

**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ MENGGUNAKAN METODE
LELEHAN GARAM DENGAN GARAM NaCl, KCl DAN NaCl-KCl**

SKRIPSI

Oleh :

**DIAJENG NADIA MUSLIMAH PUTRI A.
NIM. 18630065**



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

**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ MENGGUNAKAN METODE
LELEHAN GARAM DENGAN GARAM NaCl, KCl DAN NaCl-KCl**

SKRIPSI

Oleh :

**DIAJENG NADIA MUSLIMAH PUTRI A.
NIM. 18630065**

**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**

HALAMAN PERSETUJUAN

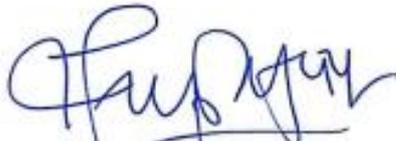
**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ MENGGUNAKAN METODE
LELEHAN GARAM DENGAN GARAM NaCl , KCl DAN NaCl-KCl**

SKRIPSI

Oleh :
DIAJENG NADIA MUSLIMAH PUTRI A.
NIM. 18630065

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal :

Pembimbing I


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

Pembimbing II


Achmad Nasichudin, MA
NIP. 19730705 200003 1 002

Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia

Rachmayati Nurrahmah, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

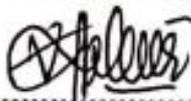
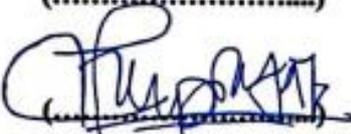

HALAMAN PENGESAHAN

**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ MENGGUNAKAN METODE
LELEHAN GARAM DENGAN GARAM NaCl , KCl DAN NaCl-KCl**

SKRIPSI

Oleh :
DIAJENG NADIA MUSLIMAH PUTRI A.
NIM. 18630065

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

Penguji Utama	: Diana Candra Dewi, M. Si NIP. 19770720 200312 2 001	()
Ketua Penguji	: Nur Aini, M. Si NIP. 19840608 201903 2 009	()
Sekretaris Penguji	: Dr. Anton Prasetyo, M. Si NIP 19770925 200604 1 033	()
Anggota Penguji	: Achmad Nasichudin, M.A NIP. 19730705 200003 1 002	()

Mengetahui,
Ketua Program Studi

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

PERNYATAAN ORISINALITAS TULISAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Diajeng Nadia Muslimah Putri Armanjaya
NIM : 18630065
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ Menggunakan Metode
Lelehan Garam Dengan Garam NaCl, KCl dan NaCl-KCl

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

Malang, Juni 2023
Yang membuat pernyataan,



Diajeng Nadia M.P.A.
NIM.18630065

HALAMAN PERSEMBAHAN

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

Dengan ini, saya persembahkan karya ini untuk kedua orang tua yaitu Bapak Nikko Dwi Nanda Armanjaya dan Ibu Rachmadiana Sari yang senantiasa selalu mendukung dan mendoakan saya dalam setiap langkah saya. Tanpa dukungan dan doa dari kedua orang tua, saya belum tentu setegar ini dalam menyelesaikan proses skripsi. Saya persembahkan juga untuk kedua adik saya yaitu Afifah Dzatil Athiyah dan Annisa Aqila Azzahra yang menjadi salah satu motivasi saya untuk segera lulus dan menyelesaikan skripsi ini. Terakhir, saya persembahkan untuk diri saya sendiri yang mampu bertahan hingga sejauh ini dan tidak memilih untuk menyerah namun selalu berjuang untuk gelar S.Si di akhir nama.

Kemudian ucapan terimakasih tak terhingga kepada mama, papa dan adik-adik yang senantiasa mendukung, mendoakan dan menghibur saya selama proses penyelesaian skripsi. Terimakasih kepada diri sendiri karena telah berjuang mati-matian dan tidak menyerah untuk penyelesaian skripsi ini. Terimakasih banyak kepada dosen pembimbing saya, Dr. Anton Prasetyo, M.Si yang senantiasa membimbing dengan sabar dan tulus dalam penyelesaian skripsi. Terimakasih banyak kepada dosen pembimbing agama saya, Achmad Nasichudin, M.A. yang

senantiasa sabar dalam membimbing saya untuk menyelesaikan dan memperbaiki skripsi ini agar menjadi karya yang lebih baik lagi. Terimakasih kepada seluruh dosen Program Studi Kimia terutama ibu Diana Candra Dewi dan ibu Nur Aini selaku dosen penguji saya karena telah turut memberikan ilmu dan saran yang membangun sehingga karya ini menjadi lebih baik. Terimakasih kepada bu Rachma selaku Ketua Program Studi Kimia karena telah membantu melancarkan proses penyelesaian karya saya. Terimakasih kepada seluruh staf Program Studi Kimia yaitu Mbak Susilowati, Pak Royyan, Mbak Rusi dan lainnya yang turut membantu saya dalam penyelesaian skripsi ini.

Terimakasih saya ucapkan kepada Ida Irma karena berkat dirinyalah saya bisa melakukan seminar proposal hingga tahap ini. Terimakasih kepada Venera, Ana, Ainur, Umik Pipin dan Mbak Pupu yang senantiasa mendukung, menghibur dan menemani dalam proses penyelesaian skripsi ini. Terimakasih kepada mas Teguh yang turut membantu, mendukung dan menemani sehingga skripsi ini menjadi karya yang lebih baik dan rapi. Terimakasih kepada kawan sepermbimbingan “Photokatalis” yaitu Mpit, Efril, Fitria, Kanty, Mbak Nurul dan Ulvi yang selalu mendukung, memberikan semangat dan saling bertukar pikiran dalam proses penyelesaian skripsi ini. Terimakasih kepada Trisna dan Savira yang turut andil dalam perbaikan karya ini. Terimakasih kepada Pani, mbak Ucha dan mbak Anin yang turut mendukung saya dalam penyelesaian skripsi ini. Terimakasih kepada teman-teman Kimia kelas B yang senantiasa mendukung saya dalam penyelesaian skripsi ini.

MOTTO

“Spreads love, not hate”

“Dalam hidup, jika ada kesempatan maka cobalah.. dan tidak usah terlalu terpaku kepada hasil, yang penting adalah prosesnya. Kalau gagal, ga masalah karena masih ada hari esok untuk mencoba. Jangan pernah berhenti mencoba, itu yang terpenting”

(Mamaku, Rachmadiana Sari)

KATA PENGANTAR

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

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

8. Teman-teman Program Studi Kimia dan seluruh pihak yang ikut membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

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

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
LEMBAR PENGESAHAN	Error! Bookmark not defined.
MOTTO	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR PERSAMAAN.....	xvi
ABSTRAK	xvii
ABSTRACT	xviii
مستخلص البحث.....	xix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan.....	7
1.4 Batasan Masalah.....	7
1.5 Manfaat Penelitian.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	8
2.1 Sifat Fotokatalis.....	8
2.2 Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	9
2.3 Metode Lelehan Garam	16
2.4 Sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam	19
2.5 Pengaruh Jenis Garam pada Morfologi Partikel	23
2.6 Kemanfaatan Ciptaan Allah dalam Al-Qur'an	26
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	28
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan	28
3.2.1 Alat	28
3.2.2 Bahan.....	28
3.3 Tahapan Penelitian	28
3.4 Prosedur Kerja	29
3.4.1 Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	29
3.4.2 Karakterisasi Hasil dengan Teknik Difraksi Sinar-X	30
3.4.3 Karakterisasi Hasil dengan SEM-EDS.....	30
3.4.4 Karakterisasi Hasil dengan UV-Vis DRS	30
3.4.5 Analisis Data	30

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1. Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam	32
4.2. Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ Menggunakan XRD.....	33
4.3. Karakterisasi menggunakan SEM-EDS	34
4.4. Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS	36
4.5. Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam Perspektif Islam	38
BAB V PENUTUP.....	40
5.1. Kesimpulan.....	40
5.2. Saran.....	40
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN.....	44

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Alir.....	44
Lampiran 2	Perhitungan.....	46
Lampiran 3	Data UV-Vis DRS Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Mekanisme Fotokatalis.....	9
Gambar 2.2	Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	11
Gambar 2.3	(a) Penyerapan Rhodamine- <i>B</i> dibawah radiasi sinar tampak (b) Fotodegradasi Rhodamine B dengan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ <i>nanosheets</i> dan kalsinasi.....	13
Gambar 2.4	Pita Valensi dan Pita Konduksi dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	14
Gambar 2.5	Difraktogram senyawa $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$	14
Gambar 2.6	Hasil difraktogram (a) $\text{SrBi}_2\text{Nb}_{2-x}\text{Cr}_x\text{O}_9$ untuk $x = 0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8$ dan 1 berurut dari bawah ke atas, dan (b) $\text{SrBi}_2\text{Nb}_{2-x}\text{Mo}_x\text{O}_9$ untuk $x = 0, 0,1, 0,2, 0,3$ dan 0,4 berurutan dari bawah ke atas.....	16
Gambar 2.7	Mekanisme metode lelehan garam	17
Gambar 2.8	Hasil Karakterisasi SEM senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}:\text{Pr}^{3+}$ yang disintering pada suhu berbeda selama 4 jam: (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950°C.....	18
Gambar 2.9	Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium	19
Gambar 2.10	Hasil mikrograf SEM senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium (a) $x= 0$, (b) $x= 0,05$, (c) $x= 0,1$, (d) $x= 0,15$	20
Gambar 2.11	Hasil karakterisasi XRD senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintering pada suhu berbeda selama 2 jam: (a) 850, (b) 900 dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C, (c) 950 dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C, dan (d) 950°C dan pendinginan pada 0,8°C per menit ke 850°C.....	21
Gambar 2.12	Hasil karakterisasi SEM senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintering pada suhu berbeda selama 2 jam: (a) 850°C, (b) 900°C dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C, (c) 950°C dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C, dan (d) 950°C dan pendinginan pada 0,8°C per menit ke 850°C.....	22
Gambar 2.13	Mekanisme pembentukan partikel dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang sesuai dengan Gambar SEM: (a) 850°C, (b) 900°C dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C, (c) 950°C dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C, dan (d) 950°C dan pendinginan pada 0,8°C per menit ke 850°C.	23
Gambar 2.14	Benih $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ yang disintesis menggunakan SEM pada suhu 1250°C dengan perbedaan fluks	24
Gambar 2.15	Hasil karakterisasi menggunakan SEM dari senyawa $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$ pada suhu 800°C (a) KCl; (b) NaCl; (c) K_2CO_3 ; (d) K_2SO_4	25
Gambar 4.1	Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ a) sebelum dilakukan pemanasan b) setelah dilakukan	

pemanasan.....	Error! Bookmark not defined.
Gambar 4.2 Hasil difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	E
rror! Bookmark not defined.	
Gambar 4.3 Perbedaan pertumbuhan intensitas puncak difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	E
rror! Bookmark not defined.	
Gambar 4.4 Plot data <i>refinement</i> senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	E
rror! Bookmark not defined.	
Gambar 4.5 Mikrograf SEM senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ perbesaran 2.000x menggunakan garam (a) NaCl, (b) KCl, (c) NaCl:KCl.....	E
rror! Bookmark not defined.	
Gambar 4.6 Hasil distribusi partikel SEM-EDS senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	E
rror! Bookmark not defined.	
Gambar 4.7 Plot data (%) reflektan dengan panjang gelombang dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	E
rror! Bookmark not defined.	
Gambar 4.8 Plot-tauc energi celah pita $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	E
rror! Bookmark not defined.	

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Dorrian, dkk., 1971).....	10
Tabel 3.1 Massa tiap bahan prekursor	30
Tabel 4.1 Hasil data <i>refinement</i> senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	E
rror! Bookmark not defined.	
Tabel 4.2 Energi celah pita (eV) dan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ yang di sintesis menggunakan garam NaCl, KCl, NaCl:KCl.....	E
rror! Bookmark not defined.	

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Kubelka-Munk	30
Persamaan 4.1 Reaksi pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$	32
Persamaan 4.2 Reaksi AgNO_3 dengan garam	32

ABSTRAK

Putri A., Diajeng Nadia Muslimah. 2023. Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I : Dr. Anton Prasetyo, M.Si. Pembimbing II : Achmad Nasichudin, M.A.

Kata Kunci: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, fotokatalis, dopan vanadium, metode lelehan garam

Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium dilaporkan memiliki peluang sebagai material fotokatalis. Metode lelehan garam dilaporkan memiliki kemampuan untuk menghasilkan morfologi yang baik dan jenis garam memiliki pengaruh terhadap ukuran partikel. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium menggunakan metode lelehan garam pada suhu 825 dan 850°C selama 6 jam dengan jenis garam NaCl, KCl dan campuran NaCl-KCl pada perbandingan rasio molar produk dan garam 1:7. Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ berhasil disintesis namun ditemukan adanya pengotor pada sampel yang disintesis menggunakan garam NaCl yaitu Bi_2O_3 . Perbedaan jenis garam memiliki pengaruh terhadap pertumbuhan bidang kristal yaitu pada sampel disintesis menggunakan garam NaCl bidang kristal [111] yang lebih dominan daripada [800], sampel yang disintesis dengan garam KCl bidang kristal [800] lebih dominan daripada [111] sedangkan ketika menggunakan garam campuran NaCl:KCl memiliki pertumbuhan bidang kristal yang sama. Perhitungan distribusi partikel menghasilkan bahwa senyawa yang disintesis menggunakan garam NaCl memiliki ukuran lebih besar dengan rata-rata ukuran $2,18 \pm 1,18 \mu\text{m}$, dengan garam KCl menghasilkan morfologi yang lebih seragam dengan rata-rata ukuran $0,67 \pm 0,19 \mu\text{m}$ dan sampel yang disintesis dengan garam NaCl-KCl menghasilkan rata-rata ukuran $1,73 \pm 1,08 \mu\text{m}$. Nilai keseragaman morfologi partikel didukung dengan data perhitungan simpangan baku. Sedangkan terdapat dua energi celah pita yang didapatkan dengan rata-rata yaitu $\sim 3,09 \text{ eV}$ dan $\sim 2,09 \text{ eV}$.

ABSTRACT

Putri A., Diajeng Nadia Muslimah. 2023. Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.9}\text{V}_{0.1}\text{O}_{12}$ Compounds by Melting Salt Method. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Supervisor I : Dr. Anton Prasetyo, M.Sc. Supervisor II : Achmad Nasichudin, M.A.

