

SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan METODE LELEHAN GARAM LiCl-KCl

SKRIPSI

Oleh:
IHSANUL MUKMININ
NIM. 19630029



PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2025

SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan METODE LELEHAN GARAM LiCl-KCl

SKRIPSI

Oleh:
IHSANUL MUKMININ
NIM. 19630029

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

PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2025

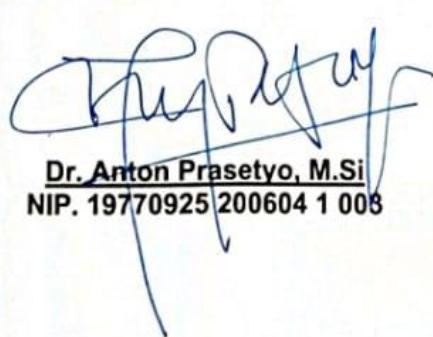
SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan METODE LELEHAN GARAM LiCl-KCl

SKRIPSI

Oleh:
IHSANUL MUKMININ
NIM. 19630029

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 17 Desember 2025

Pembimbing I

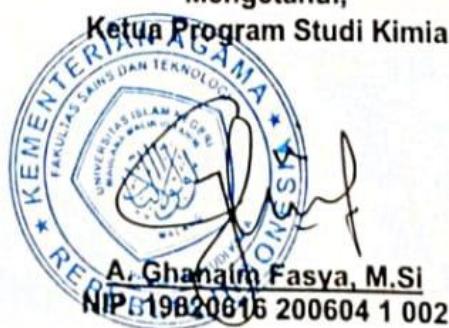

Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 008

Pembimbing II


Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIP. 19890113 202321 1 028

Mengetahui,

Ketua Program Studi Kimia



A. Ghafar Fasya, M.Si
NIP. 19820816 200604 1 002

SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan METODE LELEHAN GARAM LiCl-KCl

SKRIPSI

Oleh:
IHSANUL MUKMININ
NIM. 19630029

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 19 Desember 2025

Ketua Penguji : Dr. Tri Kustono Adi, M.Sc
NIP. 19710311 200312 1 002

Anggota Penguji I : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIP. 19851020 201903 2 012

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

Anggota Penguji III : Oky Bagas Prasetyo M.Pd.I
NIP. 19890113 202321 1 028





HALAMAN PERSEMBAHAN

Puji itruct atas kehadirat Allah SWT yang telah memberikan itruct serta hidayahNya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini dengan baik. Keberhasilan ini, tidaklah lepas dari dukungan, doa, dan bantuan orang-orang yang luar biasa. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Keluarga penulis, Bapak Dahri, Ibu Muntammah, dan Ifti Karomatul Istiqomah S. Pd., terima kasih atas doa, kasih sayang, dan dukungan baik secara moril maupun materil yang telah diberikan kepada penulis. Terima kasih telah memberikan segalanya kepada penulis, selalu siap menjadi tempat keluh kesah dalam setiap langkah dan proses yang penulis pilih sehingga penulis dapat menyelesaikan studi sarjana kimia ini dengan baik. Kepada kedua orang tua penulis, gelar sarjana sains ini penulis persembahkan.
2. Dr. Anton Prasetyo, M.Si., selaku dosen pembimbing utama skripsi dan sekaligus wali dosen penulis yang telah memberikan penulis arahan dan dukungan untuk menyelesaikan skripsi ini. Terima kasih atas pandangan skeptisme dan realisme, selalu sabar dalam membimbing penulis, selalu memberikan nasihat serta memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
3. Oky Bagas Prasetyo M.Pd.I, selaku dosen pembimbing agama skripsi penulis yang telah memberikan arahan dan dukungan dalam menyelesaikan skripsi ini. Terima kasih telah memberikan nasihat, pengalaman, dan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
4. Teman-teman baik penulis, Eza, Fathur, Ara, Nola, Wildan, Shafly, Pai, Mu'iz, Mamad, Linda, UKM Inovasi, UKM LKP2M, UKM KSR PMI, Mapala Tursina, Angkringan Ismaya, Pasar Buku Wilis, Pak Irwan penjual buku, Soto Qona'ah, Restu Ibu, almh. Zahro, Septi, dan siapapun yang pernah berjumpa dalam perjalanan, yang selalu bersedia mendengarkan keluh kesah, menjadi sandaran ternyaman, bersedia berdiskusi, berdebat, dan menemani penulis baik dalam keadaan susah maupun senang.
5. Alm. K.H. Muhammad Ghozali Yahya dan sekeluarga yang telah memberikan tempat tinggal, contoh hidup tasawuf, ilmu, sanad, dan juga contoh yang sangat-sangat bermanfaat bagi penulis dalam kehidupan.
6. Bapak Kiai Ghufron dan PPTQ. Baitul Abidin sekeluarga yang telah memberikan tempat tinggal, ilmu, dan juga contoh yang sangat-sangat bermanfaat bagi penulis dalam kehidupan.

MOTTO

These things are beautiful
Don't think they're reachable
Another day, another sunset
Confession won't make it right
All the things we do at night
Another day, another mindset
The death will smile at every man
All one can do is to smile back
Something indigenous for someone oblivious
Is just some other day
Another sidetrack
Another day, another sunset
Another day, another sunset
Another day, another mindset
Another day, another mindset
(Another day, The Sigit)

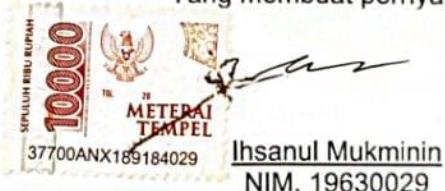
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ihsanul Mukminin
NIM : 19630029
Prodi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis Senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam LiCl-KCl

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

Malang, 23 Desember 2025
Yang membuat pernyataan,



KATA PENGANTAR

Alhamdulillaah, puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT. Atas limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul "**SINTESIS SENYAWA $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan METODE LELEHAN GARAM LiCl-KCl** ". Semoga semua yang penulis upayakan dapat memberikan manfaat bagi pembaca. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada *Habibanaa wa Nabiyanaa* Muhammad Saw. Selanjutnya, penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu menyelesaikan skripsi ini, khususnya kepada:

1. Prof. Dr. Hj. Ilfi Nur Diana, M.Si., selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. H. Agus Mulyono, M.Si., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. A. Ghanaim Fasya, M.Si, selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Dr. Anton Prasetyo, M.Si., selaku dosen wali dan dosen pembimbing yang senantiasa menuntun penulis sehingga skripsi ini selesai dengan baik.
5. Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I, selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan skripsi.
6. Dr. Diana Candra Dewi, M.Si., yang memberikan bantuan biaya dalam menganalisis SEM. Saya ucapkan terimakasih sebesar-besarnya.
7. Segenap dosen dan staff Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah meluangkan waktu sekaligus memberikan dukungan sarana dan prasana dalam penyusunan skripsi.
8. Orang tua serta teman penulis yang selalu mendo'akan dan memberikan dukungan baik moril maupun materil.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, semua kritik dan saran akan penulis terima dengan lapang hati. Penulis juga memohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kesalahan selama penyusunan. Demikian skripsi ini penulis susun, semoga dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Malang, 23 Desember 2025

Ihsanul Mukminin
19630029

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
MOTTO.....	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR PERSAMAAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
الملخص.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Senyawa Bismut Titanat.....	4
2.2 Metode Sintesis Lelehan Garam	5
2.3 Sintesis Senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ dengan metode lelehan garam.....	6
BAB III METODE PENELITIAN.....	13
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	13
3.2 Alat dan Bahan.....	13
3.2.1 Alat.....	13
3.2.2 Bahan.....	13
3.3 Rancangan Penelitian	13
3.4 Tahapan Penelitian	13
3.5 Prosedur Kerja	13
3.5.1 Sintesis Bismut Titanat.....	13
3.5.2 Karakterisasi	14
BAB VI PEMBAHASAN	15
4.1 Sintesis $Bi_4Ti_3O_{12}$ Menggunakan Metode Lelehan Garam dengan Garam LiCl-KCl	15
4.2 Karakterisasi $Bi_4Ti_3O_{12}$ Menggunakan XRD.....	16
4.3 Karakterisasi $Bi_4Ti_3O_{12}$ Menggunakan SEM	19
4.4 Karakterisasi $Bi_4Ti_3O_{12}$ Menggunakan FT-IR	21
BAB V PENUTUP	22
5.1 Kesimpulan	23
5.2 Saran	23
DAFTAR PUSTAKA.....	24
LAMPIRAN.....	27

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Diagram Alir	23
Lampiran 2.	Perhitungan.....	25
Lampiran 3.	Data Hasil Karakterisasi.....	26
Lampiran 4.	Dokumentasi.....	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur senyawa bismut titanat	4
Gambar 2.2	Langkah-langkah sintesis metode lelehan garam	5
Gambar 2.3	Profil difraksi sinar-x dari serbuk yang diperoleh setelah pemanasan se- lama 1 jam pada suhu yang ditunjukkan dalam fluks LiCl-KCl ($F=1$)	6
Gambar 2.4	Menunjukkan hubungan antara waktu pemanasan (sumbu x, dalam jam) dan suhu pemanasan (sumbu y, dalam °C) dalam sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dari Bi_2O_3 dan TiO_2 menggunakan fluks LiCl-KCl dengan $F=1$	7
Gambar 2.5	Mikrograf SEM produk yang diperoleh dengan pemanasan 1 jam pada (A), -(B) 500; (C), (D) 700; dan (E), (F) 800°C ($bar=20$ pm untuk (A), (C), dan (E) dan 4 μm untuk (B), (D), dan (F))	9
Gambar 2.6	Profil difraksi sinar-x produk reaksi antara Bi_2O_3 , TiO , dan LiCl pada kal- sinasi suhu 650°C selama 1 jam (Kimura, dkk., 1983)	10
Gambar 2.7	Pengaruh kandungan LiCl dalam fluks terhadap fase produk selama 1 jam pemanasan pada 750°C ($F=1$); (○) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, dan (△) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ + fase intermediet	11
Gambar 2.8	Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ fase tunggal yang diperoleh dengan pemanasan (A) pada 900°C selama 1 jam dan (B) pada 800°C selama 5 jam dalam f- luks $\text{LiCl}/(\text{LiCl}+\text{KCl})=0,58$, $F=1$; (C) pada 800°C selama 1 jam dalam fluks $\text{LiCl}/(\text{LiCl}+\text{KCl})=0,75$, $F=1$; dan (D) pada 800°C selama 1 jam dalam fluks $\text{LiCl}/(\text{LiCl}+\text{KCl})=0,58$, $F=3$ ($bar=4$ μm)	11
Gambar 2.9	Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang diperoleh dengan pemanasan selama 1 j- am pada 800°C dalam fluks 0,5NaCl-0,5KCl ($F=1$) ($bar=4$ μm)	12
Gambar 4.1	(a) Prekusor Bi_2O_3 , (b) Prekusor TiO_2 , (c) Sampel setelah dikalsinasi, (d) sampel dalam proses pencucian, dan (e) sampel yang sudah bersih dan dikeringkan	15
Gambar 4.2	Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	16
Gambar 4.3	Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu 400°C dengan pembesaran (a) 1 μm dan (b) 5 μm ; pada suhu 500°C dengan pembesar- an (c) 1 μm dan (d) 5 μm ; dan pada suhu 600°C dengan perbesaran (c) 1 μm dan (d) 5 μm , selama 6 jam	19
Gambar 4.4	Fotometri dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disintesis dengan LiCl-KCl yang dikalsinasi sela- ma6 jam pada 400°C, 500°C, 600°C	21

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Produk Reaksi Antara Oksida Awal dan Garam.....	8
Tabel 4.1	Hasil analisis XRD sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	18
Tabel 4.2	Puncak vibrasi IR.....	22

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 4.1 Reaksi Utama Pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$	15
Persamaan 4.2 Reaksi Identifikasi Garam dengan AgNO_3	15
Persamaan 4.3 Persamaan Scherrer.....	18

ABSTRAK

Mukminin, Ihsanul. 2025. **Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan Metode Lelehan Garam LiCl-KCl.** Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Si.

