystal Ferroelectric $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheet Dominated with {001} Facets Toward Enhanced Visible-Light-Driven Photocatalytic Activities. *Applied Catalysis B: Environmental*, 156–157, 35–43.
- Huang, Y., Mi, L., Qin, J., Bi, S., & Seo, H. J. (2019). Synthesis, Optical, and Magnetic Properties of Six-layered Aurivillius Bismuth Ferrititanate. *Journal of the American Ceramic Society*, 102(6), 3555–3566.
- Ji, X., Wang, Q., Lu, J. F., & Zhang, D. (2020). Optical and Photochemical Characteristics of Aurivillius-like Semiconductor $\text{Bi}_9\text{P}_2\text{O}_{18}\text{Cl}$ Synthesized via Sol–Gel-Assisted Solid-State Reaction. *Ceramics International*, 46(16), 25766–25774.
- Jiang, D., Zhou, Z., Liang, R., & Dong, X. (2021). Highly orientated $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ piezoceramics prepared by pressureless sintering. *Journal of the European Ceramic Society*, 41(2), 1244–1250.
- Kan, Y., Jin, X., Wang, P., Li, Y., Cheng, Y. B., & 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.
- 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, Z., Wang, J., Chen, J., Liu, L., Yang, X., Chen, T., Chen, Z., Yang, M., Yan, W., Fu, Z., Liu, M., & Lu, Y. (2019). Realizing nitrogen doping in $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ via Low Temperature Synthesis and Its Enhanced Photocatalytic Performance. *Journal of Alloys and Compounds*, 806, 492–499.
- Liu, R., Zhan, Y., Liu, L., Liu, Y., & Tu, D. (2020). Morphology Analysis and Luminescence Properties of $\text{YVO}_4:\text{Sm}^{3+},\text{Eu}^{3+}$ Prepared by Molten Salt Synthesis. *Optical Materials*, 100(October 2019), 109633.
- Liu, Y., Zhu, G., Gao, J., Hojamberdiev, M., Zhu, R., Wei, X., Guo, Q., & Liu, P. (2017). 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.
- Luo, L., Wang, S., Wang, H., Tian, C., & Jiang, B. (2021). Molten-Salt Technology Application for the Synthesis of Photocatalytic Materials. *Energy Technology*, 9(2), 1–14.

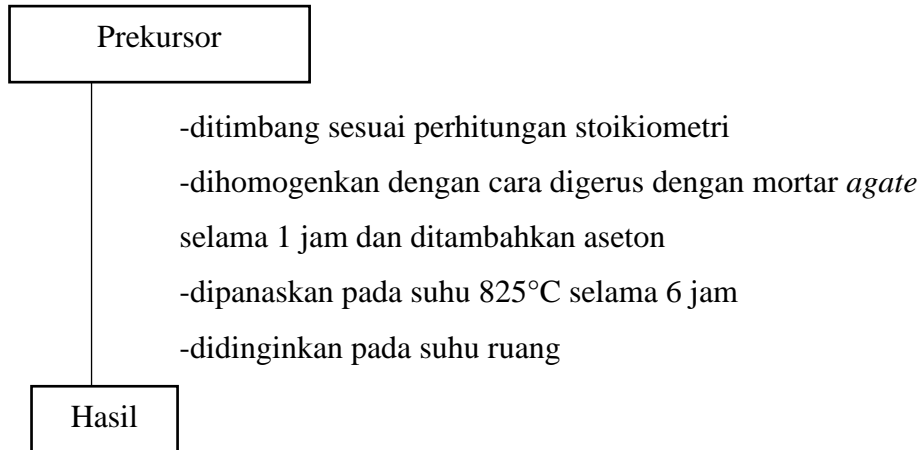
- Maulidianingtiyas, H., Prasetyo, A. D., Haikal, F., Cahyo, I. N., Istighfarini, V. N., & Prasetyo, A. (2021). Pengaruh Penggantian Kation-A/Sr oleh Ba pada Morfologi Partikel $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$ ($x = 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8$) Hasil Sintesis dengan Metode Lelehan Garam. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 17(2), 211.
- Moure, A. (2018). Review and perspectives of Aurivillius Structures as a Lead-Free Piezoelectric System. *Applied Sciences (Switzerland)*, 8(1).
- Muhammad, A. (2022). Urgensi Pelestarian Lingkungan Hidup Dalam Al-Qur'an. *Jurnal Pillar : Jurnal Kajian Islam Kontemporer*, 13(1), 67–87.
- Muhammad Rizal dan Ismunandar. (2007). Sintesis dengan Metode Hidrotermal dan Karakterisasi Senyawa Berstruktur Aurivillius $Bi_4Ti_3O_{12}$. *Jurnal Matematika Dan Sains*, 12(1), 44–48.
- Mustakim. (2011). *Pendidikan Lingkungan Hidup dan Implementasinya dalam Pendidikan Islam (Analisis Surat Al-A'raf Ayat 56-58 Tafsir Al Misbah*.
- Nurhayati, A., Ummah, Z. I. U., & Shobron, S. (2018). Kerusakan Alam dalam al-Quran. *Suhuf*, 30(2), 194–220.
- Pirgholi-Givi, G., Azizian-Kalandaragh, Y., & Farazin, J. (2021). Comparison of The Photocatalytic Activity of Perovskite Structures: Bismuth, Barium, and Zinc Titanate Nanostructures for Photodegradation of Methylene Blue from Water. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 408(September 2020), 113104.
- Porob, D. G., & Maggard, P. A. (2006). Synthesis of textured $Bi_5Ti_3FeO_{15}$ and $LaBi_4Ti_3FeO_{15}$ ferroelectric layered Aurivillius phases by molten-salt flux methods. *Materials Research Bulletin*, 41(8), 1513–1519.
- Rahma, C. (2018). Efek Doping terhadap Aktivitas Fotokatalis $Na_2Ti_6O_{13}$ dalam Mendegradasi Limbah Cair. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian Pada Masyarakat*, 2, 3–7.
- Ranieri, M. G. A., Aguiar, E. C., Cilense, M., Simões, A. Z., & Varela, J. A. (2013). Syntheses of Bismuth Titanate Templates Obtained by The Molten Salt Method. *Ceramics International*, 39(7), 7291–7296.
- Sato, N., Haruta, M., Sasagawa, K., Ohta, J., & Jongprateep, O. (2019). Fe and Co-doped (Ba, Ca)TiO₃ Perovskite as Potential Electrocatalysts for Glutamate Sensing. *Engineering Journal*, 23(6), 265–278.
- Safaei-Naeini, Y., Aminzare, M., & Golestani-Fard, F. (2012). The effects of temperature and different precursors in the synthesis of nano spinel in KCl molten salt. *Ceramics International*, 38(1), 841–845.
- Shao, L., Yang, Z., Li, S., Xia, X., & Liu, Y. (2021). Molten-salt Growth of $Bi_5FeTi_3O_{15}$ -based Composite to Dramatically Boost Photocatalytic Performance. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 415(December 2020), 113306.