Keywords : $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, photocatalyst, vanadium doped, molten salt method

Vanadium-doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ compounds are reported to have opportunities as photocatalyst materials. The salt melt method is reported to have the ability to produce good morphology and the type of salt has an effect on particle size. In this research, the synthesis of vanadium-doped $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ was carried out using the melting salt method at 825 and 850°C for 6 hours with salts of NaCl, KCl and a mixture of NaCl-KCl at a molar ratio of product and salt of 1:7. The compound $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.9}\text{V}_{0.1}\text{O}_{12}$ was successfully synthesized but it was found that there were impurities in the samples synthesized using NaCl salt, namely Bi_2O_3 . The different types of salt have an influence on the growth of the crystal field, namely in samples synthesized using NaCl salt crystalline [111] which is more dominant than [800], samples synthesized with KCl salt [800] crystal field are more dominant than [111] whereas when using salt NaCl:KCl mixture has the same crystalline growth. Calculation of the particle distribution resulted that the compounds synthesized using NaCl salt had larger sizes with an average size of $2.18 \pm 1.18 \mu\text{m}$, with KCl salts produced a more uniform morphology with an average size of $0.67 \pm 0.19 \mu\text{m}$ and samples synthesized with NaCl-KCl salts produced an average size of $1.73 \pm 1.08 \mu\text{m}$. The value of particle morphological uniformity is supported by standard deviation calculation data. Meanwhile, there are two band gap energies obtained with an average of $\sim 3.09 \text{ eV}$ and $\sim 2.09 \text{ eV}$.

مستخلص البحث

بوتري أ.، دياجينج نادية مسلمة. 2023. تخليق مركبات $Bi_4Ti_{2,9}V_{0,1}O_{12}$ بطريقة ذوبان الملح.

قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية

مالانج. المشرف الأول: د. أنطون براسيتيو. المشرف الثاني: أحمد نصيح الدين.

الكلمات المفتاحية: $Bi_4Ti_{2,9}V_{0,1}O_{12}$ ، محفزة ضوئية، الفاناديوم المخدر، طريقة ذوبان الملح

تم الإبلاغ عن أن الفاناديوم المخدر لديه إمكانيات كمواد محفز ضوئي بطاقة ذات فجوة $Bi_4Ti_3O_{12}$ مركب نطاق تبلغ 2.9 فولت . تم الإبلاغ عن أن طريقة ذوبان الملح لديها القدرة على إنتاج مورفولوجيا جيدة ونوع مخدر بالفاناديوم باستخدام $Bi_4Ti_3O_{12}$ الملح له تأثير على حجم الجسيمات. في هذا البحث تم تصنيع المركب طريقة ذوبان الملح مع أنواع ملح كلوريد الصوديوم ، بوكل ومزيج من كلوريد الصوديوم - بوكل. تم تصنيع بنجاح ولكن تم العثور على شوائب في العينات التي تم تصنيعها باستخدام ملح $Bi_4Ti_{2,9}V_{0,1}O_{12}$ مركب . تؤثر الأنواع المختلفة من الملح على نمو المجال البلوري ، وبالتحديد في Bi_2O_3 ، وبالتحديد $NaCl$ العينات المُصنَّعة باستخدام ملح بلوري كلوريد الصوديوم [111] وهو أكثر انتشارًا من [800] ، والعينات [800] هي المسيطرة أكثر من المجال البلوري [111] بينما عند استخدام ملح KCl المُصنَّعة باستخدام ملح له نفس نمو المجال البلوري. نتج عن حساب توزيع الجسيمات أن المركب KCl : خليط $NaCl$ تم الحصول على مورفولوجيا أصغر KCl كان له شكل مورفولوجي أكبر ، مع ملح $NaCl$ باستخدام ملح وأكثر اتساقاً نسبيًا. يتم دعم قيمة التوحيد المورفولوجي للجسيمات ببيانات حساب الانحراف المعياري . وفي الوقت نفسه ، هناك نوعان من طاقات فجوة النطاق التي تم الحصول عليها ، والتي تتراوح من ~ 3.09 فولت و ~ 2.09 فولت.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan sektor industri tekstil memberikan kontribusi positif pada perkembangan perekonomian Indonesia. Namun tidak dapat dipungkiri bahwasanya juga memberikan dampak negatif bagi lingkungan. Berbagai metode telah dilakukan untuk meminimalisir cemaran limbah industri salah satunya ialah metode fotokatalitik. Metode ini memanfaatkan sinar matahari untuk mendegradasi cemaran limbah zat warna menjadi zat-zat yang lebih sederhana dengan menggunakan semikonduktor sebagai material katalis (Cui, dkk., 2016; Liu, dkk., 2017; Meerbergen, dkk., 2017; Xu, dkk., 2018).

Pencemaran lingkungan dalam bentuk apapun merugikan manusia yang telah menjadi perhatian manusia sejak dahulu. Hal ini dituliskan dalam firman Allah SWT QS. Ar-Rum 30:41 yang berbunyi :

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ ﴿41﴾

Artinya : "Telah terlihat baik di darat ataupun di laut yang disebabkan oleh perbuatan tangan-tangan manusia itu sendiri, agar mereka merasakan sebagian perbuatan akibat dari ulah mereka sendiri agar mereka kembali ke jalan yang benar"

Dalam ayat ini, Allah SWT menerangkan bahwasanya segala perbuatan yang merusak lingkungan merupakan bentuk dari kelalaian manusia. Al-Razi dalam "Kesadaran Ekologi Al-Qur'an" karya Hakim dan Munawir berpendapat bahwa segala kerusakan yang terjadi diakibatkan karena kesyirikan manusia (Hakim and Munawir, 2020). Kata *liyudziiqohum ba'dholladzii 'amiluu* adalah siksaan pada

saat Allah menyiksa manusia akibat ulah mereka dengan tujuan kesadaran diri dan mengembalikan manusia kepada fitrah iman (Eriyanto, 2019).

Pada ayat ini, makna kerusakan ditunjukkan oleh kata *al-fasad*. Kata ini bermakna sesuatu yang rusak atau bergeser dari sesuatu yang sudah seharusnya atau berubah dari bentuk asalnya. Hal tersebut berarti tidak hanya merujuk pada kerusakan alam melainkan juga kerusakan yang lainnya seperti badan atau jiwa. Dalam ayat ini juga menyebutkan terjadi kerusakan di daratan (*al-bar*) dan lautan (*al-bahr*). Al-Razi berpendapat bahwa kerusakan di daratan dan lautan yakni terjadinya angin topan. Segala kerusakan yang diakibatkan oleh kesyirikan manusia ini tidak hanya pada keyakinan atau teologi saja namun juga dilakukan oleh anggota tubuh. Ulah manusia yang mengakibatkan terjadinya kerusakan di muka bumi akan Allah tampilkan agar manusia mengerti akibat dari perbuatannya (Hakim and Munawir, 2020). Maka dari itu, penelitian ini mengingatkan manusia untuk tidak berbuat semena-mena terhadap lingkungan (membuang limbah tidak pada tempatnya).

Fotokatalis didefinisikan sebagai suatu proses penggunaan cahaya dan katalis secara bersamaan untuk mempercepat reaksi kimia. Proses fotokatalis diterangkan bahwa elektron yang berada pada pita valensi tereksitasi ke pita konduksi oleh penyinaran cahaya yang memiliki energi setara atau lebih besar daripada energi celah pita (*band gap energy*) dan akan membentuk pasangan *electron-hole* (Wang, dkk., 2015). Sebagian besar dari pasangan *electron-hole* tersebut akan bertahan di permukaan material fotokatalis, sehingga *hole* akan dapat bekerja untuk menginisiasi reaksi oksidasi dan *electron* menginisiasi reaksi reduksi senyawa kimia yang terdapat pada sekitar permukaan senyawa. Prinsip inilah yang

digunakan untuk menghasilkan senyawa reaksi untuk mendegradasi limbah warna (Salim Afrozi & Sudaryanto, 2016).

Beberapa material bersifat semikonduktor yang dapat digunakan dalam reaksi fotokatalis yakni TiO_2 , CdS , ZnO , GaP , WO , Fe_2O_3 dan SrTiO_3 (Andayani, dkk. 2001). Salah satu material yang dilaporkan berpotensi digunakan untuk fotokatalis adalah material berstruktur Aurivillius. Fasa Aurivillius memiliki rumus umum $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}(\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1})^{2-}$ yang dalam hal ini situs *A* dapat ditempati oleh kation besar dengan koordinasi dodekahedral seperti Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Bi^{3+} atau campuran dari kation-kation tersebut. Sedangkan situs *B* dapat ditempati oleh kation yang lebih kecil dengan muatan yang lebih tinggi seperti Fe^{3+} , Ti^{4+} , Mn^{3+} , Nb^{5+} (Zulhadjri, dkk., 2018).

Senyawa Aurivillius lapis tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilaporkan memiliki energi celah pita sebesar 2,9 eV ($< 426 \text{ nm}$) dan memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik (Yuan, dkk., 2020). Pada penelitian Zhang, dkk (2015) dilaporkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ mampu mendegradasi Rhodamine B (RhB) sebesar 39%. Nilai energi celah pita senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (2,9 eV/ $< 426\text{nm}$) menunjukkan bahwa senyawa ini hanya akan bekerja pada daerah *ultraviolet* (UV) sehingga untuk memperluas pemakaiannya maka diperlukan usaha untuk menurunkan energi celah pitanya. Salah satu strategi untuk menurunkan energi celah pita adalah dengan melakukan pendopongan dengan logam transisi seperti La-, Cr-, Zn-, V-, Nd-, dan Fe-. (Gu, dkk., 2017).

Salah satu logam yang berpotensi digunakan sebagai doping adalah logam vanadium. Gu, dkk. (2017) telah melakukan pendopongan pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan logam vanadium dan diperoleh hasil bahwa energi celah pitanya mengalami

penurunan dari 2,91 eV menjadi 2,67 eV ($x = 0,05$) dan 2,37 eV ($x = 0,1$). Dari hasil uji fotokatalis dalam degradasi RhB diperoleh hasil bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih baik dibandingkan yang tanpa doping. (Gu, dkk., 2017). Hasil penelitian lainnya dilaporkan oleh Agustina, dkk. (2020), bahwa ditemukan adanya penurunan energi celah pita senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium dari 2,91 eV (426 nm) menjadi 1,50 eV pada $x = 0,2$ (826 nm). Semakin tinggi konsentrasi pendopingan vanadium maka dihasilkan energi celah yang semakin rendah. Dari uraian ini menunjukkan bahwa logam vanadium berpeluang besar digunakan sebagai dopan yang dapat menurunkan energi celah pita dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

Metode sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang telah dilaporkan diantaranya ialah metode reaksi keadaan padatan, lelehan garam, atau metode hidrotermal. Metode lelehan garam merupakan salah satu metode yang menggunakan garam cair (contohnya seperti NaCl, KCl, Na_2SO_4 , K_2SO_4 , K_2CO_3 dan lainnya) sebagai media untuk menyusun kompleks oksida dari prekursor sehingga terbentuk serbuk keramik. Garam cair yang digunakan berfungsi sebagai medium yang dapat mengontrol karakteristik serbuk seperti bentuk (morfologi) dan ukuran partikel. Metode lelehan garam memiliki kelebihan yakni sederhana, ekonomis dan dapat mempertahankan kemurnian sebuah kristal (Rodhiyah, dkk., 2018).

Banyak peneliti telah melaporkan bahwa morfologi partikel berpengaruh pada aktivitas fotokatalis. Chen, dkk. (2016) telah mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan diperoleh partikel bermorfologi *nanosheet* persegi panjang biasa dengan ketebalan ~ 20 nm dengan luas permukaan sebesar $6,45\text{m}^2\text{g}^{-1}$. Hasil uji fotokatalis menunjukkan bahwa partikel bermorfologi persegi panjang biasa mempunyai

aktivitas fotokatalitik yakni 79,2% selama 90 menit. Di lain pihak, He, dkk. (2014) telah mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam (campuran NaCl-KCl). Dari hasil karakterisasi menggunakan SEM didapatkan morfologi *nanosheet* persegi panjang yang tidak beraturan dan berubah seiring dengan penambahan rasio garam menjadi *nanosheet* persegi yang tidak beraturan dan memiliki luas permukaan tertinggi yakni $6,467 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$. Berdasarkan hasil uji fotokatalitik didapat hasil bahwa degradasi zat warna meningkat hingga 93% (553 nm) selama 60 menit.

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam telah dilaporkan beberapa pihak. Zhao, dkk. (2014) telah mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan menggunakan metode lelehan garam campuran $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ dan dari difraktogram diperoleh hasil senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan kemurnian yang tinggi. Hasil uji menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM) menunjukkan bahwa morfologi partikel yang diperoleh memiliki bentuk *plate-like* dengan ketebalan 0,5-2 μm dan semakin besar dengan meningkatnya suhu. Di lain pihak, Januari, dkk. (2020) telah melaporkan dalam sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam NaCl didapatkan hasil dengan kemurnian yang tinggi tanpa adanya pengotor. Berdasarkan hasil uji SEM bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ bermorfologi *plate-like* dan dilaporkan juga bahwa ukuran partikel akan semakin meningkat seiring dengan bertambahnya waktu sintesis. Sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Pr dengan menggunakan metode lelehan garam campuran NaCl/KCl telah dilaporkan Zhang, dkk. (2018) mendapatkan hasil senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni tanpa adanya pengotor. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ bermorfologi *sheet-like* dengan ketebalan hingga 106 nm.

Metode lelehan garam dipengaruhi oleh suhu sintering, rasio garam dan jenis garam yang digunakan. Li, dkk. (2012) melaporkan sintesis senyawa $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$ menggunakan metode lelehan garam dengan penggunaan jenis garam yang berbeda yaitu garam KCl, NaCl, K_2SO_4 dan K_2CO_3 . Dari data mikrograf didapatkan hasil bahwa penggunaan garam NaCl dan garam karbonat menghasilkan morfologi *plate-like* sedangkan penggunaan garam KCl menghasilkan morfologi *quadrate-like* dan penggunaan garam jenis sulfat menghasilkan ukuran partikel yang relatif lebih besar (Li dkk., 2012). Dari uraian ini maka jenis garam memengaruhi morfologi partikel yang dihasilkan.

Berdasarkan uraian tersebut maka dalam penelitian akan dilakukan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping logam vanadium ($\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$) dengan metode lelehan dan menggunakan jenis garam yang berbeda yaitu NaCl, KCl dan campuran NaCl-KCl. Sampel yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan menggunakan (a) difraksi sinar-X (XRD) untuk mengamati karakterisasi fasa (b) *scanning electron microscope-energy dispersive X-ray spectroscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi partikel dan (c) *ultra violet-visible diffuse reflectance spectroscopy* (UV-VIS DRS) guna mengetahui nilai energi celah pita.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana struktur, morfologi, energi celah senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ yang di sintesis melalui metode lelehan garam dengan menggunakan jenis garam yang berbeda yakni NaCl, KCl dan campuran NaCl-KCl.

1.3 Tujuan

Tujuan dari Penelitian ini adalah untuk mengetahui struktur, morfologi, energi celah senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ yang di sintesis melalui metode lelehan garam dengan menggunakan jenis garam yang berbeda yakni NaCl, KCl dan campuran NaCl-KCl.

1.4 Batasan Masalah

Adapun Batasan dari penelitian ini adalah :

- a. Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ menggunakan rasio molar produk dan garam yakni 1:7
- b. Sintesis dilakukan pada suhu 825 dan 850°C

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk mengetahui material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ yang disintesis dengan metode lelehan garam dan memberikan informasi mengenai struktur, morfologi dan energi celah pita material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$.