Kata Kunci: Sintesis, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, Lelehan garam Li-Cl, Karakterisasi

Penelitian ini bertujuan menganalisis struktur kristal, morfologi, dan modus vibrasi IR dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang diperoleh dari metode lelehan garam LiCl-KCl pada variasi suhu 400, 500, dan 600°C selama 6 jam. Sintesis menggunakan rasio mol produk dan garam campuran (LiCl-KCl: 1:1) adalah 1:7. Dilakukan dengan mencampurkan hasil penggerusan prekursor Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan garam di mortar dan dihomogenkan dengan aseton. Prekursor yang sudah homogen dikalsinasi dengan variasi suhu 400, 500, dan 600°C selama 6 jam. Penghilangan sisa garam pada sampel produk dilakukan dengan mencuci sampel dengan akuades panas, kandungan garam pada sampel diidentifikasi dengan larutan AgNO_3 , dan sampel produk dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 4 jam. Pola XRD menunjukkan senyawa target $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah berhasil disintesis dengan struktur Aurivillius grup ruang $B2cb$, namun masih ditemukan pengotor pada sampel. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan morfologi partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang diperoleh berupa plate like dan semakin tinggi suhu sintesis maka ukuran partikel menjadi lebih besar. Spektra IR sampel menunjukkan modus vibrasi Bi-O pada bilangan gelombang 546, 844, 948 cm^{-1} yang merupakan vibrasi khas senyawa Aurivillous.

ABSTRACT

Mukminin, Ihsanul. 2025. **Synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Compound Using the LiCl-KCl Molten Salt**

Method. Supervisor I: Anton Prasetyo, M.Si; Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Sc.

Keywords: Synthesis, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, LiCl-KCl molten salt, Characterization

This study aims to analyze the crystal structure, morphology, and IR vibrational modes of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ synthesized using the LiCl-KCl molten salt method at temperatures of 400, 500, and 600 °C for 6 hours. The synthesis was carried out using a molar ratio of product to mixed salt (LiCl-KCl with a 1:1 composition) of 1:7. The process involved mixing ground precursor powders of Bi_2O_3 and TiO_2 with the molten salt in a mortar, followed by homogenization using acetone. The homogeneous precursor mixture was then calcined at 400, 500, and 600 °C for 6 hours. Residual salts in the product were removed by washing the samples with hot distilled water. The presence of remaining chloride salts was identified using an AgNO_3 solution, and the washed samples were dried in an oven at 100 °C for 4 hours. XRD patterns confirmed that the target compound $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ was successfully synthesized with an Aurivillius-type structure belonging to the *B2cb* space group, although minor impurity phases were still detected. SEM characterization revealed that the $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ particles exhibit a plate-like morphology, with particle size increasing as the synthesis temperature increased. IR spectra showed Bi–O vibrational modes at wavenumbers of 546, 844, and 948 cm^{-1} , which are characteristic vibrations of Aurivillius-type compounds.

مستخلص البحث

المؤمنين، إحسان. 2025. تخلق مركبات $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ باستخدام طريقة صهر الملح LiCl-KCl . المشرف الأول: أنطان فراسيتيا، الماجستير؛ المشرف الثاني: أوكى باغاس فراسيتيا، الماجستير

الكلمات الأساسية: الاصطناع، $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ، ذوبان ملح Li-Cl ، التوصيف

تهدف هذه الدراسة إلى تحليل البنية البلورية، والتصريف، ونمط اهتزاز الأشعة تحت الحمراء لمركبات $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ التي تم الحصول عليها من طريقة صهر الملح LiCl-KCl عند تقلبات درجات حرارة 400 و500 و600 درجة مئوية. الاصطناع باستخدام نسبة المولات بين المنتج والملح المختلط (1:1:7) هو LiCl-KCl : TiO_2 : Bi_2O_3 و Bi_2O_3 مع الملح في الملاط وتوحيده بالأسيتون. المقدمات التجانسة متورطة بتغيرات في درجات الحرارة تتراوح بين 400 و500 و600 درجة مئوية. يتم إزالة الملح المتبقى من عينة المنتج عن طريق غسل العينة بقنوات مائية ساخنة، ويتم تحديد محتوى الملح في العينة بمحلول AgNO_3 ، وتجفيف عينة المنتج في فرن على حرارة 100 درجة مئوية لمدة 4 ساعات. أظهر نمط حيود الأشعة السينية أن المركب المستهدف Aurivillous B2cb ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) قد تم تصنيعه بنجاح، لكن لا تزال هناك شوائب في العينة. أظهرت نتائج توصيف SEM أن شكل جزيئات $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ المحصل عليها كان على شكل لوح وكلما ارتفعت درجة حرارة الاصطناع، زاد حجم الجسيم. يظهر طيف الأشعة تحت الحمراء العينة نمط اهتزاز الثنائي والصوتي عند أرقام الموجات $948, 844, 546 \text{ cm}^{-1}$ ، وهو الاهتزاز Aurivillous الموجي لمركب

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bismut titanat, ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$), pertama kali ditemukan oleh Aurivillius pada tahun 1949. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ kemudian telah dipelajari secara luas terkait sifat ferroelektriknya dan keunggulan lainnya. Keunggulan lain tersebut yaitu sebagai bahan kandidat untuk aplikasi *piezoelektrik* suhu tinggi, penyimpanan memori, tampilan optic karena suhu curie, dan sifat elektrooptiknya yang tinggi (Lazarevic, dkk., 2005). Aplikasi lain yang telah dilaporkan Adalah sebagai senyawa fotokatalis. Bashofi dan Anton (2023), melaporkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ sebagai material fotokatalis memiliki potensi dapat mengolah limbah zat warna dari indsutri tekstil, zat itu berupa Rhodamin B. Adapun mekanisme penguraian Rhodamin B oleh material fotokatalis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ adalah saat sinar UV dipaparkan pada senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ maka terjadi transisi elektronik yang melibatkan perpindahan eletron dari pita valensi ke pita konduksi. Dimana hasil uji mereka menunjukkan kemampuan degradasi rhodamin B mengalami penurunan konsentrasi pada rentang 39,84 sampai 50,61% dalam waktu 60 menit.

$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki banyak potensi manfaat bagi kehidupan. Hal ini tidak lepas dari sifat-sifat yang dimilikinya. Hal ini sesuai dengan Allah SWT yang tidak menciptakan sesuatu apapun tanpa adanya manfaat atau tujuan, yang termuat dalam QS. *Shad* (38), ayat 27:

وَمَا حَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا إِذْلِكَ ظُنُونُ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوْيَلٌ لِّلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

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

Ayat di QS. *Shad* (38), ayat 27, kemungkinan besar bukanlah merupakan bagian pesan Allah SWT kepada Nabi Daud as., yang termuat pada ayat-ayat sebelumnya. Tetapi ayat ini Adalah uraian ayat sebelumnya tentang Nabi Daud As. Yang dijadikan khalifah di bumi dan berhubungan dengan Allah SWT tidak menciptakan sesuatu dengan kesia-sian. Kata (باطلًا) *bathilan* sendiri dapat berarti sia-sia tanpa tujuan, atau dengan main-main (Shihab, 2007). Maka sebagai *khalifah* di bumi, sudah selayaknya kita yakin dan mencari kebenaran dengan bukti-bukti bahwa segala sesuatu di ciptakan Allah SWT dengan sia-sia, termasuk juga diciptakannya sifat fotokatalis pada $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ agar bisa dimanfaatkan.

Morfologi partikel dilaporkan berpengaruh kepada sifat-sifat dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang salah satunya berpengaruh kepada aktivitas fotokatalisnya. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ bermorfologi *plate-like/sheet* dilaporkan mempunyai aktivitas fotokatalis yang baik. Chen, dkk. (2016) dan Cheng, dkk. (2021), melaporkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan morfologi *plate-like/sheets* (mirip piringan atau lembaran-lembaran) memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih baik daripada dengan morfologi lainnya. Dimana, kemampuan aktivitas fotokatalis yang tinggi ini disebabkan karena yang

memiliki morfologi *plate-like/sheets*, ternyata mempunyai jumlah situs aktif pada permukaannya yang tinggi dan mampu menghambat laju rekombinan e^- (Chen, dkk., 2016)

Metode lelehan garam merupakan salah satu metode paling sederhana yang dapat menghasilkan morfologi partikel $Bi_4Ti_3O_{12}$ *plate-like/sheets*. Metode ini memiliki beberapa keunggulan antara lain (a) murah, (b) ramah lingkungan, dan (c) suhu sintesis yang lebih rendah dibandingkan dengan metode reaksi keadaan padat (Zhao, dkk., 2014). Sintesis $Bi_4Ti_3O_{12}$ menggunakan metode lelehan garam telah banyak dilaporkan oleh Spence, dkk. (2021) dan Kimura, dkk. (2011). Adapun beberapa faktor yang mempengaruhi dalam penggunaan metode ini 2struct suhu kalsinasi, jenis lelehan garam, laju penurunan suhu kalsinasi, dan jenis prekusor. Maryani, dkk. (2024), melaporkan bahwa pada efek suhu kalsinasi 700, 750, 800°C terhadap Senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang didoping Vanadium (V) menunjukkan bahwa senyawa target berhasil diperoleh pada semua suhu sintesis; suhu sintesis menentukan nilai parameter kisi. Tapi, tidak terdapat perubahan tren yang jelas, yang kemungkinan disebabkan oleh perubahan valensi atom V; Suhu sintesis juga menyebabkan peningkatan ukuran kristalit tetapi tidak memengaruhi kristalinitas sampel; Citra *Scanning Electron Microscope* (SEM) menunjukkan bahwa semua sampel memiliki morfologi *plate-like/sheets* dan ukuran partikel semakin besar pada suhu yang lebih tinggi, yang ini menunjukkan bahwa laju pertumbuhan partikel lebih cepat daripada laju nukleasi; Sementara itu, hasil perhitungan Kubelka–Munk menunjukkan bahwa semua sampel memiliki nilai energi celah pita yang 2structur sama.