- Sofia, W. N. (2021). Interpretasi Imam Al-Maraghi dan Ibnu Katsir Terhadap Qs. Ali Imran Ayat 190-191. *Tafkir: Interdisciplinary Journal of Islamic Education*, 2(1), 41–57.
- Sutanto, H., & Wibowo, S. (2015). Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania : Sintesis , Deposisi dan Aplikasi. In *Eprints.Undip.Ac.Id*.
- Syuhad, I., & Rosyidah, A. (2014). Sintesis dan Karakterisasi Aurivillius $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$ dan $\text{Bi}_3\text{TiTaO}_9$. *Jurnal Sains dan Seni Pomits Vol.*, 3(2), 1–4.
- Ta, C., Cabi, O. D. A. N., Utomo, W. P., Rosyidah, A., & Si, M. (2011). *Sintesis Dan Karakterisasi Fasa Aurivillius Lapis Dua*.
- Tang, Q. Y., Kan, Y. M., Wang, P. L., Li, Y. G., & Zhang, G. J. (2007). Nd/V Co-doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ powder prepared by molten salt synthesis. *Journal of the American Ceramic Society*, 90(10), 3353–3356.
- Wang, J., Liu, W., Zhong, D., Ma, Y., Ma, Q., Wang, Z., & Pan, J. (2019). Fabrication of Bismuth Titanate Nanosheets with Tunable Crystal Facets for Photocatalytic Degradation of Antibiotic. *Journal of Materials Science*, 54(21), 13740–13752.
- Wang, L., Ma, W., Fang, Y., Zhang, Y., Jia, M., Li, R., & Huang, Y. (2013). $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Synthesized by High Temperature Solid Phase Method and its Visible Catalytic Activity. *Procedia Environmental Sciences*, 18, 547–558.
- Wibowo, G. R., Emriadi, E., & Zulhadjri, Z. (2019). Sintesis Senyawa Aurivillius Lapis Empat $\text{PbBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dan $\text{PbBi}_3\text{NdTi}_4\text{O}_{15}$ dengan Metode Lelehan Campuran Garam NaCl-KCl dan Karakterisasi Struktur. *Jurnal Riset Kimia*, 10(2), 85–92.
- Zaini, M. (2018). Alam Semesta Menurut Al-Qur'an. *TAFSE: Journal of Qur'anic Studies*, 2(1), 30.
- Zhang, Z., Wang, W., Gao, E., Shang, M., & Xu, J. (2011). Enhanced Photocatalytic Activity of Bi_2WO_6 with Oxygen Vacancies by Zirconium Doping. *Journal of Hazardous Materials*, 196, 255–262.
- Zhang, H., Liang, Y., Zhu, Y., Liu, S., Li, K., Yang, J., & Lei, W. (2018). Tuning Photoluminescence in Layered Pr Doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Nanosheets via Molten Salt Process. *Journal of Alloys and Compounds*, 767, 1030–1040.
- Zhao, Z., Li, X., Ji, H., & Deng, M. (2014). Formation Mechanism of Plate-like $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Particles in Molten Salt Fluxes. *Integrated Ferroelectrics*, 154(1), 154–158.
- Zulhadjri, Z., Syawali, R. P., Rahmayeni, R., Misfadhila, S., & Arief, S. (2015). Senyawa Aurivillius $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{NdTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$: Sintesis, Struktur, dan Sifat Dielektrik. *Prosiding SEMIRATA 2015 Bidang MIPA BKS-PTN Barat Universitas Tanjungpura, Pontianak*, 248–257.