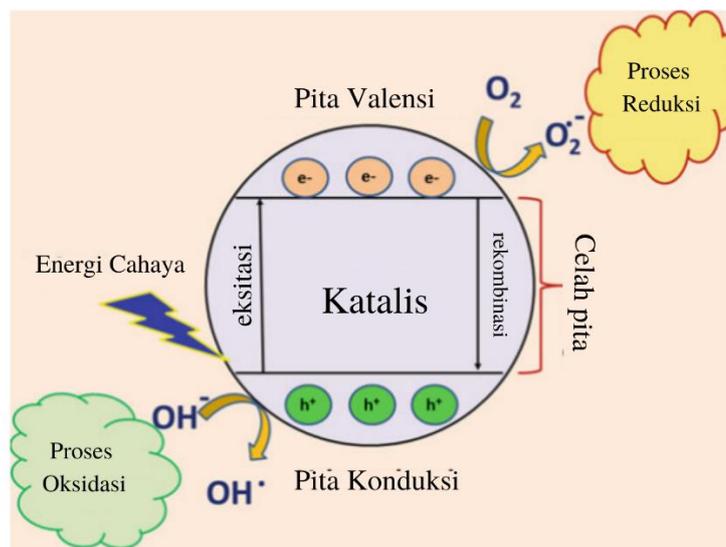
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sifat Fotokatalis

Sifat fotokatalis adalah percepatan reaksi kimia yang menggunakan sinar matahari dan katalis. Fotokatalis merupakan reaksi yang dapat digunakan untuk degradasi polutan organik, *water splitting*, aktivitas antibakteri dan lainnya. Mekanisme dari sifat fotokatalis dapat di gambarkan pada Gambar 2.1. Fotokatalis terjadi pada material semikonduktor yang bertindak sebagai katalis. Sinar matahari yang dalam bentuk foton mengenai permukaan semikonduktor sehingga melepaskan sejumlah energi yang mampu mengeksitasi elektron pada pita valensi menuju pita konduksi. Sehingga pada pita valensi terbentuk *hole* yang kemudian bereaksi dengan molekul air membentuk hidroksil radikal dalam proses oksidasi. Sedangkan pada pita konduksi terdapat elektron yang akan bereaksi dengan oksigen sehingga membentuk ion superoksida. Polutan organik atau limbah zat warna dapat didegradasi melalui radikal hidroksil dan ion superoksida dengan mengubahnya menjadi CO₂ dan H₂O melalui reaksi reduksi-oksidasi.

Fotokatalis umumnya digunakan pada material semikonduktor. Beberapa material yang dilaporkan dapat digunakan sebagai material fotokatalis adalah TiO₂, ZnO, SnO₂ dan lainnya. Material semikonduktor yang baik digunakan sebagai material fotokatalis sebaiknya bersifat inert, *photoactive*, mampu bekerja pada daerah *visible* atau UV, *photostable*, ekonomis dan tidak beracun. Senyawa Aurivillius dilaporkan mampu menjadi salah satu material aktivitas fotokatalitik (Kowsari, 2017).



Gambar 2.1 Mekanisme Fotokatalis (Kowsari, 2017)

2.2 Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Senyawa Aurivillius merupakan suatu senyawa dengan struktur berlapis yang tersusun atas lapisan bismuth (Bi_2O_3) dan lapis perovskite (ABX_3). Senyawa ini memiliki rumus umum $\text{Bi}_2\text{O}_2(\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{2n+1})$, nilai 'n' menunjukkan jumlah lapis perovskit yang bernilai dari 1 hingga tak hingga. Beberapa contoh senyawa Aurivillius adalah Bi_2WO_6 ($n = 1$); $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ($n = 3$); $\text{Bi}_3\text{TiNbO}_9$, $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ ($n = 2$) dan $\text{CaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ($n = 4$) dengan jumlah lapisan perovskite 2 hingga 3 lapis, akan dilapisi juga dengan lapis bismut oksida (Moure, 2018). Dalam hal ini, lapisan oksida bismut memiliki peran sebagai lapisan insulator dan lapisan perovskit berperan untuk menimbulkan polarisasi listrik karena keberadaan kation d^0 yang menyebabkan terjadinya distorsi oktahedral BO_6 (Zulhadjri, dkk., 2020). Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan salah satu senyawa Aurivillius lapis tiga yang struktur kristalnya ditampilkan pada Gambar 2.2 (Yao, dkk., 2003). Salah satu sifat dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah sifat fotokatalitik dengan nilai energi celah sebesar 2,9 eV ($< 426\text{nm}$) dan sifat fisika serta kimia ditampilkan pada Tabel 2.1. Pada suhu

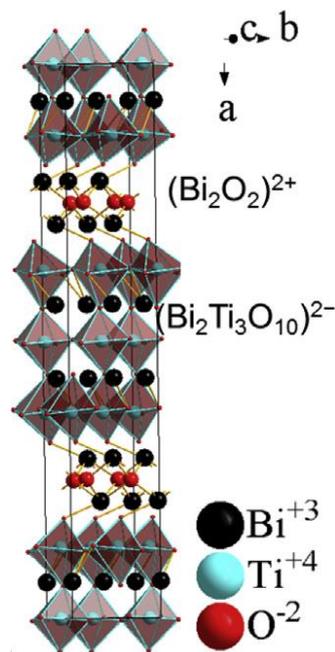
675°C, kristal bismut titanat berubah menjadi tetragonal. Pada suhu ruangan, senyawa ini menunjukkan sedikit sifat monoklinik, namun juga terkadang sifat orthorombiknya lebih kuat (Jardiel, dkk., 2008). Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ juga memiliki sifat lainnya sehingga dapat digunakan dalam berbagai aplikasi yakni perangkat *photoluminescence*, memori optikal dan pemanfaatan dalam piezoelektrik (Moure, 2018).

Tabel 2.1 Sifat senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Dorrian, dkk., 1971)

No.	Parameter Struktur
1.	Nama Kimia = Bismut Titanat
2.	Rumus Molekul = $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$
3.	Nilai energi celah pita = 2,9 eV
4.	Parameter kisi $a = 32,83 \text{ \AA}$, $b = 5,411 \text{ \AA}$, $c = 5,448 \text{ \AA}$
5.	Grup ruang <i>Hermann-Mauguin</i> = $\text{Aba}2$

Sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah banyak dilaporkan oleh beberapa pihak. Gu, dkk. (2017) telah mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium ($x = 0,1$) menggunakan metode sol gel dan hidrotermal menghasilkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni telah berhasil disintesis tanpa ditemukan adanya *peak* tambahan namun terjadinya pergeseran kisi pada puncak difraktogram yang menandakan logam vanadium menggantikan sebagian logam Ti. Hasil karakterisasi menggunakan SEM menghasilkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki morfologi berbentuk *plate-like* dan karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS terbukti mampu menurunkan energi celah pita menjadi 2,37 eV ($x = 0,1$) sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalis 120% selama 120 menit. Di lain pihak, Agustina, dkk. (2020) sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam dengan garam tunggal NaCl menghasilkan senyawa yang memiliki morfologi *plate-like* tanpa adanya aglomerasi dan menurunkan nilai energi celah pita menjadi 2,02 eV ($x = 0,1$).

Namun dari hasil karakterisasi menggunakan XRD ditemukan adanya fasa pengotor $\text{NaV}_6\text{O}_{11}$ dan BiNaO_3 akibat reaksi yang terjadi antara prekursor dan garam pada suhu tinggi (900°C). Kemudian pada penelitian He, dkk. (2014) melakukan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam dengan garam campuran NaCl-KCl dengan variasi jumlah garam menghasilkan senyawa murni yang berhasil disintesis tanpa ditemukannya pengotor. Hasil karakterisasi SEM menghasilkan morfologi berbentuk *plate-like* dengan panjang sisi yang semakin besar seiring dengan banyaknya penambahan jumlah garam. Hal ini juga memengaruhi absorpsi optikal yang mengakibatkan pergeseran reflektansi pada daerah sinar tampak.

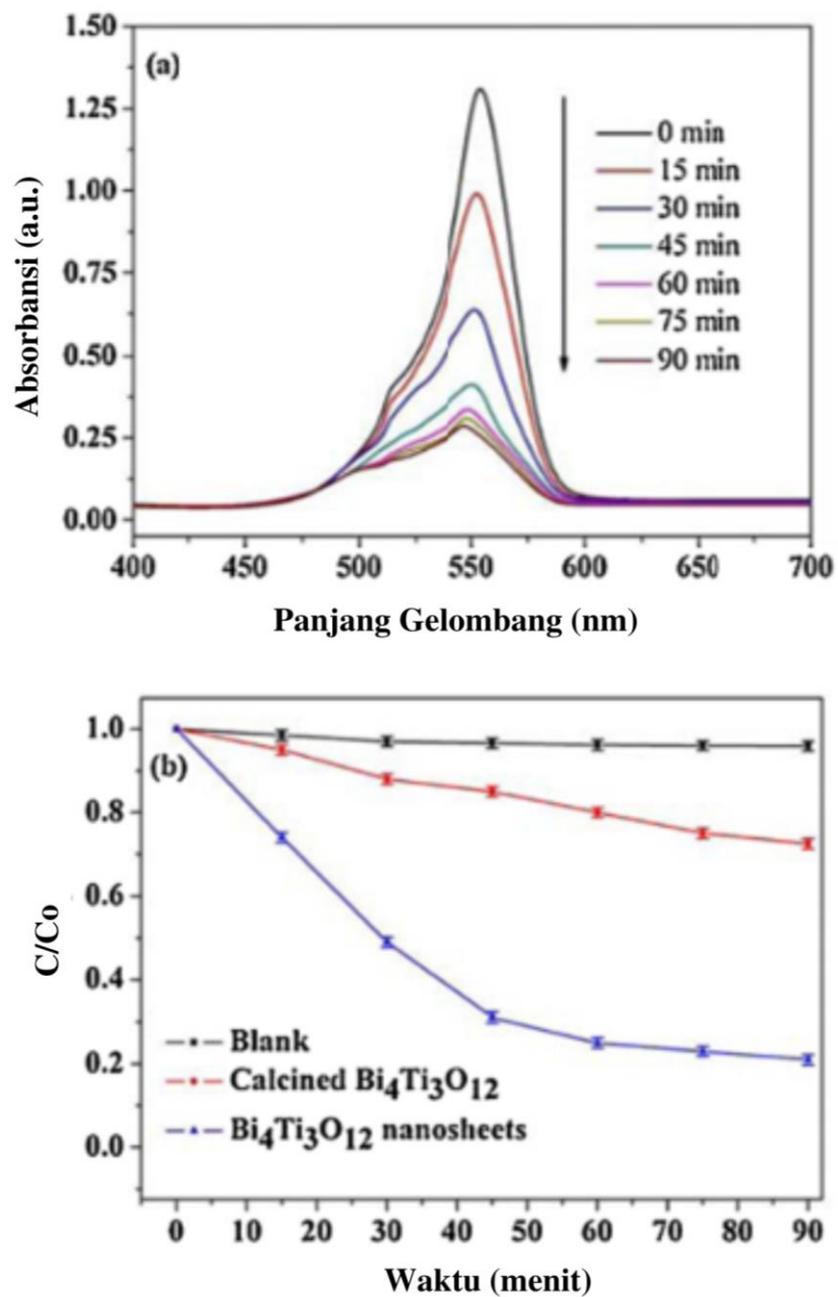


Gambar 2.2 Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Gu, dkk. 2017)

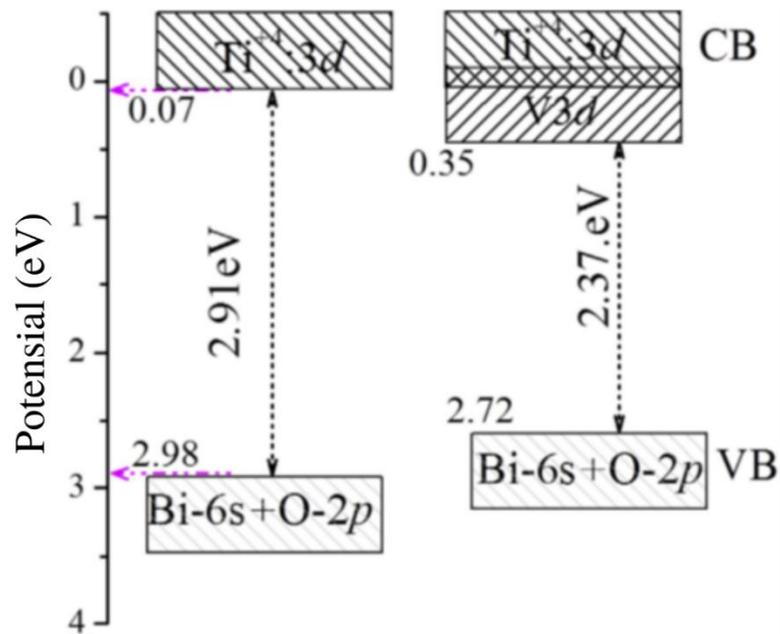
Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilaporkan memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik. Yao, dkk. (2003) melaporkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik sehingga mampu mendegradasi *methyl orange* 10 ppm selama 4 jam

dibawah radiasi sinar tampak. Di pihak lain, Chen, dkk. (2016) melaporkan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ *nanosheets* mencapai 79,2% dalam mendegradasi Rhodamine B 6 ppm dibawah radiasi sinar tampak. Aktivitas fotokatalis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 2.3.