Pemanfaatan garam campuran pada Metode Sintesis Lelehan Garam telah dilaporkan dapat mensintesis $Bi_4Ti_3O_{12}$ *plate-like/sheets*. Dimana, sejauh ini, metode lelehan garam 2struct metode yang memungkinkan sintesis 2struct titanat dengan morfologi yang terkontrol (Sui, dkk., 2022). Secara lebih spesifik, Kimura, dkk. (1983), telah mensintesis $Bi_4Ti_3O_{12}$ *plate-like/sheets* dengan Metode Lelehan Garam LiCl-KCl. Namun, beberapa variasi suhu dan juga lamanya proses kalsinasi belum dilakukan.

Dari uraian diatas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ $Bi_4Ti_3O_{12}$ *plate-like/sheets* dengan menggunakan metode lelehan garam campuran LiCl-KCl dengan menggunakan suhu 400, 500 dan 600 ° C selama 6 jam. Hasil senyawa yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan menggunakan: (a) *X-Ray Diffraction* (XRD) yang bertujuan untuk mengidentifikasi fasa, struktur, dan menganalisa hasil produk sintesis; (b) SEM untuk mengetahui morfologi kristal senyawa dan ukuran partikel; dan (c) Spektroskopi inframerah untuk menyelidiki komposisi gugus fungsi dari produk hasil sintesis.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana struktur senyawa, morfologi, dan modus vibrasi IR dari senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ yang diperoleh dari metode lelehan garam LiCl-KCl pada variasi suhu 400, 500, dan 600°C kalsinasi selama 6 jam?

1.3 Tujuan Penelitian

Mengetahui struktur senyawa, morfologi, dan modus vibrasi IR dari senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang diperoleh dari metode lelehan garam LiCl-KCl pada variasi suhu 400, 500, dan 600°C kalsinasi selama 6 jam?

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

- a. Suhu sintesis yang digunakan adalah 400, 500, dan 600°C
- b. Waktu sintesis yang digunakan adalah 6 jam kalsinasi.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

- a. Memberikan gambaran penambahan informasi terkait sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan pengaruh suhu yang pada sintesis bismuth titanat dengan metode lelehan garam menggunakan garam tunggal LiCl-KCl.
- b. Memberikan penambahan informasi terkait sintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan pengaruh suhu 400, 500, dan 600°C dengan lama kalsinasi selama 6 jam.

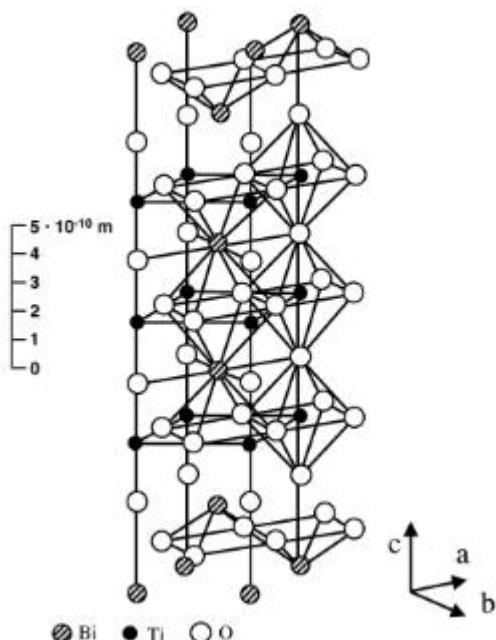
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Bismuth Titanat

Senyawa Aurivillius disebut sebagai senyawa berlapis berbasis bismut, struktur berlapis berbasis perovskite, oksida bismut berlapis, senyawa feroelektrik bismuth berlapis (Jardiel, dkk., 2008). Senyawa gologan aurivillius memiliki gugus *pseudo perovskite* dengan rumus molekul $(A_{m-1} B_m O_{3m-1})^{2-}$, yang dipisahkan oleh blok bismuth $(Bi_2O_2)^{2+}$. Dimana m merupakan jumlah lapisan *pseudo perovskite* yang dimiliki oleh suatu senyawa aurivillius (Pardo dan Ricote, 2011). Lalu kation A pada rumus senyawa $(A_{m-1} B_m O_{3m-1})^{2-}$ adalah kation yang berukuran besar namun muatannya relative kecil, seperti monovalensi, divalensi, atau trivalensi. Contoh dari kation yang dimaksud Adalah Na^+ , Pb^{2+} , dan Bi ; Sedangkan kation B adalah kation yang berukuran lebih kecil namun mempunyai muatan yang lebih besar daripada kation A , contohnya Fe^{3+} , Ti^{4+} , Ta^{5+} , dan W^{6+} (Kasap dan Capper, 2006).

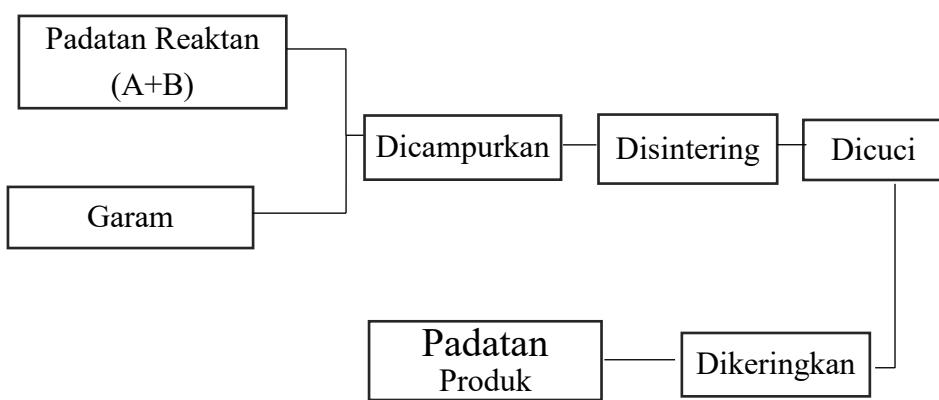
Bismut titanat ($Bi_4Ti_3O_{12}$) struktur oksida feroelektrik berlapis berbasis bismuth yang secara cermat diteliti oleh Bengt Aurivillius pada akhir 1940-an dan awal 1950-an (Lazarevic, dkk., 2005). $Bi_4Ti_3O_{12}$ termasuk golongan Aurivillius. Struktur senyawa $Bi_4Ti_3O_{12}$ ditampilkan pada Gambar 2.1 (Jardiel, dkk., 2008). Dimana, struktur ini terdiri dari tumpukan lapisan tetrahedron $(Bi_2O_2)^{2+}$ dan lapisan *pseudo-perovskit* $(Bi_2Ti_3O_{10})^{2-}$. Dengan struktur ini, muatan listrik lebih mudah bergerak sepanjang lapisan $(Bi_2O_2)^{2+}$, dipol struktu tidak dapat tersusun secara optimal, sehingga polarisasi tinggi sulit dicapai (Navarro-Rojero, dkk., 2010)



Gambar 2.1 Struktur senyawa 5structu titanat (Jardiel, dkk., 2008).

2.2 Metode Sintesis Lelehan Garam

Secara garis besar, metode lelehan garam ini dapat dilakukan melalui beberapa proses. Proses pertama, proses pencampuran prekusor dengan garam, dengan perbandingan jumlah garam yang jauh lebih banyak daripada jumlah prekusor. Proses selanjutnya, proses homogenasi yang dilakukan dalam krus alumina dan kemudian dipanaskan sampai suhu diatas suhu eutetik dan didinginkan. Setelah dingin, produk kemudian dicuci menggunakan air hangat untuk memisahkan garam dari prekusor, yang kemudian dikeringkan untuk mendapatkan produk kering. Secara garis besar, prosedur metode lelehan garam ditampilkan pada Gambar 2.2 (Kimura, 2011).



Gambar 2.2 Langkah-langkah sintesis metode lelehan garam (Kimura, 2011).

Terdapat empat proses yang terjadi saat reaksi pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terjadi, yaitu proses awal reaksi padatan dan nukleasi, kemudian proses pembentukan struktur *plate-like/sheets*, proses ketiga merupakan proses difusi dan nukleasi pinggiran, dan proses terakhir adalah proses difusi dan pertumbuhan kristal (Zhao, dkk., 2014). Adapun dalam metode lelehan garam ada beberapa yang berpengaruh:

Pertama, suhu kalsinasi. Suhu kalsinasi sangat berpengaruh pada struktur morfologis kristal, semakin tinggi suhu pemanasan dari suhu eutektik, maka ukuran kristal yang dihasilkan semakin besar. Hal ini dikarenakan pada suhu tinggi, partikel akan menurunkan energi permukaan sehingga partikel yang terbentuk akan semakin baik (Zhao, dkk., 2014).

Kedua, jenis garam. Jenis yang digunakan akan mempengaruhi pengaruh pada morfologi dan ukuran partikel kristal yang dihasilkan dari proses sintesis. Hal ini disebabkan adanya perbedaan ukuran anion dan kelarutan dari konstituen oksida pada garam. Faktor lain yang juga berpengaruh transportasi massa dan kelarutan produk terhadap lelehan garam (He, dkk., 2014; Kan, dkk., 2003). Sebagai contoh, dari hasil penelitian Kimura, dkk. (1983), memperlihatkan bagaimana LiCl membuat ukuran partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ lebih besar, dalam

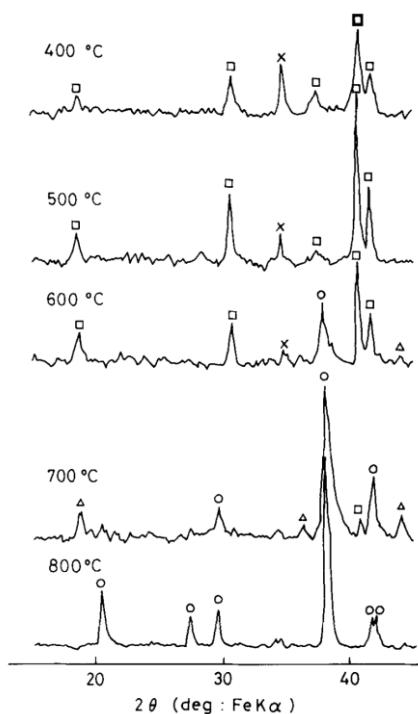
sintesisnya menggunakan LiCl-KCl, jika dibandingkan dengan ukuran partikel yang menggunakan NaCl-KCl.