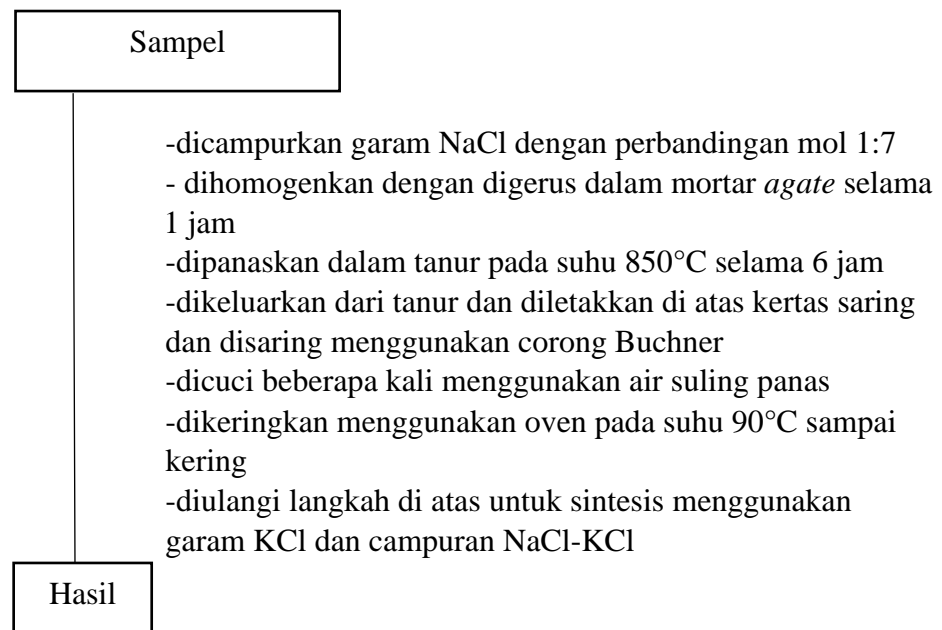
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

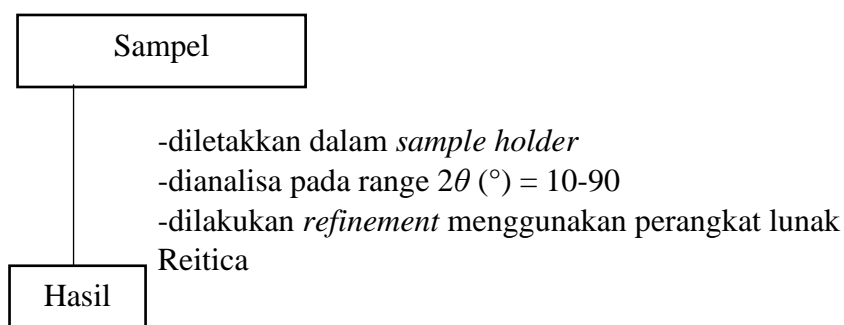
L.1.1 Preparasi Bahan dan Pemanasan Awal



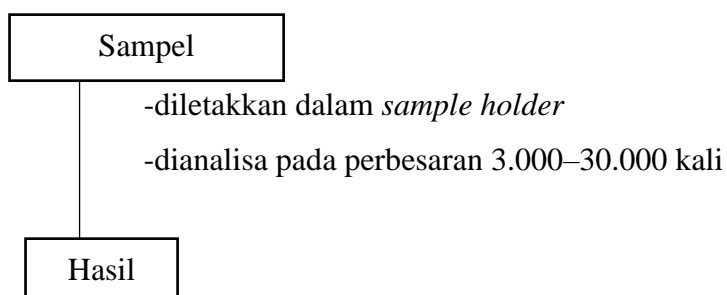
L.1.2 Sintesis ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$) dengan Metode Lelehan Garam