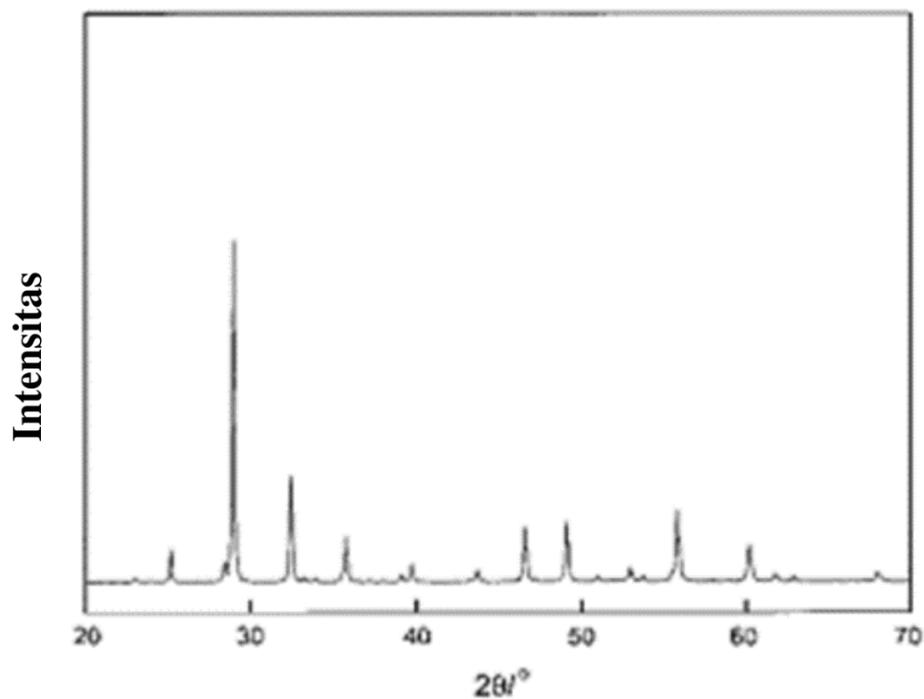
Pengujian fotokatalis menggunakan sinar tampak dapat dilakukan pada senyawa yang memiliki energi celah pita relatif rendah. Energi celah pita yang dimiliki oleh senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terlampau masih tinggi (2,9 eV) sehingga diperlukan suatu usaha untuk menurunkan nilai energi celah pita. Salah satu usaha yang dapat memperkecil nilai energi celah pita yakni dilakukannya pendopingan. Gu, dkk. (2017) melaporkan bahwa logam vanadium mampu mendoping senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ melalui metode hidrotermal untuk menurunkan energi celah pita sebesar 2,67 eV ($x = 0,05$) dan 2,37 eV ($x = 0,1$). Hal ini terjadi karena V-3d menempati sebagian kecil Ti-3d pada pita konduksi yang mampu memperkecil celah pita setelah dilakukannya doping yang ditunjukkan pada Gambar 2.4. Pihak lain juga melaporkan bahwa vanadium mampu menurunkan energi celah pita senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menjadi 2,53 eV ($x = 0,05$) dan 2,02 eV ($x = 0,1$) (Agustina, dkk., 2020).



Gambar 2.3 (a) Penyerapan Rhodamine-B dibawah radiasi sinar tampak
 (b) Fotodegradasi Rhodamine B dengan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanosheets dan kalsinasi.



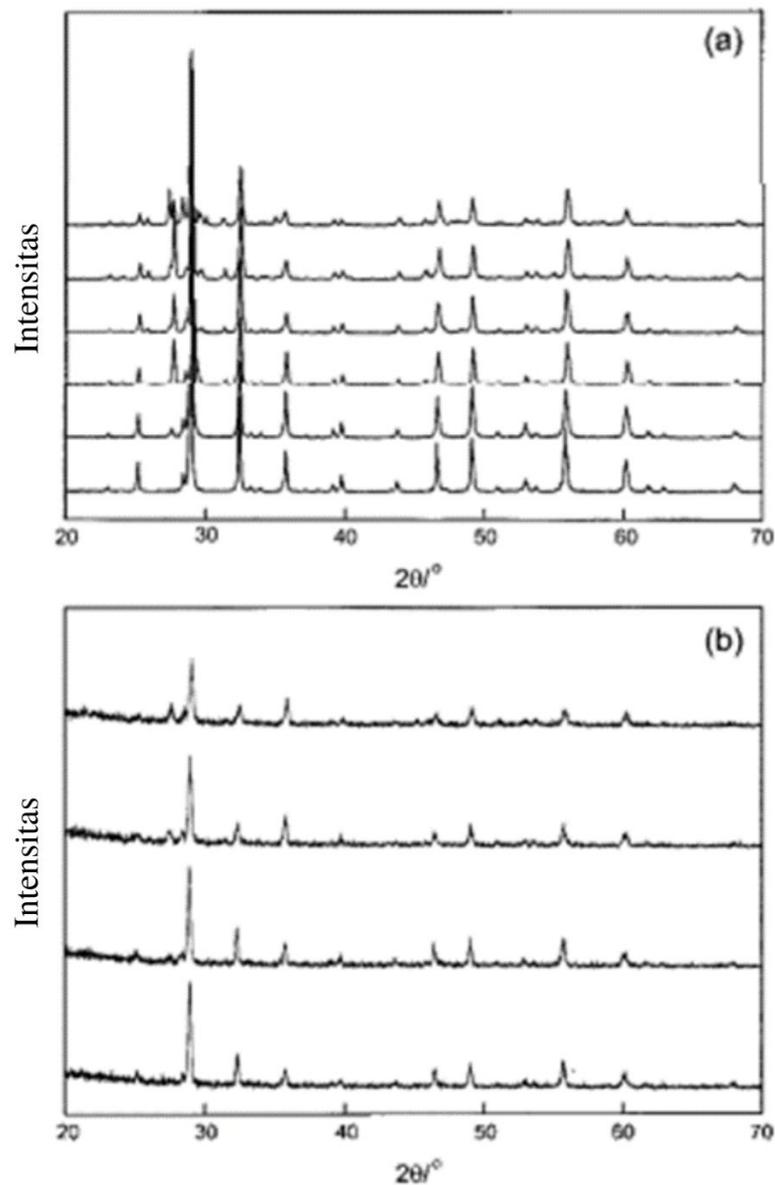
Gambar 2.4 Pita Valensi dan Pita Konduksi dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan senyawa $\text{Bi}_4\text{V}_{3x}\text{Ti}_{3-x}\text{O}_{12}$ ($x = 0.1$) (Gu, dkk., 2017)



Gambar 2.5 Difraktogram senyawa $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ (Moon, dkk., 2002)

Moon, dkk. (2002) melaporkan dalam hasil sintesis senyawa Aurivillius $\text{SrBi}_2\text{Nb}_{2-x}\text{M}_x\text{O}_9$ ($M = \text{Cr}, \text{Mo}$) menggunakan rute sintesis dari senyawa murni $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$. Hasil karakterisasi menggunakan XRD didapatkan senyawa murni

telah terbentuk tanpa adanya pengotor dan data difraktogram yang dihasilkan sesuai dengan data standar senyawa $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ yang ditampilkan pada Gambar 2.5. Semua puncak pada hasil data senyawa yang tersubstitusi dengan Cr bergeser ke arah *peak* yang lebih tinggi sedangkan yang tersubstitusi dengan Mo hampir tidak mengalami perubahan yang ditunjukkan pada Gambar 2.6. Hal ini dikarenakan perbedaan dari jari-jari ionik antara Nb^{5+} dengan Cr^{6+} dan Mo^{6+} . Namun substitusi atom Cr dan Mo diasumsikan berhasil dengan nilai substitusi tidak lebih dari 20% mol hal ini dikarenakan ketika lebih dari 20% mol maka puncak fasa kedua akan mulai terbentuk. Puncak yang diidentifikasi sebagai Nb_2O_5 dan BiMO_3 ($M = \text{Cr}$ dan Mo) seharusnya diekstrak ketika fraksi mol Cr dan Mo melebihi ambang batas substitusi.



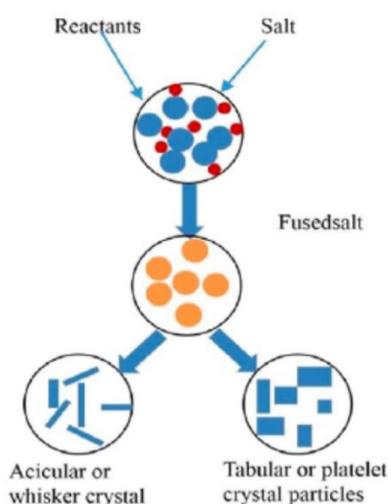
Gambar 2.6 Hasil difraktogram (a) $\text{SrBi}_2\text{Nb}_{2-x}\text{Cr}_x\text{O}_9$ untuk $x = 0, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8$ dan 1 berurut dari bawah ke atas, dan (b) $\text{SrBi}_2\text{Nb}_{2-x}\text{Mo}_x\text{O}_9$ untuk $x = 0, 0,1, 0,2, 0,3$ dan $0,4$ berurutan dari bawah ke atas. (Moon, dkk. 2002)

2.3 Metode Lelehan Garam

Metode lelehan garam merupakan metode yang digunakan untuk mensintesis sebuah material padatan menggunakan garam cair sebagai media reaksi. Kelebihan dari metode ini adalah relatif mudah digunakan, pembentukan produk yang relatif cepat, ekonomis, cacat produk yang rendah dan ramah

lingkungan. Pemilihan jenis garam, rasio garam dan suhu yang digunakan dalam metode ini sangat berpengaruh terhadap produk hasil (Gupta and Mao, 2021b).

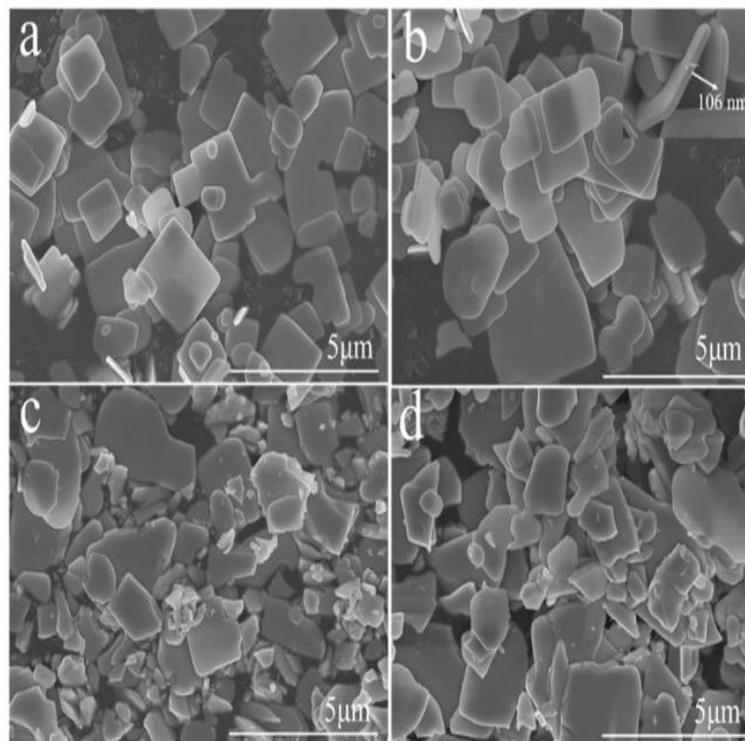
Mekanisme dalam metode lelehan garam ditunjukkan pada Gambar 2.7 yang terdiri dari pencampuran, difusi, nukleasi dan pertumbuhan kristal. Pada tahap pencampuran, reaktan dan garam dicampurkan menjadi satu melalui proses penggerusan hingga homogen. Selanjutnya, dipanaskan sehingga prekursor akan terdifusi secara cepat ke lelehan garam. Ketika reaktan telah terlarut sempurna dalam lelehan garam maka akan membentuk inti kristal yang dilanjutkan dengan pertumbuhan kristal (Gupta and Mao, 2021b).



Gambar 2.7 Mekanisme metode lelehan garam (Gupta and Mao, 2021b)

Banyak pihak telah melaporkan hasil sintesis menggunakan metode lelehan garam. Porob and Maggard, (2006) melaporkan hasil sintesis senyawa $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ dan $\text{LaBi}_4\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ dengan metode lelehan garam menggunakan garam campuran Na_2SO_4 dan K_2SO_4 . Berdasarkan hasil analisa XRD didapatkan senyawa murni yang disintesis tanpa adanya pengotor pada senyawa $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ namun ditemukan pengotor LaFeO_3 pada hasil analisa XRD senyawa $\text{LaBi}_4\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ pada suhu

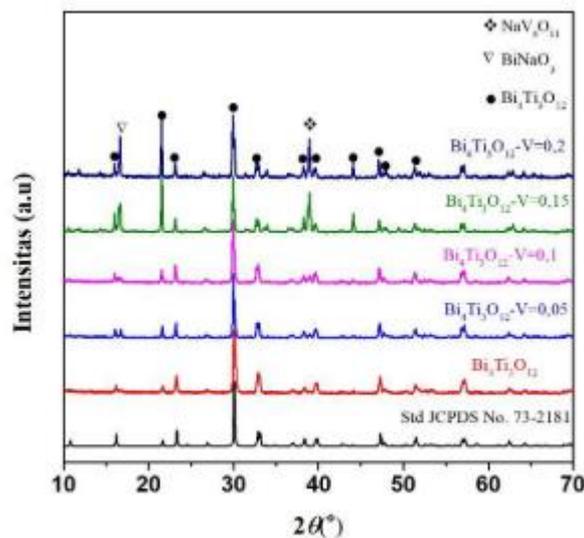
sintesis 800°C. Hasil analisa SEM menunjukkan senyawa $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ dan $\text{LaBi}_4\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ memiliki morfologi partikel *plate-like*. Zhang, dkk., (2018) mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping Pr dengan metode lelehan garam menggunakan garam campuran NaCl dan KCl menunjukkan hasil bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}:\text{Pr}^{3+}$ telah berhasil di sintesis dan menghasilkan senyawa yang murni. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan SEM didapati bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}:\text{Pr}^{3+}$ memiliki morfologi partikel *sheet-like* yang memiliki ketebalan hingga 106 nm yang ditunjukkan pada Gambar 2.8.



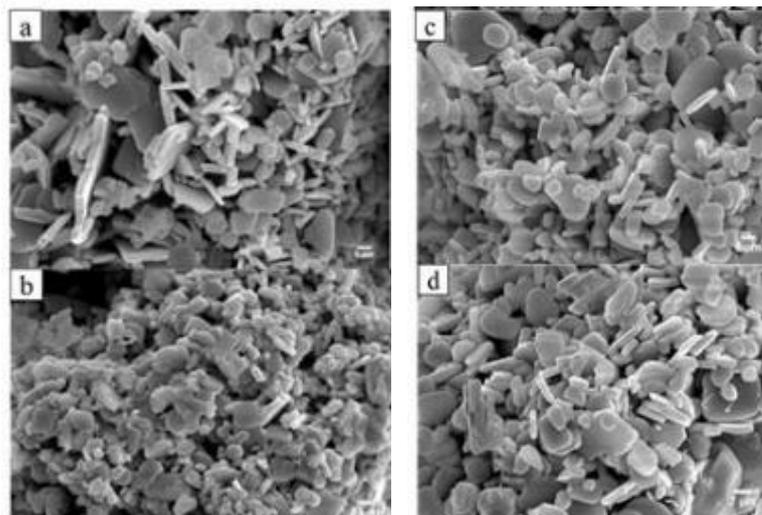
Gambar 2.8 Hasil Karakterisasi SEM senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}:\text{Pr}^{3+}$ yang disintering pada suhu berbeda selama 4 jam: (a) 800, (b) 850, (c) 900, dan (d) 950°C. (Zhang, dkk., 2018)

2.4 Sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam

Penggunaan metode lelehan garam terhadap sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah banyak dilakukan oleh beberapa pihak. Agustina, dkk., (2020) melaporkan hasil sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium menggunakan metode lelehan garam jenis garam NaCl dan dari data difraktogram (Gambar 2.9) menunjukkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ berhasil disintesis namun ditemukan pengotor $\text{NaV}_6\text{O}_{11}$ dan BiNaO_3 yang disebabkan oleh reaksi antar prekursor pada suhu tinggi. Kemudian diamati pula pada konsentrasi doping $x = 0,2$ dan $0,15$ didapati pengotor sedangkan pada konsentrasi $x=0,1$ tidak ditemukan fasa sekunder (pengotor). Berdasarkan hasil karakterisasi SEM, senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki morfologi *plate-like* dan tidak terjadi aglomerasi yang ditunjukkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.9 Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium (Agustina, dkk., 2020)