Ketiga, laju penurunan suhu sintering, yang mana hal ini juga mempengaruhi ukuran partikel dan morfologi partikel kristal yang dihasilkan sebagai produk akhir. Hal tersebut disebabkan semakin kecil laju pendinginan, maka ukuran kristal relatif semakin besar. Selain itu, rasio diameter dan ketebalan kristal juga dipengaruhi faktor ini. Dimana, laju pendinginan yang lambat dapat mencegah pendinginan mendadak yang mungkin terjadi pada lelehan, sehingga proses nukleasi *spontan* dapat dicegah (Zhao, dkk., 2014).

Keempat, Jenis prekusor. Jenis prekusor yang digunakan pada sintesis bismuth titanat memiliki peran cukup penting pada morfologi kristal. Pada Kan, dkk. (2003), memperlihatkan bahwa kristal yang diperoleh dari hasil penambahan 5% nano partikel bismuth titanat sebagai material awal cenderung lebih besar, sedangkan yang ditambah 5% $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ *amorf* menghasilkan kristal yang berukuran lebih kecil pada suhu sedikit diatas titik eutetik garamnya.

2.3 Sintesis Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode lelehan garam

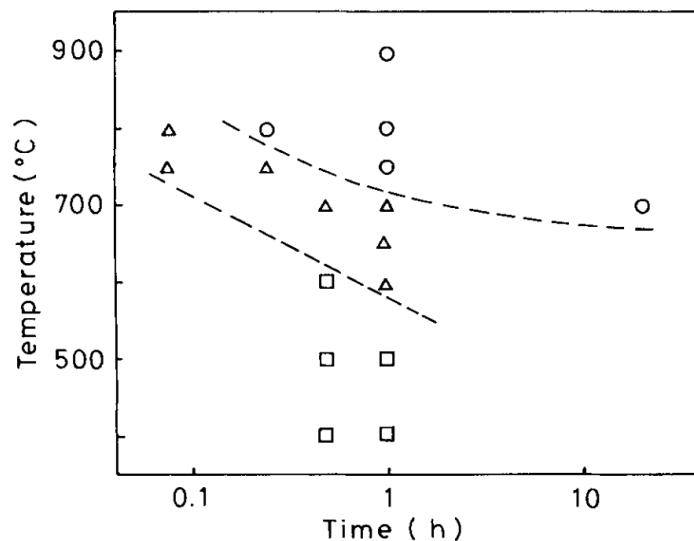
Dalam penelitian tahun 80-an, telah dilaporkan perihal sintesis bismuth titanat dengan garam LiCl-KCl. Kimura, dkk. (1983), meneliti pengaruh LiCl pada pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam pelarut garam cair LiCl-KCl. Adapun Sistem LiCl-KCl dipilih karena suhu eutektiknya yang rendah (356°C). Hasil penelitian Kimura, dkk. (1983), menjabarkan dengan jelas bagaimana pengaruh LiCl, KCl, waktu sintering, dan juga suhu kalsinasi.



Gambar 2.3 Profil difraksi sinar-x dari serbuk yang diperoleh setelah kalsinasi selama 1 jam pada suhu 400, 500, 600, 700, 800°C yang ditunjukkan dalam fluks LiCl-KCl ($F=1$). Garis-garis difraksi yang ditandai dengan \times , \square , \triangle , dan \circ masing-masing mewakili oksida awal, Fase intermediet, Fase transisi, dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

Salah satu hasil yang didapatkan Kimura, dkk. (1983) adalah data XRD yang terdapat pada Gambar 2.3. Hasil ini menunjukkan data XRD produk yang diperoleh dengan kalsinasi pada berbagai suhu selama 1 jam ($F= 1$) dengan garam LiCl memiliki 58% mol dari gram LiCl-KCl. Pada suhu 400 dan 500°C terlihat beberapa puncak selain oksida awal dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Lalu, pada suhu 500°C lebih tajam intensitasnya daripada data XRD pada suhu 400°C. Pola XRD ini, yang dicirikan dengan $2\theta= 18,5, 30,7, 40,8$, dan $41,84^\circ$ tidak dapat ditemukan dalam data *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS), yang selanjutnya fase ini selanjutnya disebut fase intermediet.

Gambar 2.3, juga menunjukkan pada suhu 600°C garis difraksi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ diamati terdapat di antara garis difraksi oksida awal, fase transisi dan fase intermediet. Pada suhu 700°C intensitas puncak $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ meningkat dan puncak fase intermediet tidak ada, disertai dengan munculnya beberapa puncak fase transisi dari. Puncak-puncak ini, yang ditandai dengan $2\theta=18,8, 35,4$, dan $44,2^\circ$, diamati pada sampel lain di mana fase intermediet dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ muncul bersamaan. Puncak-puncak ini termasuk dalam disebut fase transisi, yang terbentuk ketika fase antara berubah menjadi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Pada suhu 800°C semua puncak yang diamati adalah $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, yang berarti sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan LiCl-KCl berhasil pada suhu 800°C dengan waktu kalsinasi 1 jam.



Gambar 2.4 Menunjukkan hubungan antara waktu pemanasan (sumbu x, dalam jam) dan suhukalsinasi (sumbu y, dalam °C) dalam sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dari Bi_2O_3 dan TiO_2 menggunakan fluks LiCl-KCl dengan $F=1$ (Kimura, dkk., 1983).

Kimura, dkk. (1983), juga melaporkan dari penelitian diatas, didapatkan diagram pada Gambar 2.4, yang menunjukkan hubungan antara fase produk dan suhu serta waktu kalsinasi.

Dimana diketahui bahwa fase intermediet diperoleh pada suhu rendah dan untuk periode pemanasan singkat, kemudian masuk ke dalam fase transisi dan menjadi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan kalsinasi pada suhu tinggi dan untuk periode waktu yang lama. Namun, dapat dilihat mayoritas variasi waktu yang digunakan hanya ≤ 1 jam kalsinasi. Lalu pada kalsinasi dibawah 10 jam, terlihat tidak ada data yang dipaparkan.

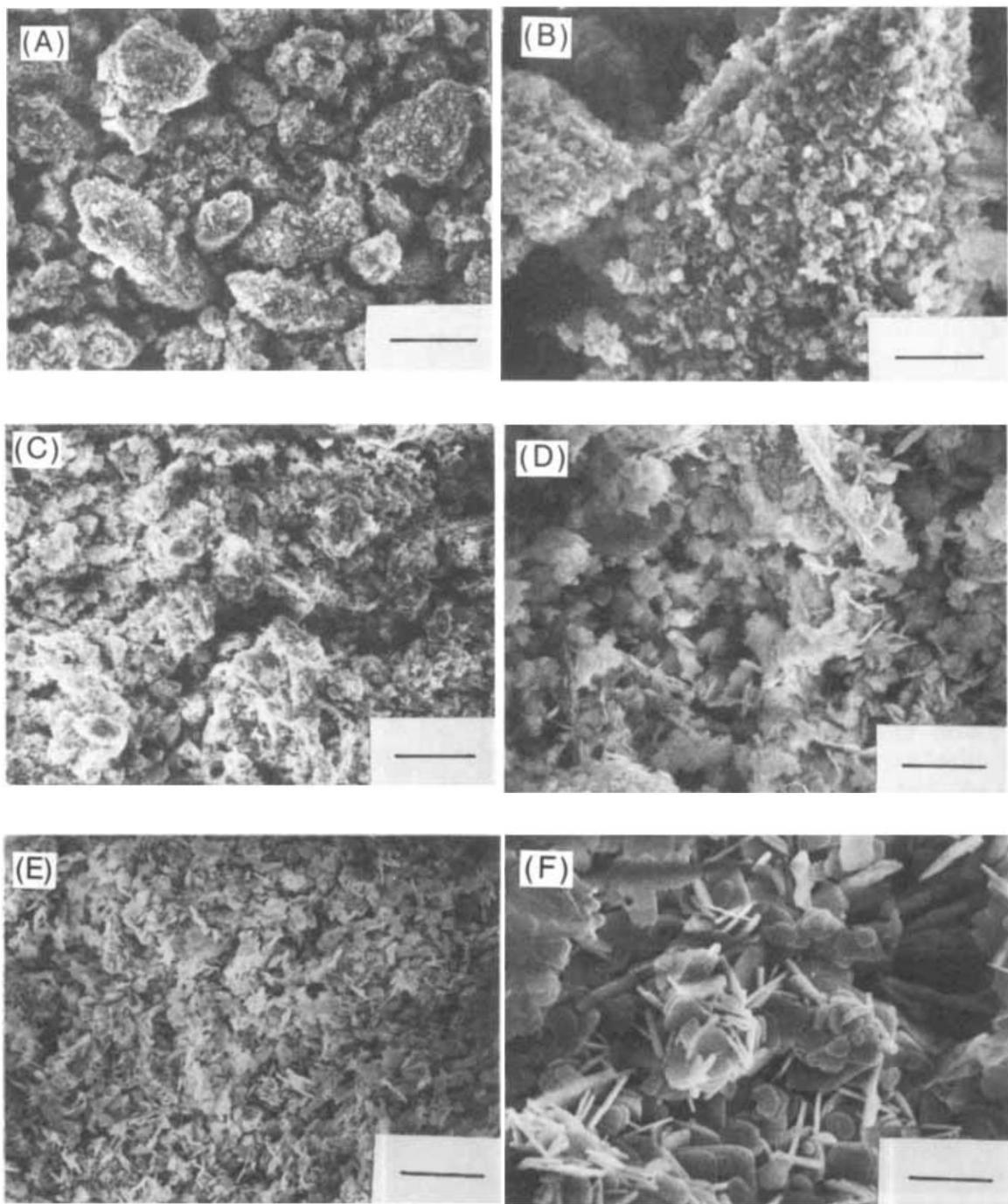
Kimura, dkk.(1983) juga melaporkan bagaimana produk reaksi Bi_2O_3 dan/atau TiO_2 dengan klorida tunggal, yaitu LiCl atau KCl . Dimana hasilnya menunjukkan fase intermediet terbentuk hanya ketika Bi_2O_3 , TiO_2 , dan LiCl bereaksi yang mendorong penambahan ukuran partikel. Sedangkan dengan garam tunggal LiCl , akan langsung bisa menghasilkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Hal ini dapat dilihat dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Produk Reaksi antara Oksida Awal dan Garam (Kimura, dkk., 1983)

Oksida	Garam	F	Suhu	Waktu (Jam)	Produk
Bi_2O_3	LiCl	1	600	0,5	Bi_2O_3
TiO_2	LiCl	1	600	0,5	TiO_2
$2\text{Bi}_2\text{O}_3+3\text{TiO}_2$	LiCl	0,58	600	0,5	IP + UP*
$2\text{Bi}_2\text{O}_3+3\text{TiO}_2$	KCl	1	805	1	$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

*Keterangan: IP = Intermediate Phase (Fase intermediet) dan UP = Unknown Phase (Fase tak dikenal); fase ini menunjukkan puncak XRD paling intens.