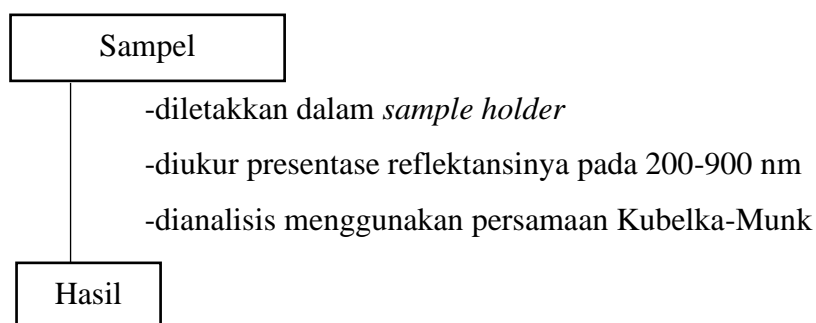
L.1.3 Karakterisasi dan Analisis ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$) menggunakan Instrumen XRD



L.1.4 Karakterisasi dan Analisis ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$) menggunakan Instrumen SEM-EDS



L.1.5 Karakterisasi dan Analisis ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$) menggunakan Instrumen UV-Vis DRS



Lampiran 2. Perhitungan

Perhitungan $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$ dengan variasi garam menggunakan NaCl dan KCl.

Diketahui:

- Target massa produk adalah 3 gram
- Perbandingan mol prekursor $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$: NaCl : KCl: NaCl-KCl adalah 1:7

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

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

$$\text{Mr Fe}_2\text{O}_3 = 159,692 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr NaCl} = 58,34 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr KCl} = 74,55 \text{ g/mol}$$

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

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

$$\text{Ar Fe} = 55,847 \text{ g/mol}$$

Ditanya:

Massa dari masing-masing prekursor.....?

Dijawab:

$$\begin{aligned} \text{Mol Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12} &= \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{\text{Massa Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}} \\ &= \frac{3 \text{ gram}}{1171,94 \text{ g/mol}} \\ &= 0,00256 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Bi}_2\text{O}_3 &= \frac{(\text{Ar Bi} \times 4)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Bi}_2\text{O}_3}{\text{Ar Bi} \times 2} \times \text{massa target} \\ &= \frac{835,92 \text{ g/mol}}{1171,94 \text{ g/mol}} \times \frac{456,96 \text{ g/mol}}{417,96 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram} \\ &= 2,3856 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Massa TiO}_2 = \frac{(\text{Ar Ti} \times 0,95)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{massa target}$$

$$= \frac{141,22 \text{ g/mol}}{1171,94 \text{ g/mol}} \times \frac{79,9 \text{ g/mol}}{47,87 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 0,6032 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Fe}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{Ar Fe} \times 0,05)}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}} \times \frac{\text{Mr Fe}_2\text{O}_3}{\text{Ar Fe} \times 2} \times \text{massa target}$$

$$= \frac{2,7925 \text{ g/mol}}{1171,94 \text{ g/mol}} \times \frac{159,69 \text{ g/mol}}{111,7 \text{ g/mol}} \times 3 \text{ gram}$$

$$= 0,0102 \text{ gram}$$

(a) Perbandingan Mol Garam 1:7:7

$$\text{Mol NaCl} = 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$$

$$= 7 \times 0,00256 \text{ mol}$$

$$= 0,01792 \text{ mol}$$

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

$$= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,01792 \text{ mol}$$

$$= 1,0455 \text{ gram}$$

$$\text{Mol KCl} = 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$$

$$= 7 \times 0,00256 \text{ mol}$$

$$= 0,01792 \text{ mol}$$

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

$$= 74,546 \text{ g/mol} \times 0,01792 \text{ mol}$$

$$= 1,3360 \text{ gram}$$

(b) Perbandingan Mol Garam 1:3,5:3,5

$$\text{Mol NaCl} = 3,5 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12}$$

$$= 3,5 \times 0,00256$$

$$= 0,00896$$

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

$$= 58,34 \text{ g/mol} \times 0,00896$$

$$= 0,5227 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol KCl} &= 3,5 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{0,95}\text{Fe}_{0,05}\text{O}_{12} \\ &= 3,5 \times 0,00256 \\ &= 0,00896\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa KCl} &= M_r \times \text{mol KCl} \\ &= 74,546 \text{ g/mol} \times 0,00896 \\ &= 0,6679 \text{ gram}\end{aligned}$$