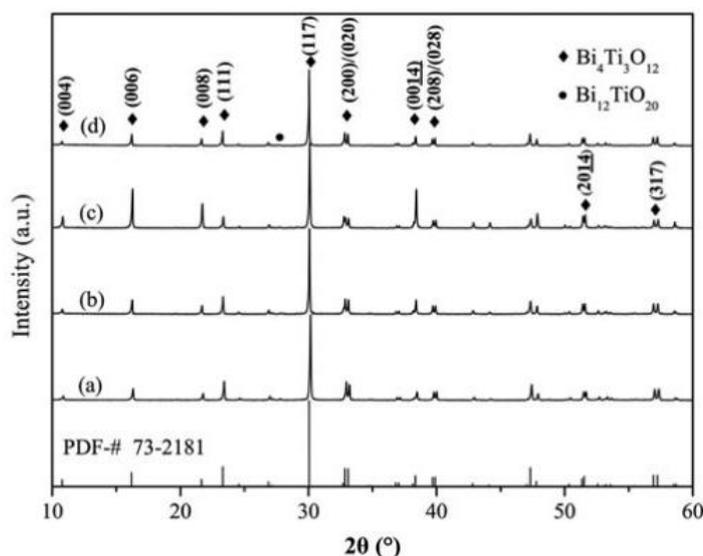


Gambar 2.10 Hasil mikrograf SEM senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terdoping vanadium (a) $x=0$, (b) $x=0,05$, (c) $x=0,1$, (d) $x=0,15$ (Agustina, dkk., 2020)

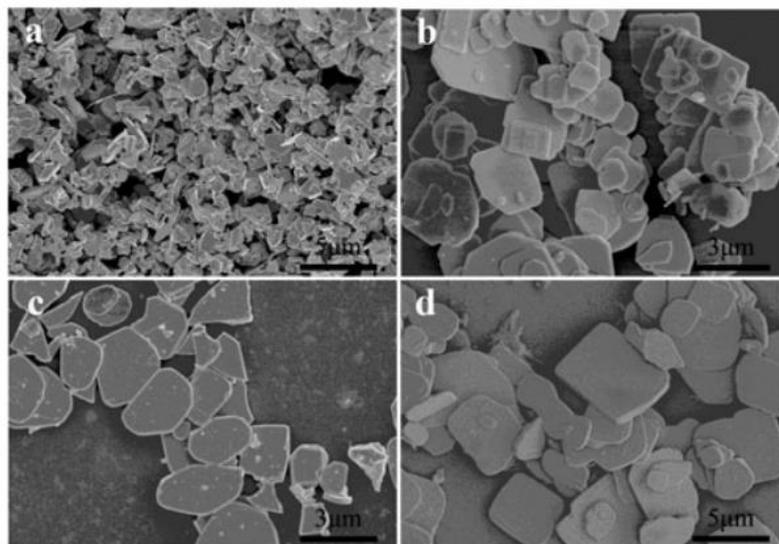
He, dkk., 2014 melaporkan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam dengan garam NaCl-KCl mendapatkan hasil yang baik dengan melakukan variasi rasio molar senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan garam NaCl-KCl 1: M : M ($M = 4, 8, 16, 32, 40, 50, 60$). Hasil karakterisasi XRD didapati bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terkristalisasi sempurna apabila disintesis menggunakan metode lelehan garam. Lalu berdasarkan karakterisasi SEM, didapati morfologi partikel yang terbentuk adalah *plate-like* dengan distribusi panjang sisinya yang semakin kecil berkisar dari 2,4 menjadi 1,8;1,4;1,0;0,8; dan 0,5 μm dengan perubahan nilai M dari 4 menjadi 8, 16, 32, 40, dan 50. Hal ini dapat diasumsikan bahwa jumlah garam yang digunakan memiliki pengaruh terhadap ukuran partikel yang dihasilkan oleh senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

Di lain pihak, Zhao, dkk. (2014) juga melaporkan hasil sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam jenis garam Na_2SO_4 dan K_2SO_4 menghasilkan kemurnian yang tinggi berdasarkan hasil karakterisasi XRD tanpa ditemukannya pengotor yang ditunjukkan pada Gambar 2.11. Hasil karakterisasi

SEM menunjukkan morfologi senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah *plate-like* pada peningkatan suhu 850 menjadi 900°C. Kenaikan suhu memengaruhi ketebalan partikel yang terbentuk dari 0,3 menjadi 0,4 μm . Proses pendinginan yang lambat juga dapat memengaruhi pertumbuhan partikel, rasio diameter terhadap ketebalan partikel dan proses kristalisasi serbuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ secara signifikan. Sampel yang dilakukan sintering pada 950°C selama 2 jam dengan pendinginan 0,8°C per menit hingga 850°C memiliki skala yang lebih besar daripada proses pendinginan 10°C per menit dari 950 hingga 850°C yang ditunjukkan pada Gambar 2.12.



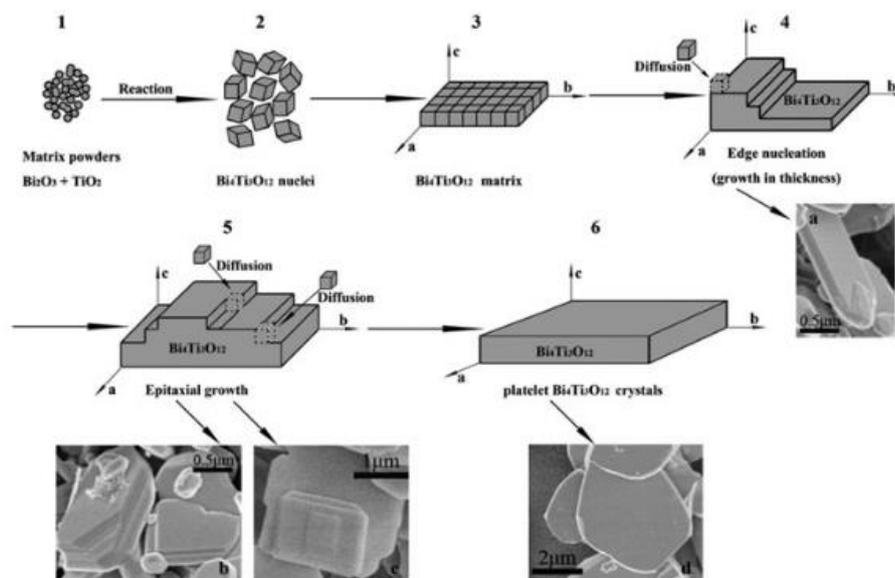
Gambar 2.11 Hasil karakterisasi XRD senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintering pada suhu berbeda selama 2 jam: (a) 850, (b) 900 dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C, (c) 950 dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C, dan (d) 950°C dan pendinginan pada 0,8°C per menit ke 850°C. (Zhao, dkk., 2014)



Gambar 2.12 Hasil karakterisasi SEM senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintering pada suhu berbeda selama 2 jam: (a) 850°C , (b) 900°C dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C , (c) 950°C dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C , dan (d) 950°C dan pendinginan pada $0,8^\circ\text{C}$ per menit ke 850°C .

Zhao, dkk. (2014) telah mensintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam dan menggambarkan pertumbuhan partikel yang ditampilkan pada Gambar 2.13. Prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 bereaksi dengan lelehan garam yang akan menghasilkan inti $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang kemudian akan berkelompok membentuk matrix $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan bentuk *plate-like*. Ukuran rata-rata partikel akan semakin meningkat dengan adanya Ostwald *ripening* ketika suhu sintering lebih tinggi daripada suhu eutektik. Pada permulaan tahap pertumbuhan partikel, fasa padatan yang terdapat pada lelehan garam mengandung sangat sedikit partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Pertumbuhan pada tepi matrix akan menghasilkan peningkatan pada ketebalan lapisan produk seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.13 (a). Kemudian jika inti $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ berdifusi pada tahap pertumbuhan maka akan menghasilkan ukuran partikel *plate-like* yang lebih besar seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.13 (b) dan (c). Namun, tingkat pertumbuhan permukaan dengan *faset* yang telah dikembangkan dengan baik menjadi rendah seiring dengan struktur permukaan yang

halus pada skala atom yang menghasilkan produk akhir yang bertumbuh menjadi permukaan yang halus seperti pada Gambar 2.13 (d).

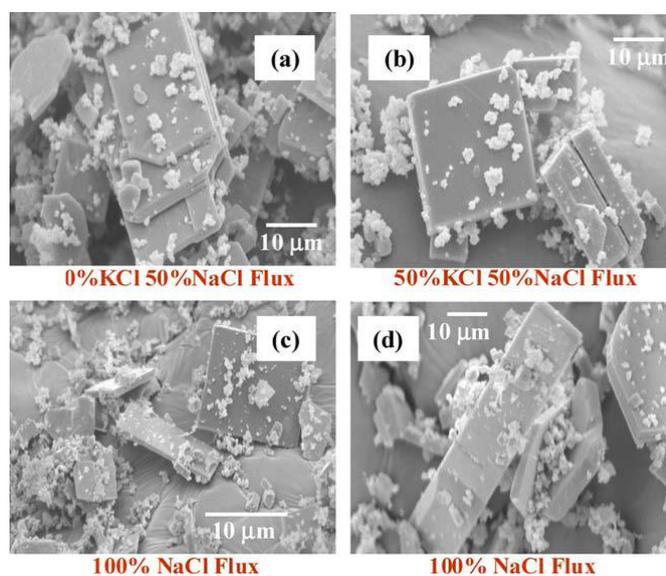


Gambar 2.13 Mekanisme pembentukan partikel dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang sesuai dengan Gambar SEM: (a) 850°C , (b) 900°C dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C , (c) 950°C dan pendinginan pada 10°C per menit ke 850°C , dan (d) 950°C dan pendinginan pada $0,8^\circ\text{C}$ per menit ke 850°C . Zhao, dkk. (2014)

2.5 Pengaruh Jenis Garam pada Morfologi Partikel

Metode lelehan garam dipengaruhi oleh suhu pelelehan, rasio garam dan prekursor serta jenis garam. Sintesis oksida logam umumnya memerlukan garam campuran eutektik untuk menurunkan titik lelehnya untuk pembentukan produk. Titik leleh dari garam campuran membentuk titik eutektik diantaranya yakni NaCl-KCl sebesar 650°C dan $\text{Na}_2\text{SO}_4\text{-K}_2\text{SO}_4$ yakni 823°C (Gupta and Mao, 2021). Banyak pihak telah melaporkan pengaruh pemilihan jenis garam yang dapat mempengaruhi morfologi partikel. Akdogan, dkk. (2006) melaporkan hasil sintesis senyawa SrTi_2O_7 dan SrTiO_3 menggunakan metode lelehan garam dengan jenis garam NaCl , KCl dan garam campuran NaCl-KCl . Sintesis menggunakan 100%

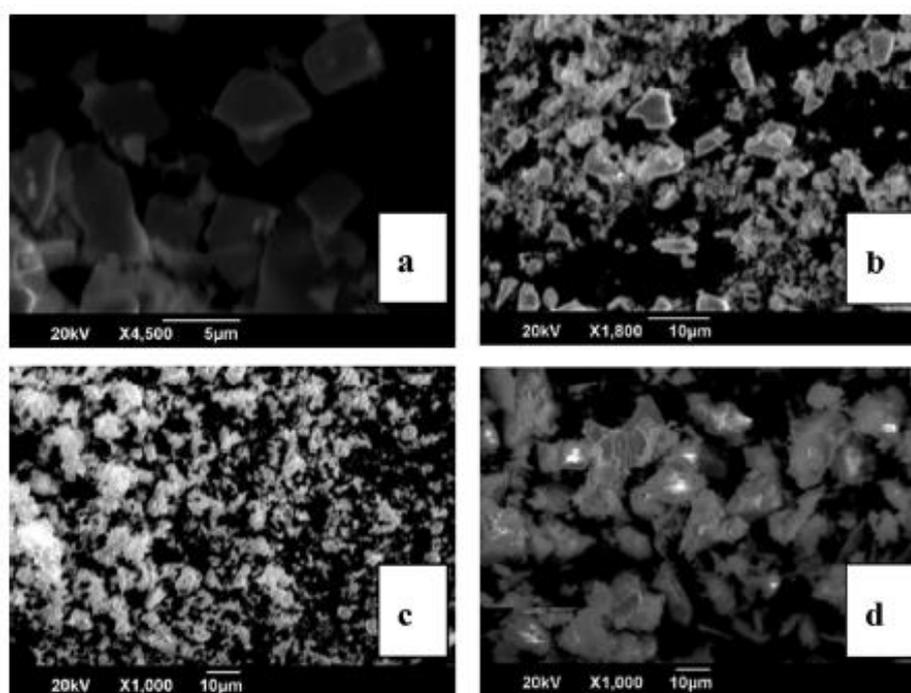
KCl dengan rasio garam 1:1 menghasilkan morfologi campuran diantaranya adalah benih *cubic-like*, *tetragonal-like* dan *platelet-like*. Ketika ditambahkan sejumlah NaCl kedalam garam KCl sehingga diperoleh 50% campuran fluks, morfologi yang dihasilkan pada senyawa $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ berbentuk *platelets* yang lebih baik apabila dibandingkan dengan penggunaan 100% KCl seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.14 (a) dan (b) menunjukkan *platelets* yang memanjang dengan aspek rasio 10:1 menjadi 15:1. Penggunaan 100% fluks NaCl benih kristal tumbuh menjadi morfologi tabular dan ukuran rata-rata kristal semakin meningkat yang ditunjukkan pada Gambar 2.14 (c) dan (d). Dari hal ini diketahui bahwa penggunaan jenis garam yang berbeda dapat mempengaruhi laju pembentukan kristal dan morfologi partikel yang dihasilkan.



Gambar 2.14 Benih $\text{Sr}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ yang disintesis menggunakan SEM pada suhu 1250°C dengan perbedaan fluks

Pihak lain juga melaporkan pengaruh jenis garam yang memengaruhi morfologi partikel. Li, dkk. (2012) melakukan sintesis pada senyawa $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$ dengan variasi jenis garam yang berbeda sangat memengaruhi morfologi partikel

yang terbentuk. Jenis garam sulfat relatif memiliki ukuran partikel yang lebih besar jika dibandingkan dengan jenis garam klorida. Senyawa $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$ memiliki ketergantungan yang kuat terhadap jenis garam yang berbeda. Hal ini ditunjukkan dengan morfologi partikel pada jenis garam klorida dan karbonat berbentuk *plate-like*, bentuk *quadrate-like* pada jenis garam KCl dan pada jenis garam sulfat tidak ditemukan bentuk yang dominan ditunjukkan pada Gambar 2.15.