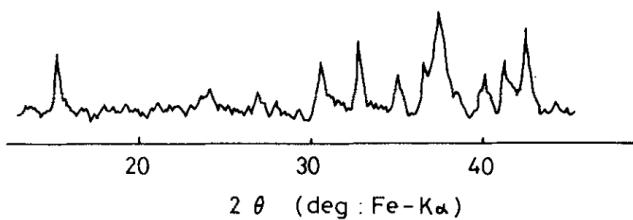
Hasil mikrograf SEM yang dilaporkan Kimura, dkk. (1983), pada Gambar 2.5 (A sampai B), menunjukkan mikrograf SEM dari produk sintesis dengan garam LiCl - KCl dengan kalsinasi pada berbagai suhu selama 1 jam ($F= 1$). Produk pada kalsinasi suhu 500°C adalah partikel agregat dengan bentuk yang mirip dengan partikel Bi_2O_3 (seperti jarum). Partikel primer bentuknya tidak beraturan dan berukuran $\sim 0,5 \text{ }\mu\text{m}$. Pada suhu 700°C , ukuran agregat menurun dan bentuknya tidak beraturan dengan masih terdapat partikel berbentuk jarum. Selain partikel primer yang bentuknya tidak beraturan, partikel seperti pelat atau *plate-like* ditemukan di permukaan agregat. Struktur kristal seperti lempengan dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dapat memiliki anisotropi besar dalam energi permukaan, yang memiliki morfologi seperti *plate-like*. Lalu, pada suhu 800°C partikel agregat menghilang dan partikel seperti pelat yang terpisah diperoleh yang diindikasikan sebagai $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan masih terdapat partikel berbentuk seperti jarum-jarum.



Gambar 2.5 Mikrograf SEM dari produk yang diperoleh dengan pemanasan 1 jam pada (A), (B) 500°C; (C), (D) 700°C; dan (E), (F) 800°C (bar=20 μm untuk (A), (C), dan (E) dan 4 μm untuk (B), (D), dan (F)) (Kimura, dkk., 1983).

Kimura, dkk (1983) juga melaporkan reaksi antara oksida dan klorida tidak teramat dalam sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam garam cair NaCl dan KCl . Karakteristik kimia LiCl yang berbeda dengan garam logam alkali lainnya menyebabkan terbentuknya senyawa antara oksida dan LiCl . Lalu, terdapat pula fase tak dikenal lainnya diamati dalam campuran $2\text{Bi}_2\text{O}_3 + 3\text{TiO}_2 + 5\text{LiCl}$ ($F=1$) yang dipanaskan pada berbagai suhu selama 1 jam. Kimura, dkk. (1983) menunjukkan Gambar 2.6, yang adalah pola XRD produk pada suhu 650°C, yang merupakan profil XRD dari produk reaksi intermediet yang berbeda dari fase intermediet dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, yang kemudian disebut dengan fase tak dikenal. Dimana produk pada suhu 750°C merupakan

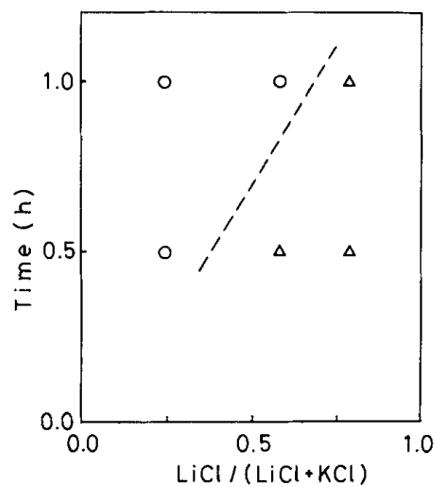
campuran fase intermediet dan fase tak dikenal dan yang pada suhu 850 dan 950°C merupakan campuran $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan fase intermediet (puncak paling intens dimiliki oleh fase intermediet pada ketiga suhu ini). Jumlah $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ meningkat pada pemanasan yang diperpanjang pada suhu 850°C. Skema reaksi ini menunjukkan bahwa reaksi antara Bi_2O_3 , TiO_2 dan LiCl tanpa KCl berlangsung melalui pembentukan fase tak dikenal, yang berubah menjadi fase intermediet dan akhirnya menjadi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Fase tak dikenal mengandung lebih banyak LiCl daripada fase intermediet.



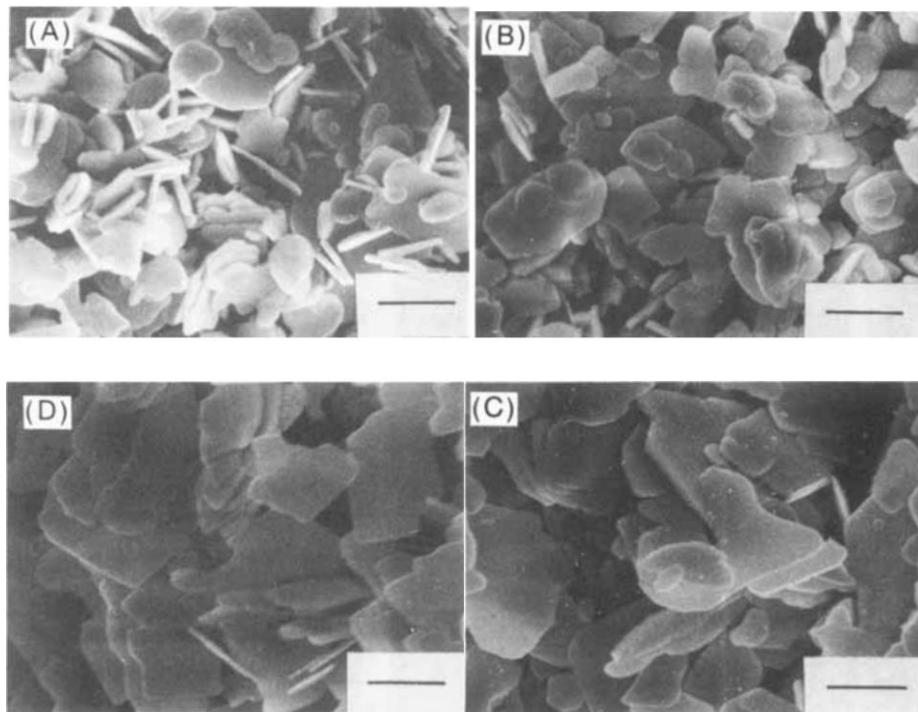
Gambar 2.6 Profil difraksi sinar-x produk reaksi antara Bi_2O_3 , TiO_2 , dan LiCl pada kalsinasi suhu 650°C selama 1 jam (Kimura, dkk., 1983).

Efek KCl pada reaksi antara LiCl dan oksida dapat dilihat melalui perbandingan yang dilakukan Kimura, dkk. (1983). Produk reaksi yang diperoleh dengan kalsinasi sampel $F=1$, dengan dan tanpa KCl pada kalsinasi 650°C selama 1 jam, merupakan campuran fase intermediet dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Gambar 2.4) dan fase tak dikenal (Gambar 2.6). Produk reaksi yang diperoleh dengan kalsinasi sampel yang mengandung jumlah LiCl yang sama (0,58 mol untuk 1 mol oksida awal), dengan dan tanpa KCl pada 600°C selama 0,5 jam, merupakan fase intermediet (Gambar. 2.4) dan campuran fase intermediet-fase yang tak dikenal. Perbandingan ini Tabel 1.1, menunjukkan bahwa KCl mencegah reaksi antara oksida dan LiCl .

KCl juga mendorong perubahan dari fase intermediet menjadi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, seperti yang ditunjukkan pada analisis hasil Kimura, dkk (1983). Gambar 2.7 menunjukkan efek rasio LiCl terhadap KCl pada fase produk pada kalsinasi 750°C ($F=1$). Peningkatan kandungan KCl dalam fluks meningkatkan laju pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Kedua, campuran fase intermediet dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, diperoleh dengan pemanasan 1 jam pada 600°C dalam fluks $\text{LiCl}-\text{KCl}$ ($F=1$), dipanaskan pada 800°C selama 1 jam dengan dan tanpa fluks. Dalam kasus terakhir, garam dicuci dengan air sebelum dipanaskan kembali. Pemanasan dengan garam menghasilkan satu fase $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Sedangkan pemanasan tanpa garam menghasilkan campuran $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan fase intermediet, meskipun intensitas puncak $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ meningkat. Ternyata peningkatan kandungan KCl menurunkan kandungan LiCl dalam garam cair dan mendorong pelarutan LiCl yang telah bereaksi dengan oksida.



Gambar 2.7 Pengaruh kandungan LiCl dalam fluks terhadap fase produk selama 1 jam pemanasan pada 750°C ($F=1$); (○) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, dan (△) $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ + fase intermediet. (Kimura, dkk., 1983).



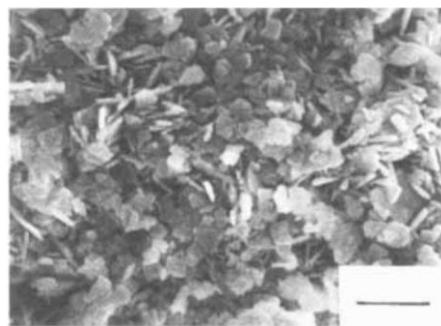
Gambar 2.8 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ fase 12structu yang diperoleh dengan pemanasan (A) pada 900°C selama 1 jam dan (B) pada 800°C selama 5 jam dalam fluks $\text{LiCl}/(\text{LiCl}+\text{KCl})=0,58$, $F=1$; (C) pada 800°C selama 1 jam dalam fluks $\text{LiCl}/(\text{LiCl}+\text{KCl})=0,75$, $F=1$; dan (D) pada 800°C selama 1 jam dalam fluks $\text{LiCl}/(\text{LiCl}+\text{KCl})=0,58$, $F=3$ (bar=4 μm) (Kimura, dkk., 1983).

Gambar 2.8 yang dilaporkan Kimura, dkk. (1983), menunjukkan foto SEM serbuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ fase tunggal yang diperoleh dalam berbagai kondisi. Dimana dalam semua gambar tersebut, partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ berbentuk seperti pelat, tetapi ukurannya bergantung pada kondisi kalsinasi. Yang mana, dapat diamati ukurannya bertambah seiring dengan peningkatan suhu dan waktu seperti yang ditunjukkan oleh perbandingan Gambar 2.5(F), 2.8(A), dan 2.8(B). Hal

ini terjadi karena partikel tumbuh melalui Pematangan *Ostwald*, yaitu peningkatan suhu meningkatkan laju pertumbuhan, sedangkan peningkatan waktu memperpanjang durasi pertumbuhan, seperti yang biasanya diamati dalam kalsinasi fase cair. Efek rasio LiCl terhadap KCl juga ditunjukkan pada Gambar 2.5(F) dan 2.8(C). Dimana jumlah besar LiCl dalam fluks ($F=1$) menghasilkan ukuran partikel yang besar pula juga. Dalam kasus ini ukuran partikel bergantung pada jumlah partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terbentuk tepat setelah selesainya pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

Pembentukan partikel seperti pelat pada permukaan partikel agregat selama pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Gambar 2.5(D)) menunjukkan bahwa partikel fase intermediet bertindak sebagai benih untuk pembentukan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Lalu, karena supersaturasi yang diperlukan untuk pembentukan partikel baru akan lebih besar daripada yang diperlukan untuk pertumbuhan partikel, laju perubahan yang lebih kecil dari fase intermediet ke $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Gambar 2.7) menghasilkan supersaturasi yang lebih kecil, yang mengarah ke jumlah yang lebih kecil dan ukuran partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang lebih besar.

Pandangan diatas didukung oleh fakta bahwa partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang diperoleh dalam fluks NaCl-KCl jauh lebih kecil daripada yang diperoleh dalam fluks LiCl-KCl (bandingkan gambar 2.8(F) dengan Gambar 2.9). Dalam kasus fluks NaCl-KCl, partikel agregat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terbentuk melalui reaksi antara Bi_2O_3 dan TiO_2 . Partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam agregat tumbuh menjadi partikel seperti pelat terpisah pada pemanasan lebih lanjut, seperti perubahan dari Gambar 2.5(D) ke Gambar 2.5(F). Dalam kasus ini pembentukan partikel baru tidak diperlukan, karena partikel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ sudah ada, sehingga menghasilkan banyak partikel kecil yang tumbuh.



Gambar 2.9 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang diperoleh dengan pemanasan selama 1 jam pada 800°C dalam fluks 0,5NaCl-0,5KCl ($F=1$) (bar=4 μm) (Kimura, dkk., 1983).

Pengaruh jumlah fluks terhadap ukuran partikel ditunjukkan pada Gambar 2.5 (F) dan 2.8(D). Dimana peningkatan jumlah fluks meningkatkan ukuran partikel. Meskipun rasio molar LiCl terhadap total oksida lebih besar dalam kasus Gambar 2.8 (D) dengan $F=0,58$, namun laju perubahan fase intermediet menjadi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ tidak jauh berbeda, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 dan 2.2. Hal ini dikarenakan rasio LiCl terhadap KCl yang sama.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian telah dilaksanakan pada bulan Juli-September 2025 yang dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Edukasi dan Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, mortar agate, neraca analitik, tanur, *hotplate*, oven, alumunium foil, kertas saring, seperangkat 15structural XRD, seperangkat 15structural SEM, dan seperangkat spektroskopi IR.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini 15struct Bi_2O_3 (*Sigma Aldrich*, 99,9% serbuk), TiO_2 (*Sigma Aldrich*, 99,9% serbuk), LiCl (*Merck*, 99,9% serbuk), AgNO_3 (*Merck*, serbuk), KCl , aseton (*Merck*), dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan dalam penelitian ini 15struct:

Pada penelitian ini menggunakan garam campuran LiCl-KCl dengan rasio *mol* 1:1. Adapun tahapan penelitian 15struct:

a. Tahapan sintesis bismuth titanat dengan metode lelehan garam

Prosesini mencakup pengadaan bahan dan alat, perhitungan jumlah bahan, penggilingan (*grinding*) material awal, proses homogenasi, serta proses pemanasan awal. Pada penelitian ini menggunakan suhu 400, 500, dan 600°C, kemudian dilakukan pendinginan sampai suhu ruang, dan penghilangan kadar garam dengan air panas.

b. Tahapan proses karakteristik

Tahap ini meliputi (a) analisis produk sintesis dengan XRD, (b) 15structu morfologi produk dengan SEM, dan (c) karakteristik komposisi gugus fungsi dari produk hasil sintesis. Dengan spektroskopi inframerah.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Bismut Titanat

Sintesis senyawa Bismut Titanat, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, menggunakan metode lelehan garam LiCl . Sintesis ini menggunakan rasio mol produk ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dan garam campuran (LiCl-KCl : 1:1) adalah 1:7. Kebutuhan massa prekursor (Bi_2O_3 dan TiO_2) dan garam (LiCl dihitung secara stoikometrik dengan massa senyawa target sebanyak 3 gram. Sintesis dilakukan dengan mencampurkan hasil penggerusan prekursor dan garam di *mortar agate* sampai homogen.

Untuk membantu menghomogenkan campuran tersebut maka ditambahkan aseton secukupnya. Selanjutnya dilakukan kalsinasi dengan variasi suhu 400, 500, dan 600°C. Selanjutnya dilakukan penghilangan sisa garam pada sampel produk dilakukan dengan mencuci sampel dengan akuades panas. Kandungan garam pada sampel diidentifikasi dengan larutan AgNO_3 dan jika tidak ditemukan endapan putih maka sampel tidak mengandung garam. Selanjutnya sampel produk dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 4 jam.

3.4.2 Karakterisasi

3.4.2.1 Analisis Produk Sintesis dengan XRD

Karakterisasi dengan intrumen XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fasa, struktur, derajat kristanilitas sampel, dan menganalisa hasil produk sintesis. Pengukuran dilakukan pada suhu kamar menggunakan *X-ray diffractometer* dengan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ pada 40 kV dan 300 mA. Rentang yang digunakan adalah $2\theta = 10\text{--}90^\circ$ dengan langkah $2\theta = 0,02^\circ$ dan 1 detik/langkah.

3.4.2.2 Analisa Morfologi Produk dengan SEM

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi kristal senyawa, ukuran partikel, dan presentase unsur penyusunnya. Langkah awal yang dilakukan adalah sampel ditempatkan dan diletakkan pada SEM spesimen holder. Dilakukan pengujian dengan perbesaran 10000x. Selanjutnya dikarakterisasi dan dianalisis berdasarkan morfologi, komposisi, dan distribusi ukuran partikel bismuth titanate menggunakan SEM. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan SEM berupa morfologi permukaan. Hasil tersebut dibandingkan dengan penelitian terdahulu.

3.4.2.3 Spektroskopi IR

Spektroskopi inframerah (FT-IR) digunakan untuk menyelidiki komposisi gugus fungsi dari produk hasil sintesis. Pengukuran dilakukan dengan metode reflektansi difus (DRIFT) langsung dari sampel tanpa pengenceran dalam KBr. Peralatan yang digunakan 16truct FTIR dengan rentang spektrum $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$.

BAB IV

PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini telah disintesis senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, menggunakan metode lelehan garam campuran LiCl-KCl pada suhu 400, 500, dan 600°C selama 6 jam. Kemudian hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan (a) XRD untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk, (b) SEM untuk mengetahui morfologi, ukuran partikel, dan (c) Spektroskopi IR untuk mengidentifikasi modus vibrasi IR senyawa hasil sintesis.

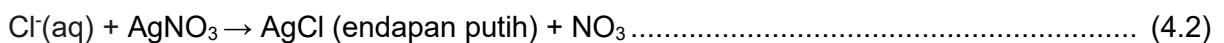
4.1 Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Menggunakan Metode Lelehan Garam dengan Garam LiCl-KCl

Gambar 4.1 (a) Prekusor Bi_2O_3 , (b) Prekusor TiO_2 , (c) Sampel setelah dikalsinasi, (d) sampel dalam proses pencucian, dan (e) sampel yang sudah bersih dan dikeringkan.

Sintesis Senyawa Bismut Titanat dilakukan menggunakan Metode Lelehan Garam dengan Garam LiCl-KCl (1:1). Produk hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 4.1 dan dapat dilihat terjadi perubahan warna dari prekusor yang berwarna putih dan kuning ke putih tulang, sampai putih. Hal ini menunjukkan terjadi reaksi kimia antar prekusor. Adapun reaksi yang terjadi dalam penelitian ini, sebagai berikut:



Hasil sintesis dicuci dengan air panas yang bertujuan untuk melarutkan garam LiCl-KCl. Keberadaan garam ditandai dengan warna putih yang merupakan hasil reaksi ion klorida dengan perak nitrat. Reaksi identifikasi garam ditunjukkan pada persamaan 4.2.



Sampel dicuci sampai dengan semua garam LiCl-KCl hilang. Sampel yang bersih dengan garam ditandai dengan tidak adanya warna putih yang muncul.

Pada metode sintesis lelehan garam, campuran LiCl–KCl berperan sebagai media lelehan yang menciptakan lingkungan reaksi berbasis ion, sehingga mampu mempercepat proses pembentukan fase Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Keberadaan ion Li^+ berkontribusi dalam mempercepat proses nukleasi kristal, sementara ion K^+ berfungsi mendukung kestabilan pertumbuhan kristal. Kombinasi kedua ion tersebut menghasilkan struktur kristal yang lebih teratur tanpa terjadinya penggabungan ion ke dalam kisi kristal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (Ranieri dkk., 2013). Pada penelitian ini, perbandingan antara target produk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan campuran garam ditetapkan sebesar 1:7 atau setara dengan nilai fraksi fluks (F) sebesar 0,875.

Menurut laporan Kimura dkk. (1983), variasi nilai F atau rasio antara target produk dan garam campuran tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap hasil sintesis, selama

campuran tersebut masih berfungsi sebagai media fluks yang aktif. Meskipun demikian, LiCl diketahui berperan sebagai fluks aktif yang dapat meningkatkan difusi ion dan mempercepat terbentuknya fase $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$, sehingga pada komposisi tertentu pengaruhnya tetap dapat teramat.

Keberadaan LiCl dalam sistem campuran eutektik LiCl–KCl memungkinkan terbentuknya fase cair pada suhu yang lebih rendah, sehingga proses reaksi sintesis dapat berlangsung dengan lebih efisien dibandingkan metode reaksi padat konvensional (Kimura dkk., 1983; Li dan Kennedy, 2016). Beberapa penelitian sebelumnya juga melaporkan bahwa LiCl dapat berinteraksi dengan 18struktur oksida membentuk senyawa intermediat bersifat sementara, yang selanjutnya mengalami transformasi menjadi fase $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ selama tahap pemanasan lanjutan. Mekanisme ini mempercepat pembentukan struktur Aurivillius sekaligus meningkatkan kristalinitas material yang dihasilkan (Kimura dkk., 1983).

Selain itu, LiCl turut berperan dalam mengendalikan morfologi kristal. Mengingat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki struktur berlapis, pertumbuhan kristalnya cenderung berlangsung secara 18structural18. Kehadiran fluks LiCl dapat mendorong mekanisme *dissolution–precipitation* (pelarutan dan pengendapan), sehingga menghasilkan partikel dengan morfologi berbentuk *plate-like* serta orientasi kristal yang lebih teratur (Kan dkk., 2003).

4.2 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Menggunakan XRD

Gambar 4.2 Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Gambar 4.2 memperlihatkan bahwa pola difraksi sinar-X (XRD) sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dikalsinasi pada suhu 400 °C, 500 °C, dan 600 °C menampilkan puncak-puncak difraksi karakteristik $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Puncak-puncak utama yang teridentifikasi sesuai dengan data standar JCPDS No. 00-035-0795, yaitu pada sudut 2θ sekitar 23,96°; 30,26°; 32,84°; 38,38°; 39,9°; 40,06°; 44,46°; 47,34°; 48,04°; 51,54°; dan 57,2°. Hasil sintesis pada ketiga variasi suhu kalsinasi selama 6 jam menunjukkan bahwa seluruh puncak difraksi mengindikasikan terbentuknya fase $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan struktur kristal ortorombik.