Gambar 2.15 Hasil karakterisasi menggunakan SEM dari senyawa $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$ pada suhu 800°C (a) KCl; (b) NaCl; (c) K_2CO_3 ; (d) K_2SO_4 (Li, dkk., 2012)

Chang, dkk. (2014) melaporkan dalam hasil sintesis senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ menggunakan metode lelehan garam dengan garam KCl yang dilakukan variasi terhadap rasio perbandingan senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dengan garam KCl sebesar 0,50:1, 0,75:1, 1:1 dan 1,50:1. Dari hasil karakterisasi XRD, didapati bahwa garam natrium dapat memfasilitasi pembentukan $\text{Sr}_2\text{Bi}_4\text{Ti}_5\text{O}_{18}$ namun pada senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ lebih mudah terbentuk menggunakan garam KCl. Hal ini diasumsikan

bahwa terdapat perbedaan kelarutan dari prekursor yang digunakan yakni SrO dan TiO₂. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa rasio 0,50:1 menghasilkan ukuran distribusi partikel ~16,8 menjadi 3,1 µm seiring dengan penambahan rasio garam:produk sebesar 1,50:1. Hal ini dapat diartikan bahwa semakin besar rasio garam yang digunakan maka akan menghasilkan morfologi *plate-like* yang relatif sama dengan ukuran yang semakin kecil.

2.6 Kemanfaatan Ciptaan Allah dalam Al-Qur'an

Allah SWT dalam menciptakan bumi dan seisinya tidak ada yang sia-sia. Semua penciptan-Nya pastilah memiliki kebermanfaatan bagi manusia untuk dikelola guna memenuhi kehidupan manusia. Seperti dalam firman Allah SWT dalam Q.S. ad-Dukhan ayat 38.

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَٰعِبِينَ

Artinya : “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya dengan bermain-main.”

Dalam ayat tersebut menjelaskan bahwa langit dan bumi beserta isinya tidak diciptakan tanpa maksud dan tujuan. Semua yang dicipta oleh-Nya memiliki tujuan dan faedah masing-masing baik hal kecil hingga hal besar. Sesungguhnya yang demikian itu terdapat tanda-tanda yang jelas dan banyak bagi kaum yang selalu merenungkan kekuasaan Allah SWT. Keagungan ciptaan Allah menjadikan pelajaran bagi manusia, yakni orang yang mampu memahami hikmah dari setiap ciptaan Allah SWT. Pemahaman tentang hikmah dari ciptaan Allah menjadikan manusia untuk berfikir bahwa tidak ada satupun ciptaan Allah yang ada di bumi yang sia-sia (Kementrian Agama, 2011). Dalam tafsiran lain juga disebutkan bahwasanya Allah tidak menciptakan manusia dan seisi bumi ini dengan sia-sia.

Penciptaan manusia dan isinya bertujuan juga sebagai pengujian dan pembalasan bagi manusia yang berbuat buruk (Ash-Shiddieqy, 2003).

Manusia diciptakan memiliki tujuan yang sangat mulia dan tidak sia-sia apalagi penciptaan manusia disertai dengan akal. Manusia diciptakan untuk mengenal Allah dan dijadikan sebagai khilafahNya di bumi. Menjalankan tugas kekhalifahan merupakan ibadah yang terbagi menjadi dua macam yakni ibadah murni dan ibadah ghairu. Sehingga dapat disimpulkan bahwa manusia diciptakan sebenarnya ditujukan untuk beribadah kepada Allah. Dijadikannya manusia sebagai khilafah di bumi agar mereka dapat mengatur dan mengelola bumi ini sesuai dengan potensi yang ada pada diri mereka masing-masing karena Allah tidak akan menguji diluar kemampuan manusia (Muhammad, 2017)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari-Februari 2023 yang bertempat di Laboratorium Kimia Fisika 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-alat yang digunakan antara lain seperangkat alat gelas, aluminium foil, spatula, *mortar agate*, neraca analitik, tanur, *hotplate*, XRD, SEM dan UV-Vis DRS.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Bi_2O_3 (Aldrich 99,9%), TiO_2 (Aldrich 99,5%), V_2O_3 (Aldrich 99,9%), AgNO_3 (Aldrich 99,99%), NaCl (Aldrich 99,0%), KCl (Aldrich 99,0%), aseton dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

a. Tahap preparasi bahan dan pemanasan awal

Proses ini meliputi pengadaan bahan dan alat, perhitungan jumlah bahan penggilingan material awal dan proses homogenasi.

b. Tahapan sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$

Proses ini dilakukan dengan mencampurkan material awal dan garam. Kemudian dikalsinasi pada suhu 825 dan 850°C selama 6 jam. Lalu ditunggu hingga dingin pada suhu ruang dan dihilangkan garam menggunakan air panas.

c. Tahapan proses karakterisasi

Karakterisasi yang digunakan adalah (a) analisis produk sintesis dengan XRD, (b) analisis morfologi produk dengan SEM-EDS, (c) analisis perubahan nilai - energi celah pita menggunakan UV-Vis DRS.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$

Senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ disintesis menggunakan metode lelehan garam NaCl, KCl dan campuran NaCl-KCl dengan perbandingan molar 1:7. Prekursor ditimbang sesuai dengan perhitungan stokiometri reaksi dengan massa senyawa target sebanyak 3 gram. Komposisi prekursor yang digunakan telah dirangkum dalam Tabel 3.1. Pada tahap pertama prekursor Bi_2O_3 , TiO_2 , V_2O_3 dan garam NaCl, KCl dan campuran NaCl-KCl ditempatkan dalam mortar agate lalu digerus selama 1 jam yang ditambahkan aseton sebagai pelarut untuk menghomogenkan campuran.

Pada tahap kedua prekursor dan garam yang homogen lalu dikalsinasi pada suhu 825 dan 850°C masing-masing selama 6 jam. Setelah dilakukan pemanasan kemudian gerus sampel agar memudahkan proses pencucian untuk menghilangkan garamnya. Lalu dilakukan uji untuk mengidentifikasi keberadaan garam menggunakan larutan AgNO_3 . Kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 90°C hingga kering.

Tabel 3.1 Massa tiap bahan prekursor

Variasi Perlakuan	Massa Senyawa Target	Massa Prekursor (gram)				
		Bi ₂ O ₃	TiO ₂	V ₂ O ₃	NaCl	KCl
Garam NaCl	3 gram	1,1929	0,5932	0,0195	1,0484	-
Garam KCl		1,1929	0,5932	0,0195	-	1,3351
Garam Campuran NaCl-KCl		1,1929	0,5932	0,0195	1,0484	1,3351

3.4.2 Karakterisasi Hasil dengan Teknik Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar-X dilakukan untuk mengetahui senyawa sampel hasil sintesis. Pengukuran dilakukan pada rentang $2\theta(^{\circ}) = 10-90$. Data yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan data standar. Kemudian dilakukan *refinement* yang bertujuan untuk mendapatkan data kristalografinya.

3.4.3 Karakterisasi Hasil dengan SEM-EDS

Penggunaan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi partikel dan komposisi unsur yang terbentuk dari hasil sintesis. Sampel yang dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS berbentuk serbuk yang kemudian diletakkan pada holder dan dikarakterisasi pada perbesaran 3000-20.000 kali. Data yang diperoleh kemudian diolah menggunakan perangkat lunak *Image-J*.

3.4.4 Karakterisasi Hasil dengan UV-Vis DRS

UV-Vis DRS dilakukan untuk mengetahui serapan sinar pada material hasil sintesis dan energi celah pita. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm.

3.4.5 Analisis Data

Analisis data pada penelitian ini yaitu:

- a. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi XRD (difraktogram) kemudian dibandingkan dengan data standar dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Difraktogram murni yang diperoleh akan dilakukan *refinement* menggunakan program Rietica dengan metode Le-Bail untuk mendapatkan data kristal dari sintesis yang dilakukan.
- b. Hasil dari karakterisasi SEM-EDS akan dianalisis menggunakan *software Image-J* untuk mengetahui ukuran dan distribusi ukuran partikelnya.
- c. Data yang didapat dari hasil karakterisasi UV-Vis DRS (berupa % R) yang akan dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada persamaan 3.1.

$$F(R) = \left(\frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{K}{S} \right) \dots \dots \dots \text{Persamaan 3. 1}$$

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

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

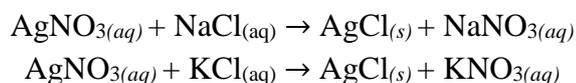
Dalam penelitian ini telah dilakukan sintesis senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ menggunakan metode lelehan garam dengan garam NaCl, KCl dan NaCl-KCl dengan rasio mol senyawa target dengan garam 1:7 pada suhu 825 dan 850°C selama 6 jam lalu produk yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDS dan UV-Vis DRS.

4.1. Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam

Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam diawali dengan menggerus prekursor dan garam selama satu jam dan sesekali ditambahkan aseton agar menjadi homogen dan kemudian dilakukan pemanasan menggunakan suhu 825 dan 850°C selama 6 jam. Perubahan warna sampel sebelum dan sesudah pemanasan ditampilkan pada Gambar 4.1 dan dapat dilihat bahwa terjadi perubahan warna dari hijau pucat menjadi warna oranye kekuningan yang mengindikasikan terjadinya reaksi kimia. Reaksi kimia yang terjadi ditampilkan pada persamaan 4.1.

$$2\text{Bi}_2\text{O}_3 + 2,9\text{TiO}_2 + 0,05\text{V}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} \dots \dots \dots \text{Persamaan 4. 1}$$

Setelah itu dilakukan pencucian menggunakan aquades panas bertujuan untuk menghilangkan garam. Untuk memastikan garam telah benar-benar hilang digunakan larutan AgNO_3 , apabila garam telah hilang maka tidak ada endapan putih yang dihasilkan ketika direaksikan dengan filtrat hasil pencucian. Pencucian dilakukan hingga garamnya benar-benar hilang. Reaksi AgNO_3 dengan garam yang terjadi adalah :



4.2. Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ Menggunakan XRD

Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ ditunjukkan pada Gambar 4.2 dan kemudian dibandingkan dengan data standar senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada data standar *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) nomor 16488. Dari perbandingan dapat diketahui bahwa ditemukan kesesuaian dengan data standar ICSD-16488 yang menunjukkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ berhasil disintesis. Analisis data difraktogram menunjukkan bahwa sumbu x adalah sudut 2θ dan sumbu y adalah intensitas yang telah dinormalisasi. Puncak-puncak khas senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ ditemukan pada 2θ ($^\circ$) : 10,86; 16,11; 21,53; 23,18; 26,97; 30,25; 32,94; 37,00; 38,69; 39,87; 42,75; 44,07; 47,54; 51,78; 57,16; 58,66; 62,59; 64,23; dan 69,52. Gambar 4.2 juga menunjukkan bahwa difraktogram senyawa yang disintesis dengan garam KCl dan NaCl-KCl tidak ditemukan puncak tambahan yang mengindikasikan senyawa yang dihasilkan murni. Sedangkan senyawa yang disintesis menggunakan garam NaCl ditemukan adanya puncak tambahan yang mengindikasikan adanya pengotor. Hal ini menunjukkan jenis garam berpengaruh pada reaksi yang terjadi. Hal ini dikarenakan garam memiliki viskositas yang berbeda sehingga berpengaruh kepada kemampuan difusinya (Levitas, dkk., 2021).

Gambar 4.3 menampilkan difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ pada posisi 2θ ($^\circ$) = 21,67 dan 23,33 yang merupakan bidang kristal d_{hkl} : [111] dan [800] (Zarycka, dkk., 2005). Dari Gambar 2.3 dapat dilihat terjadi perubahan tren intensitas difraktogram. Senyawa produk yang disintesis dengan garam NaCl mempunyai puncak difraktogram yang tinggi pada bidang kristal [111] dibandingkan dengan puncak pada bidang [800] yang menunjukkan bahwa pertumbuhan kristal dengan bidang [111] memiliki intensitas lebih dominan.

Sedangkan pada sampel yang disintesis dengan garam KCl mempunyai puncak difraktogram bidang kristal [800] yang lebih dominan dengan bidang kristal [111] dan pada sampel yang disintesis menggunakan garam NaCl-KCl pada bidang kristal [800] sama dominannya dengan bidang kristal [111]. Hal ini mengindikasikan bahwa jenis garam berpengaruh pada pertumbuhan bidang kristal. Akdogan, dkk. (2006) menyatakan bahwa meningkatnya puncak [111] dari senyawa yang disintesis menggunakan garam NaCl merupakan hubungan langsung dengan morfologi yang terbentuk dan begitu pula dengan sampel yang disintesis dengan garam KCl dan NaCl-KCl.

Tingkat kecocokan difraktogram sampel tanpa pengotor dapat diketahui dengan proses *refinement* yang menggunakan data standar ICDS nomor 16488. Data hasil *refinement* ditampilkan pada Gambar 4.4 dengan lingkaran hitam yaitu data yang telah dikalkulasi, lingkaran merah yaitu data yang diobservasi, garis hijau yaitu puncak Bragg dan garis biru adalah selisih dari data observasi dan data kalkulasi. Plot data hasil *refinement* dirangkum pada Tabel 4.1. Nilai R_p senyawa BITV-KCl adalah 9,17 dan BITV-NaCl:KCl adalah 9,32 yang menunjukkan kesesuaian yang baik antara difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ dengan data standar. Hal ini menunjukkan bahwa data-data kristalografi ($a : 32,97; 32,74$; $b : 5,42; 5,40$; $c : 5,46; 5,44$; $V : 976,50; 961,93$) dari sampel yang diperoleh memiliki kemiripan dengan data kristalografi dari standar ICSD-16488.

4.3. Karakterisasi menggunakan SEM-EDS

Morfologi partikel senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ ditampilkan pada Gambar 4.5 dengan perbesaran 2.000x. Dari hasil mikrograf SEM, morfologi yang terbentuk adalah *plate-like* yang sesuai dengan hasil sintesis yang dilaporkan oleh Li, dkk.

(2012). Dari mikrograf SEM dapat dilihat bahwa partikel yang dihasilkan dengan menggunakan garam NaCl cenderung tidak seragam dengan ukuran yang lebih besar sebaliknya dengan menggunakan garam KCl dihasilkan morfologi yang lebih seragam namun lebih kecil. Sedangkan yang menggunakan garam NaCl-KCl dihasilkan morfologi yang lebih seragam dengan ukuran yang lebih besar dibandingkan dengan hasil morfologi yang menggunakan garam KCl. Hal ini juga ditunjukkan dengan hasil perhitungan distribusi partikel pada Gambar 4.6. Perhitungan distribusi partikel menunjukkan bahwa partikel yang dihasilkan KCl lebih seragam dibandingkan dengan partikel yang dihasilkan oleh KCl dan NaCl-KCl dan partikel yang dihasilkan NaCl memiliki ukuran yang paling besar.