Meskipun demikian, masih teramatinya adanya senyawa residu yang diduga berasal dari sisa garam LiCl–KCl yang bereaksi dengan H_2O , serta kemungkinan keberadaan fase transisi atau prekusor yang belum bereaksi sempurna. Hal ini ditunjukkan oleh puncak-puncak tambahan yang ditandai dengan Δ . Selain itu, puncak difraksi dengan intensitas tertinggi mengalami pergeseran yang konsisten pada seluruh variasi suhu kalsinasi, yaitu sekitar $2\theta = 0,25^\circ$.

Berdasarkan data standar JCPDS/ICOD No. 00-035-0795 yang dianalisis menggunakan perangkat lunak HighScore, diketahui bahwa sistem kristal ketiga sampel termasuk dalam sistem ortorombik dengan grup ruang *B2cb*. Parameter kisi yang diperoleh

masing-masing adalah $a = 5,4489 \text{ \AA}$, $b = 32,8150 \text{ \AA}$, dan $c = 5,4100 \text{ \AA}$. Menurut Li (2017), struktur kristal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang pertama kali dilaporkan oleh Aurivillius saat material ini ditemukan adalah pseudo-tetragonal dengan parameter kisi $a = 3,841 \text{ \AA}$ dan $b = 32,83 \text{ \AA}$. Namun, melalui analisis menggunakan kristal tunggal, struktur tersebut kemudian direvisi menjadi struktur ortorombik dengan parameter kisi $a = 5,410 \text{ \AA}$, $b = 5,448 \text{ \AA}$, dan $c = 32,84 \text{ \AA}$, yang nilainya sangat mendekati data standar JCPDS/ICOD No. 00-035-0795.

Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang pertama kali ditemukan oleh Aurivillius tersebut selanjutnya dikonfirmasi melalui kombinasi studi difraksi sinar-X dan difraksi neutron, yang menunjukkan bahwa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ merupakan material dengan struktur ortorombik polar dan grup ruang $B2cb$, khususnya pada suhu kalsinasi rendah di bawah suhu Curie ($T_c \approx 650 \text{ }^\circ\text{C}$). Newnham dkk. (1971) menyatakan bahwa struktur kristal senyawa Aurivillius dipengaruhi oleh jumlah lapisan yang terletak di antara lapisan $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}$. Untuk mengurangi regangan, senyawa dengan jumlah lapisan ganjil cenderung mengkristal dalam struktur $B2cb$, sedangkan senyawa dengan jumlah lapisan genap lebih stabil dalam struktur berbasis $A2_1am$. Dalam hal ini, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ termasuk dalam kelompok dengan jumlah lapisan ganjil.

Secara ideal, fase Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ memiliki struktur tetragonal dengan grup ruang $I4/mmm$, dan struktur ini akan terbentuk pada suhu di atas suhu Curie, yaitu sekitar $675 \text{ }^\circ\text{C}$. Urutan transisi fase $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dilaporkan berlangsung dari $B2cb \rightarrow Cmca \rightarrow I4/mmm$ (Li, 2017). Dengan demikian, berdasarkan hasil XRD sampel yang dikalsinasi pada suhu 400, 500, dan $600 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam, dapat disimpulkan bahwa fase yang terbentuk masih merupakan fase awal Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

Hasil XRD pada penelitian ini, jika dibandingkan dengan penelitian Kimura dkk. (1983), sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2.3 pada bagian pembahasan, menunjukkan bahwa penambahan waktu kalsinasi selama 6 jam berpengaruh terhadap pembentukan fase $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Kimura dkk. (1983) juga melakukan sintesis pada suhu 400 °C, 500 °C, dan 600 °C. Diketahui bahwa pelebaran puncak difraksi XRD berkaitan dengan ukuran kristalit. Oleh karena itu, berdasarkan puncak difraksi dengan intensitas tertinggi pada sudut sekitar $2\theta = 30,26^\circ$, ukuran kristalit $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ pada seluruh variasi suhu kalsinasi dapat dihitung menggunakan persamaan Scherrer, yang didasarkan pada lebar puncak difraksi maksimum (Scherrer, 1918; Patterson, 1939). Persamaan Scherrer dinyatakan pada Persamaan (4.3).

$$D = \frac{\beta \cos \theta}{k \lambda} \quad \dots \dots \dots \quad (4.3)$$

Dengan, (D) adalah ukuran kristalit, (k) adalah konstanta Scherrer (0,9), (λ) adalah panjang gelombang sinar-X Cu Ka (1,5406 Å), (β) adalah nilai *FWHM*, dan (θ) adalah sudut *Bragg*.

Sebagai perbandingan kuantitatif, parameter hasil analisis XRD dari sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dikalsinasi pada suhu 400 °C, 500 °C, dan 600 °C selama 6 jam, dirangkum dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Hasil analisis XRD sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

4.3 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Menggunakan SEM

Gambar 4.3 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu 400°C dengan pembesaran (a) 1 μm dan (b) 5 μm ; pada suhu 500°C dengan pembesaran (c) 1 μm dan (d) 5 μm ; dan pada suhu 600°C dengan perbesaran (c) 1 μm dan (d) 5 μm , selama 6 jam.

Mikrograf SEM yang ditampilkan Gambar 4.3 (a), terlihat partikel-partikel pipih dengan luas permukaan kecil dan beberapa partikel yang luas permukaannya lebih besar terbentuk dibawahnya. Lalu, pada pengukuran 5 μm yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 (b) terlihat beberapa partikel, selain yang ada pada Gambar 4.3 (a), telah terbentuk partikel plate like (mirip piringan) dengan luas permukaan yang lebih besar dengan masih terdapat partikel-partikel pipih diatasnya. Dimana terlihat dari keduanya bahwa konsistensi partikel *plate-like* menggumpal (teraglomerasi) dan bentuknya masih belum beraturan pada suhu kalsinasi 400°C selama 6 jam.

Mikrograf SEM ditampilkan Gambar 4.3 (c) terlihat masih mirip dengan Mikrograf SEM ditampilkan Gambar 4.3 (a), dengan masih terdapat partikel-partikel pipih yang teraglomerasi. Partikel-partikel pipih yang terbentuk pada Gambar 4.3 (c) terlihat membentuk partikel yang lebih besar dan mirip piringan pada Gambar 4.3 (d), yang beberapa partikel *plate-like* ini memiliki luas permukaan yang halus atau bersih dari partikel-partikel pipih tersebut. Hasil ini menunjukkan bahwa peningkatan suhu kalsinasi dari 400 ke 500°C selama 6 jam mendorong pembentukan partikel *plate-like*.

Mikrograf SEM ditampilkan Gambar 4.3 (e) terlihat bahwa partikel-partikel ini membentuk partikel mirip piringan atau lembaran-lembaran (*plate-like/sheets*) yang jauh lebih besar dan terlihat. Namun, juga masih didapati partikel-partikel mirip jarum yang berada disekitar partikel *plate-like/sheets*. Gambar 4.3 (f), yang dikalsinasi pada suhu 600°C, menunjukkan bahwa *plate-like/sheets* lebih terlihat dan besar daripada hasil kalsinasi pada suhu 400°C (Gambar 4.3 (a) dan (b)) dan suhu 500°C (600°C) (Kimura, dkk (1983).

Mikrograf SEM hasil sintesis pada suhu 600°C selama 6 jam (Gambar 4.3 (e) dan (f)) dapat dibandingkan dengan Mikrograf SEM yang dilakukan oleh Kimura, dkk (1983), yang dapat dilihat pada Gambar 2.5 (F) pada bagian Pembahasan penelitian ini, yang disintesis pada suhu 800°C selama 1 jam. Maka, dapat dilihat keduanya memiliki persamaan bahwa terdapat partikel *plate-like*. Namun, partikel mirip jarum-jarum masih ditemukan pada Gambar 4.3 (e) dan (f). Dimana, partikel ini mirip jarum ini diindikasikan oleh Kimura, dkk (1983) sebagai Bi_2O_3 .

Adanya Bi_2O_3 pada suhu kalsinasi 600°C selama 6 jam, dapat dijelaskan dengan penelitian Navarro-Rojero, dkk.,(2010). Navarro-Rojero, dkk. (2010). mesintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode digiling menggunakan *attrition mill* dengan bola ZrO_2 dalam air selama 3 jam. Serbuk dikeringkan, diayak, dan dikalsinasi pada suhu 600 dan 800 °C selama 2 jam. Hasil XRD-nya menunjukkan bahwa sampel yang dikalsinasi pada 800°C hanya mengandung fase $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni, sedangkan sampel 600°C masih mengandung fase sillenit $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ bersama $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Lalu, Pengukuran dilatometri menunjukkan adanya ekspansi sekitar 740°C yang berkaitan dengan pembentukan fasa baru.

Hal yang sama, yaitu $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni didapat, dapat dilihat pada Gambar 2.4 pada bagian Pembahasan penelitian ini. Gambar 2.4 bahwa pada suhu sekitar 700 lebih selama

10 jam baru didapatkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni (Kimura, dkk., 1983). Lalu pada Gambar SEM 2.5(F), 2.8(A), dan 2.8(B), pada bagian Pembahasan juga, pada suhu kalsinasi 800°C selama 1 jam, 900°C selama 1 jam, dan 800°C selama 5 jam baru mendapatkan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni dengan morfologi *plate-like*. Dimana ini menunjukkan suhu kalsinasi diatas suhu sekitar 700°C , dengan menggunakan LiCl-KCl ataupun tidak, lebih berpengaruh dalam mendapat $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ murni. Sedangkan lamanya kalsinasi dengan menggunakan Garam LiCl-KCl dan lamanya kalsinasi akan lebih mempengaruhi morfologi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.

4.4 Karakterisasi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Menggunakan FT-IR

Gambar 4.4 Fotometri dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disintesis dengan LiCl-KCl yang dikalsinasi selama 6 jam pada 400°C, 500°C, 600°C.

Tabel 4.2 Puncak vibrasi IR

Spektra IR ditampilkan pada Gambar 4.3 dan identifikasi dirangkum pada tabel 4.1. Hasil identifikasi ditemukan puncak vibrasi khas Bi-O pada bilangan gelombang 546, 844, 948. Ikatan ini adalah ikatan yang menjadi ciri khas dari senyawa Bismut Titanat (Hou, dkk., 2009). Namun, diketahui pula bahwa terbentuk ikatan LiOH dan LiO yang bervibrasi. Dimana ikatan-ikatan ini kemungkinan besar terbentuk dari pencucian sampel yang terlalu lama menggunakan aquades panas, seperti yang terjadi pula pada penelitian Airoldi, dkk. (2025). Adapun reaksinya seperti ini: $\text{Li}_{(s)} + \text{H}_2\text{O}_{(g)} \rightarrow \text{LiOH}_{(s)} + \text{H}_{2(g)}$.