Ukuran partikel yang dihasilkan oleh garam NaCl adalah paling besar yang menunjukkan bahwa laju *crystal growth* lebih tinggi dibandingkan penggunaan garam yang lain, sedangkan pada morfologi yang dihasilkan dengan garam KCl lebih kecil sehingga memiliki laju nukleasi yang paling tinggi dibandingkan dengan garam lain (Marella, dkk., 2021). Lalu ketika menggunakan garam campuran NaCl:KCl dengan rasio mol 1:1 maka ukuran partikel yang diperoleh berada di antara ukuran produk sintesis dengan garam NaCl dan KCl. Hal ini menunjukkan adanya pengaruh garam pada pertumbuhan partikel.

Dalam sampel yang disintesis menggunakan garam NaCl, saat pemanasan campuran dimulai yang telah mencapai titik leleh diasumsikan telah terbentuk fase pada suhu 801°C (titik leleh garam NaCl) seiring berjalannya waktu sehingga prekursor mampu terdifusi kepada lelehan garam namun didapatkan rasio nukleasi yang lebih rendah dibandingkan dengan pertumbuhan kristalnya. Dalam sampel yang disintesis menggunakan garam KCl diasumsikan garam telah meleleh ketika

mencapai titik lelehnya (770°C) sehingga prekursor mampu terdifusi pada medianya dan menghasilkan morfologi yang seragam. Saat menggunakan garam NaCl-KCl dan telah mencapai titik lelehnya (650°C) maka didapatkan morfologi yang seragam namun lebih kecil daripada morfologi yang disintesis menggunakan garam NaCl sehingga diasumsikan bahwa laju nukleasinya lebih tinggi daripada laju pertumbuhan kristalnya. Li, dkk. (2012) melaporkan bahwa kelarutan garam dengan prekursor dapat mempengaruhi nukleasi. Jika kelarutan prekursor dengan garam tinggi maka nukleasinya akan lambat namun nukelasi akan cepat jika kelarutan antar prekursor dan garamnya rendah. Hasil perhitungan distribusi partikel menunjukkan bahwa sampel yang disintesis menggunakan garam NaCl memiliki ukuran yang lebih besar dengan rata-rata ukuran $2,18 \pm 1,18 \mu\text{m}$, dengan garam KCl diperoleh rata-rata ukuran $0,67 \pm 0,19 \mu\text{m}$ dan menggunakan garam NaCl-KCl diperoleh rata-rata ukuran yaitu $1,73 \pm 1,08 \mu\text{m}$. Keseragaman morfologi dapat diketahui berdasarkan nilai simpangan baku. Apabila nilai simpangan baku semakin kecil maka tingkat keseragaman morfologinya semakin tinggi. Berdasarkan hal ini apabila digunakan untuk aplikasi fotokatalitik dapat menggunakan sampel yang disintesis dengan garam KCl karena menghasilkan morfologi kecil dan tipis serta relatif seragam. Aktifitas fotokatalis membutuhkan luas permukaan yang lebih besar karena dapat menyediakan situs permukaan aktif untuk reaksi fotokatalis (He, dkk., 2014).

4.4. Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS

Spektra reflektan senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ yang ditampilkan pada Gambar 4.7 dan selanjutnya diolah dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk untuk menghitung nilai energi celah pita yang hasilnya dirangkum pada

Tabel 4.2. Hasil serapan di daerah sinar tampak yang paling baik ditunjukkan oleh senyawa $\text{Bi}_4\text{T}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ yang disintesis menggunakan garam NaCl-KCl karena memiliki intensitas (% reflektansi) terendah dan panjang gelombang bergeser ke arah yang lebih besar. Nilai energi celah pita yang didapatkan cenderung tetap dan tidak mengalami perubahan yang signifikan. Dari plot Tauc yang ditampilkan pada Gambar 4.8 dapat diketahui bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{T}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ mempunyai dua nilai energi celah pita yaitu pada 3,11 dan 2,13 eV. Model plot Tauc yang diperoleh sama model plot Tauc senyawa $\text{Bi}_4\text{T}_3\text{O}_{12}$ terdoping Sr dan V (SBVT) yang dilaporkan oleh Ramana, dkk. (2017) yang menyatakan ada dua energi celah pita. Keberadaan dua energi celah pita menunjukkan adanya dua transisi elektronik yaitu (a) orbital hibrida Bi 6s dan O 2p ke pita konduksi Ti 3d dan (b) setelah terdoping adanya kontribusi dari Vanadium dari pita valensi Bi 6s dan O 2p menuju pita konduksi Ti 3d (Ramana, dkk., 2017). Nilai energi celah pita yang pertama kurang lebih sama dengan laporan energi celah pita senyawa $\text{Bi}_4\text{T}_3\text{O}_{12}$ tanpa didoping oleh vanadium (Ramana, dkk., 2017).

Nilai energi celah pita senyawa $\text{Bi}_4\text{T}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ yang disintesis menggunakan garam NaCl memiliki nilai energi celah pita (E_{g1}) yaitu 3,11 eV dan semakin turun menjadi 2,13 eV disebabkan adanya doping dari vanadium namun pada sampel yang disintesis menggunakan garam NaCl masih ditemukan adanya pengotor. Agustina, dkk. (2020) menyatakan bahwa penurunan energi celah pita disebabkan adanya pendopingan dari vanadium namun dikarenakan ditemukan adanya pengotor sehingga mekanisme yang disebabkan masih belum jelas tetapi memiliki nilai energi celah pita yang paling kecil apabila dibandingkan dengan senyawa yang disintesis menggunakan garam lain. Shimkevich, (2019) mengatakan

bahwa setiap pengotor yang ada pada garam cair memberikan pengaruh terhadap nilai energi celah pitanya.

4.5. Sintesis Bi₄Ti₃O₁₂ dalam Perspektif Islam

Allah SWT menciptakan bumi dan seisinya memiliki maksud dan tujuan yang berguna bagi satu sama lain dan tidak ada yang berakhir sia-sia. Sesuai firman Allah dalam surat Ali-Imran ayat 190-191. Makna pada ayat 190 yaitu ketinggian dan keluasan langit serta kerendahan bumi dan kepadatannya. Semua itu merupakan ketetapan Allah SWT yang Maha Pengatur lagi Maha Menguasai segala sesuatu. Oleh karena itu diakhir ayat Allah SWT berfirman “*Terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal (Ulul Albab)*”. Yaitu mereka yang memiliki akal sempurna dan bersih. Makna ayat 191 yaitu sifat mengenai *Ulul Albab* yang dimaksudkan ialah mereka yang tidak pernah putus berdzikir dalam semua keadaan dan dapat memahami yang terjadi diantara keduanya (langit dan bumi). Allah SWT memuji hamba-hambanya yang beriman lalu mereka berkata bahwa Allah tidak menciptakan semua ini dengan kesia-siaan namun dengan penuh kebenaran. Kemudian Allah SWT menyucikan dari perbuatan sia-sia dan penciptaan yang bathil. Atas penciptaan alam semesta ini, hendaknya kita menyadari tugas sebagai khalifah Allah yang wajib memakmurkan bumi serta menjadi rahmat bagi alam sekelilingnya (Sofia, 2021).

Segala ciptaan Allah SWT tidak ada yang sia-sia dan haruslah dijaga oleh manusia sebagai khalifah di muka bumi. Allah berfirman dalam surah al-Hadid ayat 25.

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيَقُومَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ ۗ وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَنْ يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ ۗ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ

Artinya : “Sungguh, Kami telah mengutus rasul-rasul Kami dengan bukti-bukti yang nyata dan Kami turunkan bersama mereka Kitab dan neraca (keadilan) agar manusia dapat berlaku adil. Dan Kami menciptakan besi yang mempunyai kekuatan hebat dan banyak manfaat bagi manusia, dan agar Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)-Nya dan rasul-rasul-Nya walaupun (Allah) tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Mahakuat, Mahaperkasa.

Pada ayat tersebut dijelaskan bahwa Allah tidak hanya menciptakan besi saja melainkan menciptakannya dengan bahan lain seperti tambang dan logam. Kemudian diajarkan kepada manusia cara membuatnya. Mereka menggunakan unsur besi ini untuk beberapa keperluan dalam kehidupan sehari-hari yaitu alat makan, perkakas rumah tangga, untuk mendirikan bangunan seperti gedung atau rumah dan alat transportasi umum yang biasa dijumpai sekarang. Besi, tembaga dan logam tersebut sudah berkembang dan senyawa bismut titanat merupakan salah satu pengembangan dari penciptaan Allah oleh manusia. Senyawa ini dapat digunakan sebagai material fotokatalis yang digunakan untuk degradasi zat warna pada limbah air (Faniyah and Hidayatullah, 2021).

BAB V PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ berhasil dengan grup ruang $Aba2$ namun ditemukan pengotor pada senyawa yang disintesis menggunakan garam NaCl yaitu Bi_2O_3 . Dari difraktogram sampel dapat diketahui bahwa jenis garam dapat berpengaruh pada pertumbuhan bidang kristalnya, dimana pada sampel yang disintesis dengan garam NaCl pertumbuhannya lebih dominan pada bidang kristal [800], dengan garam KCl pertumbuhannya lebih dominan pada bidang kristal [111] sedangkan pada garam NaCl-KCl menghasilkan pertumbuhan yang sama pada posisi 2θ 23,28. Hasil SEM-EDS menunjukkan bahwa perhitungan distribusi partikel menggunakan garam NaCl menghasilkan rata-rata $2,18 \pm 1,18 \mu\text{m}$, dengan garam KCl yaitu $0,67 \pm 0,19 \mu\text{m}$ dan dengan garam NaCl-KCl dengan rata-rata $1,73 \pm 1,08 \mu\text{m}$. Hasil UV-Vis DRS menghasilkan dua energi celah pita yang berbeda yaitu $E_{g1} = 3,11$ dan $E_{g2} = 2,13$ eV pada sampel yang disintesis menggunakan garam NaCl, $E_{g1} = 3,05$ dan $E_{g2} = 2,07$ eV pada sampel yang disintesis menggunakan garam KCl dan $E_{g1} = 3,12$ dan $E_{g2} = 2,07$ eV pada sampel yang disintesis menggunakan garam NaCl:KCl.

5.2. Saran

Sebaiknya perlu dilakukan analisis pengaruh variasi rasio molar produk dengan garam terhadap struktur, morfologi dan energi celah dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ yang disintesis menggunakan metode lelehan garam dengan garam NaCl, KCl dan NaCl-KCl.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, K. R., Suheriyanto, D., and 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
- Akdogan, E. K., Brennan, R. E., Allahverdi, M., and 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.
- Chang, Y., Wu, J., Yang, B., Zhang, S., Lv, T., and 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., and 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.
- Eriyanto, B. 2019. Fasâd Al-Arđi dalam Tafsir Al-Sya'rawi. *Skripsi*, 5.
- Faniyah, I., dan Hidayatullah, A. F. 2021. Kajian Logam Dalam Al-Qur'an dan Korelasinya pada Konsep Pemikiran Jabir Bin Hayyan. *Al-Kimiya*, 8(1), 21–27.
- Gu, D., Qin, Y., Wen, Y., Li, T., Qin, L., and 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.
- Gupta, S. K., and Mao, Y. 2021a. A review on molten salt synthesis of metal oxide nanomaterials: Status, opportunity, and challenge. *Progress in Materials Science*, 117(September).
- Gupta, S. K., and Mao, Y. 2021b. Recent Developments on Molten Salt Synthesis of Inorganic Nanomaterials: A Review. *Journal of Physical Chemistry C*, 125(12), 6508–6533.
- Hakim, L., dan Munawir, M. 2020. Kesadaran Ekologi Dalam Al-Qur'an: Studi Penafsiran Al-Razi Pada Qs. Al-Rum (30): 41. *TAFSE: Journal of Qur'anic Studies*, 5(2), 51.
- He, H., Yin, J., Li, Y., Zhang, Y., Qiu, H., Xu, J., Xu, T., and 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.

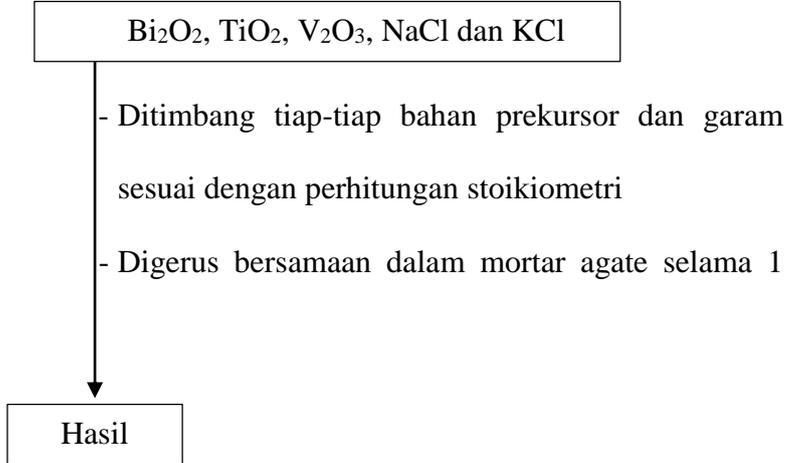
- Januari, T., Aini, N., Barroroh, H., & Prasetyo, A. 2020. The effect of synthesis time to particle size of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ which synthesized using molten single salt NaCl method. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 456(1).
- Jardiel, T., Caballero, A. C., and Villegas, M. 2008. Aurivillius ceramics: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -based piezoelectrics. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 116(1352), 511–518.
- Kowsari, E. 2017. *Carbon-Based Nanocomposites for Visible Light-Induced Photocatalysis*. 203–249.
- Levitas, B., Piligian, S., Ireland, T., & Gopalan, S. 2021. Elucidating the influence of molten salt chemistries on the synthesis and stability of perovskites oxides. *RSC Advances*, 11(47), 29156–29163.
- Li, B. R., Liu, X. T., Chen, P. L., & Zheng, Y. S. 2012. Effect of salt species on characterization of $\text{Bi}_3\text{NbTiO}_9$ powders prepared by molten salt method. *Ceramics International*, 38(1), 105–110.
- 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*. 10(May), 64–71.
- Moon, S. Y., Choi, K. S., Jung, K. W., Lee, H., & Jung, D. 2002. Ferroelectric properties of substituted Aurivillius phases $\text{SrBi}_2\text{Nb}_{2-x}\text{M}_x\text{O}_9$ (M=Cr, Mo). *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 23(10), 1463–1466.
- Moure, A. 2018. Review and perspectives of Aurivillius structures as a lead-free Piezoelectric system. *Applied Sciences (Switzerland)*, 8(1).
- Muhammad, M. T. 2017. Kualitas Manusia Dalam Pandangan Al-QurânTM. *Jurnal Ilmiah Al-Mu'ashirah*, 13(1), 1.
- Porob, D. G., & Maggard, P. A. 2006. Synthesis of textured $\text{Bi}_5\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ and $\text{LaBi}_4\text{Ti}_3\text{FeO}_{15}$ ferroelectric layered Aurivillius phases by molten-salt flux methods. *Materials Research Bulletin*, 41(8), 1513–1519.
- Ramana, E. V., Prasad, N. V., Tobaldi, D. M., Zavašnik, J., Singh, M. K., Hortigüela, M. J., Seabra, M. P., Prasad, G., & 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.
- Rodhiyah, N., Hardian, A., Tassya, J., & Prasetyo, A. 2018. The Effect of Molar Ratio $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}/\text{NaCl}$ to Molten Salt Synthesis Method of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *The 9th International Conference on Green Technology, October*, 51–53.

- Salim Afrozi, A., & Sudaryanto. 2016. Penambahan N pada TiO₂ dan Pengaruhnya pada Energi Band Gap TiO₂ sebagai Bahan pengolah Limbah. *PENAMBAHAN N PADA TiO₂ DAN PENGARUHNYA PADA ENERGI BAND GAP TiO₂ SEBAGAI BAHAN PENGOLAH LIMBAH*, August, 59–64.
- Shimkevich, A. L. 2019. Introduction in the band theory of molten salts. *Physics Letters, Section A: General, Atomic and Solid State Physics*, 383(11), 1207–1213.
- 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.
- Wang, W., Tadé, M. O., & Shao, Z. 2015. Research progress of perovskite materials in photocatalysis- and photovoltaics-related energy conversion and environmental treatment. *Chemical Society Reviews*, 44(15), 5371–5408.
- Yao, W. F., Wang, H., Xu, X. H., Shang, S. X., Hou, Y., Zhang, Y., & Wang, M. 2003. Synthesis and photocatalytic property of bismuth titanate Bi₄Ti₃O₁₂. *Materials Letters*, 57(13–14), 1899–1902.
- Yuan, G., Zhang, G., Li, K., Li, F., Cao, Y., He, J., Huang, Z., Jia, Q., Zhang, S., & Zhang, H. 2020. Preparation and photocatalytic performance for degradation of rhodamine b of AgPt/Bi₄Ti₃O₁₂ composites. *Nanomaterials*, 10(11), 1–15.
- Zarycka, A., Lisińska-Czekaj, A., Czuber, J., Orkisz, T., Ilczuk, J., & Czekaj, D. 2005. The sol-gel synthesis of bismuth titanate electroceramic thin films. *Materials Science- Poland*, 23(1), 167–175.
- Zhang, H., Liang, Y., Zhu, Y., Liu, S., Li, K., Yang, J., & Lei, W. 2018. Tuning photoluminescence in layered Pr doped Bi₄Ti₃O₁₂ 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 Bi₄Ti₃O₁₂ particles in molten salt fluxes. *Integrated Ferroelectrics*, 154(1), 154–158.
- Zulhadjri, Z., Amir, F. Q., Mahmud, M., Septiani, U., & Arief, S. 2020. Struktur dan Sifat Dielektrik Senyawa Aurivillius CaBi₃LaTi₄O₁₅ yang Disintesis dengan Teknik Hidrotermal. *Jurnal Riset Kimia*, 11(1), 9–15.

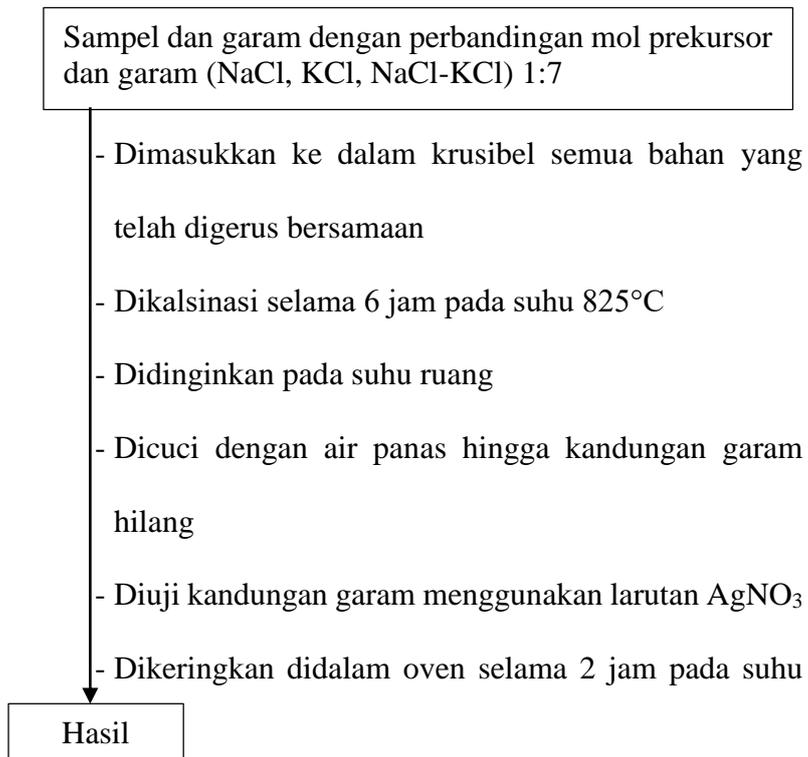
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

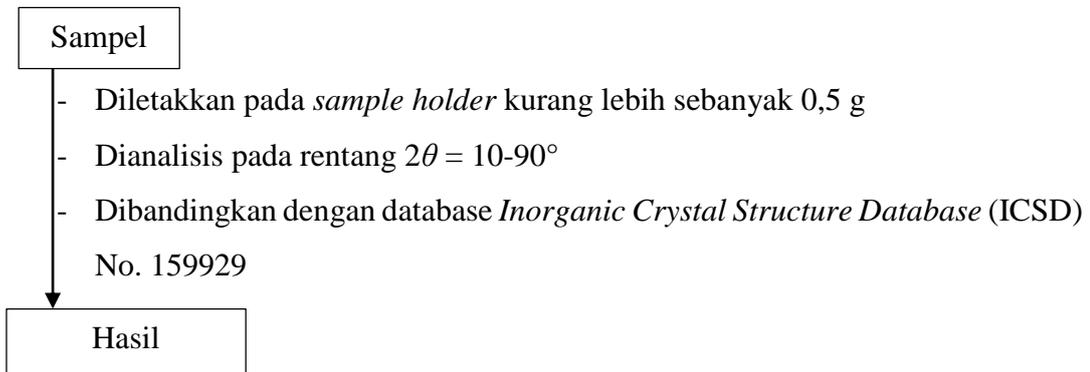
L.1.1 Preparasi Bahan



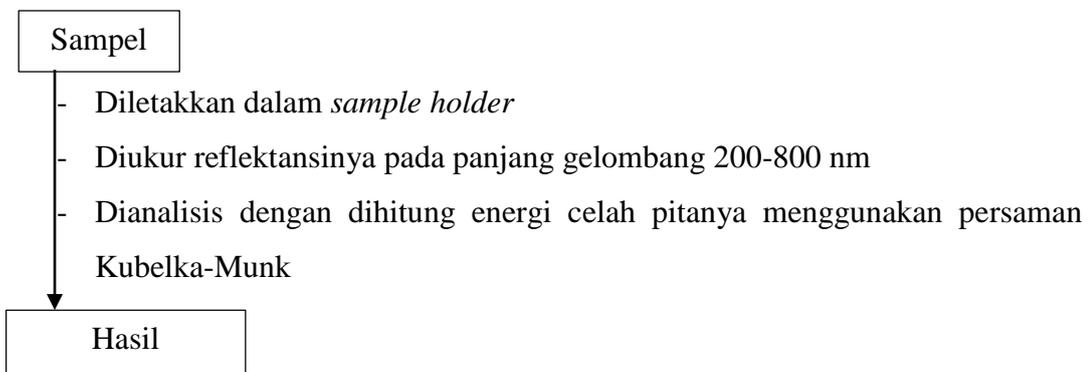
L.1.2 Sintesis senyawa Bi₄Ti_{2,9}V_{0,1}O₁₂ dengan Metode Lelehan Garam



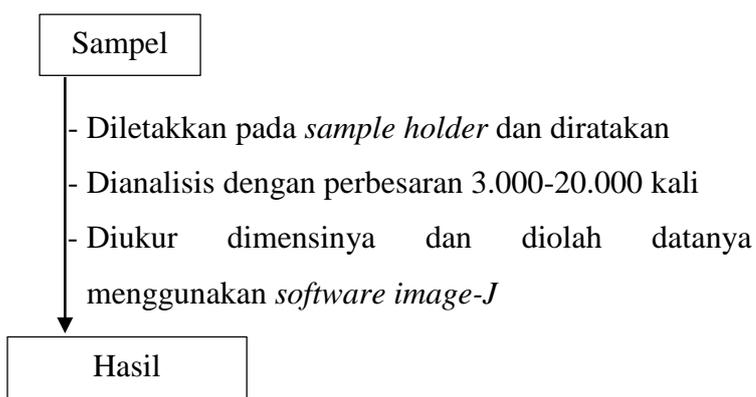
L 1.3 Analisis Data menggunakan *X-Ray Diffraction*



L 1.4 Analisis Data menggunakan UV-Vis DRS



L 1.5 Analisis Data menggunakan SEM-EDS



Lampiran 2. Perhitungan

Perhitungan massa tiap-tiap prekursor dan garam yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

Diketahui :

Massa senyawa target	: 3 gram
Rasio molar produk : garam	: 1:7
Mr Bi ₂ O ₃	: 465,96 gram/mol
Mr TiO ₂	: 79,9 gram/mol
Mr V ₂ O ₃	: 150 gram/mol
Mr NaCl	: 58,5 gram/mol
Mr KCl	: 74,5 gram/mol
Ar Bi	: 208,98 gram/mol
Ar Ti	: 47,87 gram/mol
Ar V	: 50,94 gram/mol
Ar O	: 16 gram/mol

Reaksi yang terjadi : $2\text{Bi}_2\text{O}_3 + 2,9\text{TiO}_2 + 0,05\text{V}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} + \text{O}_2$

1. Mr Bi₄Ti_{2,9}V_{0,1}O₁₂

$$\begin{aligned}
 \text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} &= (4 \times \text{Ar Bi}) + (2,9 \times \text{Ar Ti}) + (0,1 \times \text{Ar V}) + \\
 &\quad (12 \times \text{Ar O}) \\
 &= [(4 \times 208,98) + (2,9 \times 47,87) + (0,1 \times 50,94) + \\
 &\quad (12 \times 16)] \text{ gram/mol} \\
 &= [835,92 + 138,82 + 5,09 + 192] \text{ gram/mol} \\
 &= 1171,83 \text{ gram/mol}
 \end{aligned}$$

2. Mol Bi₄Ti_{2,9}V_{0,1}O₁₂

$$\begin{aligned}
 \text{Mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} &= \frac{\text{massa target}}{\text{Mr Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}} \\
 &= \frac{3 \text{ gram}}{1171,83 \text{ gram/mol}}
 \end{aligned}$$

- $$= 0,0025601 \text{ mol}$$
- 3. Massa Bi₂O₃**
- $$= \text{Mr Bi}_2\text{O}_3 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} \times 2$$
- $$= 465,96 \text{ gr/mol} \times 0,0025601 \text{ mol} \times 2$$
- $$= 1,1929042 \text{ gr} \approx 1,1929 \text{ gr}$$
- 4. Massa TiO₂**
- $$= \text{Mr TiO}_2 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} \times 2,9$$
- $$= 79,9 \text{ gr/mol} \times 0,0025601 \text{ mol} \times 2,9$$
- $$= 0,59320077 \text{ gr} \approx 0,5932 \text{ gr}$$
- 5. Massa V₂O₃**
- $$= \text{Mr V}_2\text{O}_3 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12} \times 0,05$$
- $$= 150 \text{ gr/mol} \times 0,0025601 \text{ mol} \times 0,05$$
- $$= 0,0195075 \text{ gr} \approx 0,0195 \text{ gr}$$
- 6. Mol NaCl**
- $$= 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$$
- $$= 7 \times 0,0025601 \text{ mol}$$
- $$= 0,0179207 \text{ mol}$$
- 7. Massa NaCl**
- $$= \text{Mr NaCl} \times \text{mol NaCl}$$
- $$= 58,5 \text{ gr/mol} \times 0,0179207 \text{ mol}$$
- $$= 1,04836 \text{ gr} \approx 1,0484 \text{ gr}$$
- 8. Mol KCl**
- $$= 7 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$$
- $$= 7 \times 0,0025601 \text{ mol}$$
- $$= 0,0179207 \text{ mol}$$
- 9. Massa KCl**
- $$= \text{Mr KCl} \times \text{mol KCl}$$
- $$= 74,5 \text{ gr/mol} \times 0,0179207 \text{ mol}$$
- $$= 1,3351 \text{ gr}$$

Lampiran 3 Data UV-Vis DRS Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$

- Perhitungan panjang gelombang senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ menggunakan garam NaCl

Diketahui :

$$E_{g1} = 3,11 \text{ eV}$$

$$E_{g2} = 2,13 \text{ eV}$$

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

Panjang gelombang pada $E_{g1} = 3,11 \text{ eV}$

$$\begin{aligned} \lambda &= \frac{h.c}{E} = \frac{4,1360 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,11 \text{ eV}} \\ &= 3,98 \times 10^{-7} \text{ m} \\ &= 398 \text{ nm} \end{aligned}$$

Panjang gelombang pada $E_{g2} = 2,13 \text{ eV}$

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

Panjang gelombang pada $E_{g2} = 2,13 \text{ eV}$

$$\begin{aligned} \lambda &= \frac{h.c}{E} = \frac{4,1360 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,13 \text{ eV}} \\ &= 5,83 \times 10^{-7} \text{ m} \\ &= 583 \text{ nm} \end{aligned}$$

- Perhitungan panjang gelombang senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ menggunakan garam KCl

Diketahui :

$$E_{g1} = 3,05 \text{ eV}$$

$$E_{g2} = 2,07 \text{ eV}$$

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

Panjang gelombang pada $E_{g1} = 3,05 \text{ eV}$

$$\begin{aligned}\lambda &= \frac{h.c}{E} = \frac{4,1360 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,05 \text{ eV}} \\ &= 4,07 \times 10^{-7} \text{ m} \\ &= 407 \text{ nm}\end{aligned}$$

Panjang gelombang pada $E_{g2} = 2,07 \text{ eV}$

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

Panjang gelombang pada $E_{g2} = 2,13 \text{ eV}$

$$\begin{aligned}\lambda &= \frac{h.c}{E} = \frac{4,1360 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,07 \text{ eV}} \\ &= 5,99 \times 10^{-7} \text{ m} \\ &= 599 \text{ nm}\end{aligned}$$

- Perhitungan panjang gelombang senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2,9}\text{V}_{0,1}\text{O}_{12}$ menggunakan garam NaCl-KCl

Diketahui :

$$E_{g1} = 3,12 \text{ eV}$$

$$E_{g2} = 2,07 \text{ eV}$$

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

Panjang gelombang pada $E_{g1} = 3,12 \text{ eV}$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,1360 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,12 \text{ eV}}$$

$$= 3,98 \times 10^{-7} \text{ m}$$

$$= 398 \text{ nm}$$

Panjang gelombang pada $E_{g2} = 2,07 \text{ eV}$

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

Panjang gelombang pada $E_{g2} = 2,07 \text{ eV}$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,1360 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{2,07 \text{ eV}}$$

$$= 5,99 \times 10^{-7} \text{ m}$$

$$= 599 \text{ nm}$$