Sebenarnya dalam al-qur'an tak ada satupun menyebut tentang bismut titanat. Akan tetapi, tuntunan untuk mencari hikmah dan manfaat terhadap segala sesuatu memang ada, mungkin termasuk manfaat hikmah dan manfaat bismut titanat. Hal ini termuat dalam QS. Shad (38) 27:

وَمَا حَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا إِذْلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوْلَلِ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّاسِ

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

Ayat di atas dan dua ayat setelahnya, yaitu ayat 28 dan 29, kemungkinan besar bukanlah merupakan bagian pesan Allah SWT kepada Nabi Daud as., yang termuat pada ayat-ayat sebelumnya. Tetapi ayat ini adalah uraian ayat sebelumnya tentang Nabi Daud as. yang dijadikan khalifah di bumi dan berhubungan dengan Allah SWT tidak menciptakan sesuatu dengan kesia-sian. Kata (باطلًا) *bathilan* sendiri dapat berarti sia-sia tanpa tujuan. Maka sebagai khalifah dibumi, sudah selayaknya kita yakin dan mencari kebenaran dengan bukti-bukti bahwa segala sesuatu ciptakan Allah SWT tidak dengan sia-sia, termasuk juga diciptakannya sifat fotokalis pada bismuth titanat agar bisa dimanfaatkan. Untuk memaknai Kata (باطلًا) *bathilan*, Shihab (2007) juga memakai Q.S ad-dhukhon (44), ayat 38 yang berbunyi:

وَمَا حَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَعِيْنَ

Artinya: “*Dan tidaklah Kami bermain-main menciptakan langit dan bumi, dan apa yang ada di antara keduanya.*”

Namun penafsiran diatas, tentang tak ada hubungannya dengan Nabi Daud as., bisa jadi juga tak bisa diterima sepenuhnya. Dalam kitab *Tanbihul Ghofilin*, diceritakan bahwa Nabi Daud adalah sosok yang terkenal sebagai pandai besi yang handal dalam membuat alat-alat perang. Dimana dalam pembuatan alat-alat tersebut, tentu perlu adanya pemahaman bahwa biji-biji logam dan material punya sesuatu sifat yang tidak sia-sia. Jadi, QS. Shad (38) ayat 27 kemungkinan tetap ada hubungannya dengan kisah Nabi Daud as. (As-Samarqandi, t.t.).

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diketahui bahwa:

- a. Data XRD menunjukkan bahwa Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ telah berhasil disintesis pada suhu 400, 500, dan 600 selama 6 jam dan menunjukkan sistem kristal ortorombik dengan struktur Aurivillous grup ruang $B2cb$ yang masih merupakan fase awal dan membutuh dua tahap transisi lagi agar terbentuk fase struktur yang paling ideal. Senyawa pengotor dari reaksi garam yang dicuci yang bereaksi dengan aquades mendidih dan adanya kemungkinan masih terdapat fase transisi ataupun prekusor yang belum bereaksi juga masih ditemukan.
- b. Morfologi partikel yang diperoleh pada suhu 400 dan 500 selama 6 jam, terlihat partikel-partikel pipih dengan luas permukaan kecil dan beberapa partikel lainnya yang luas permukaannya lebih besar terbentuk mirip *platelike*, dengan permukaan masih tidak menunjukkan morfologi *plate-like/sheets*. Lalu pada 600 selama 6 jam, baru terlihat dengan jelas *plate-like/sheets* dengan ukuran yang jauh lebih besar. Namun, morfologi berbentuk jarum-jarum masih terlihat pada kalsinasi pada 600 selama 6 jam ini.
- c. Modus vibrasi Bi-O terdeteksi pada bilangan gelombang 546, 844, 948 cm^{-1} yang merupakan vibrasi khas senyawa Aurivillous.

5.2 Saran

Pencucian sampel $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan aquades yang menimbulkan uap air ($\text{H}_2\text{O}_{(g)}$), telah terbukti telah memberikan reaksi samping dan terbentuk LiOH dan LiO . Maka, perlu dilakukan lebih hati-hati saat pencucian dengan tidak memanaskan $\text{H}_2\text{O}_{(l)}$ hingga titik didiknya. Atau, meminimalisir uap air dengan menunggu suhu turun dan menggunakan termometer. Bisa juga mencari variasi suhu dan lama yang tepat, agar pencucian garam tidak menimbulkan reaksi dengan garam LiCl . Lalu, penambahan suhu kalsinasi diatas 600 selama 6 jam, juga akan membuat ukuran partikel menjadi lebih besar dan konsisten.

DAFTAR PUSTAKA

Airoldi, M., Berrocal, J. A., Gunkel, I., & Steiner, U. (2024). Polymer-based solid electrolyte interphase for stable lithium metal anodes. *RSC Applied Polymers*, 3(1), 278–288. <https://doi.org/10.1039/d4lp00293h>

Aurivillius, B. (1949). Mixed bismuth oxides with layer lattices. *Arkiv för Kemi*, 1, 463–480. <https://doi.org/10.3891/acta.chem.scand.01-0463>

Bashofi, S., & Prasetyo, A. (2023). Degradasi Rhodamin B oleh $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang diperoleh dari metode lelehan garam campuran NaCl/KCl. *Positron*, 13(2), 104–110. <https://doi.org/10.26418/positron.v13i2.69085>

Bragg, W. H., & Bragg, W. L. (1913). The reflection of X-rays by crystals. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 88(605), 428–438. <https://doi.org/10.1098/rspa.1913.0040>

Chen, Z., Jiang, H., Jin, W., & Shi, C. (2016). Enhanced photocatalytic performance over $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanosheets with controllable size and exposed {001} facets for Rhodamine B degradation. *Applied Catalysis B: Environmental*, 180, 698–706. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2015.07.022>

Cheng, T., Sun, X., Xian, T., Yi, Z., Li, R., Wang, X., & Yang, H. (2021). Tert-butylamine/oleic acid-assisted morphology tailoring of hierarchical $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ architectures and their application for photodegradation of simulated dye wastewater. *Optical Materials*, 112, 110781. <https://doi.org/10.1016/j.optm-at.2020.110781>

He, H., Yin, J., Li, Y., Zhang, Y., Qiu, H., Xu, J., Xu, T., & Wang, C. (2014). Size controllable synthesis of single-crystal ferroelectric $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanosheets dominated with {001} facets toward enhanced visible-light-driven photocatalytic activities. *Applied Catalysis B: Environmental*, 156–157, 35–43. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2014.03.003>

Hou, J., Kumar, R. V., Qu, Y., & Krsmanovic, D. (2010). Controlled synthesis of photoluminescent $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ nanoparticles from a metal-organic polymeric precursor. *Journal of Nanoparticle Research*, 12(2), 563–571. <https://doi.org/10.1007/s11051-009-9624-z>

Jardiel, T., Caballero, A., & Villegas, M. (2008). Aurivillius ceramics: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ -based piezoelectrics. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 116(1354), 511–518. <https://doi.org/10.2109/jcersj2.116.511>

Kan, Y., Jin, X., Wang, P., Li, Y., Cheng, Y.-B., & Yan, D. (2003). Anisotropic grain growth of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ in molten salt fluxes. *Materials Research Bulletin*, 38(4), 567–576. [https://doi.org/10.1016/S0025-5408\(03\)00029-1](https://doi.org/10.1016/S0025-5408(03)00029-1)

Kasap, S., & Capper, P. (2006). *Springer handbook of ferroelectric and photonic materials*. Springer.

Kimura, T., Kanazawa, T., & Yamaguchi, T. (1983). Preparation of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ powders in the presence of molten salt containing LiCl. *Journal of the American Ceramic Society*, 66(8), 597–600. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1983.tb10099.x>

Kimura, T. (2011). *Molten salt synthesis of ceramic powders*. In *Advances in ceramics: Synthesis and characterization, processing and specific applications*. InTech.

Lazarevic, Z., Stojanovic, B. D., & Varela, J. A. (2005). An approach to analyzing synthesis, structure and properties of bismuth titanate ceramics. *Science of Sintering*, 37(3), 199–216. <https://doi.org/10.2298/SOS0503199L>

Li, L. (2017). *Oxide ion conduction in A-site Bi-containing perovskite-type ceramics* (Doctoral dissertation). University of Sheffield.

Li, L., & Kennedy, B. J. (2016). Topochemical molten salt synthesis for functional oxide materials. *Chemical Science*, 7, 623–636. <https://doi.org/10.1039/C5SC0-3521J>

Marella, S., 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 single molten NaCl salt. *Journal of Pure and Applied Chemistry Research*, 10(1), 64–71. <https://doi.org/10.21776/ub.jpacr.2021.010.01.570>

Maryani, K., Anwari, N. S., Safitri, W. N., Hardian, A., Inggarwati, E. D., & Prasetyo, A. (2024). The effect of synthesis temperature on structural, morphological, and band gap energy of plate-like $\text{Bi}_4\text{Ti}_{2.95}\text{V}_{0.05}\text{O}_{12}$ prepared by molten NaCl/KCl salt method. *Communications in Science and Technology*, 9(1), 1–6. <https://doi.org/10.21924/cst.9.1.2024.1279>

Navarro-Rojero, M. G., Romero, J. J., Rubio-Marcos, F., & Fernandez, J. F. (2010). Intermediate phases formation during the synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ by solid-state reaction. *Ceramics International*, 36(4), 1319–1325. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2009.12.023>

Newnham, R. E., Wolfe, R. W., & Dorrian, J. F. (1971). Structural basis of ferroelectricity in the bismuth titanate family. *Materials Research Bulletin*, 6(10), 1029–1039. [https://doi.org/10.1016/0025-5408\(71\)90082-1](https://doi.org/10.1016/0025-5408(71)90082-1)

Pardo, L., & Ricote, J. (2011). *Multifunctional polycrystalline ferroelectric materials*. Springer.

Ranieri, M. G. A., Aguiar, E. C., Cilense, M., Simões, A. Z., & Varela, J. A. (2013). Syntheses of bismuth titanate templates obtained by the molten salt method. *Ceramics International*, 39(7), 7291–7296. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.02.091>

Scherrer, P. (1918). Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen. *Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, Mathematisch-Physikalische Klasse*, 98–100. <https://doi.org/10.1515/9783112625823-010>

Setasuwon, P., & Kijamnajsak, S. (2008). Effects of starting materials on molten salt synthesis of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. *Advanced Materials Research*, 55–57, 165–168. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.55-57.165>

Subbarao, E. C. (1962). Crystal structure of bismuth titanate. *Journal of the American Ceramic Society*, 45(4), 166–169. <https://doi.org/10.1111/j.11512916.1962.t-b11125.x>

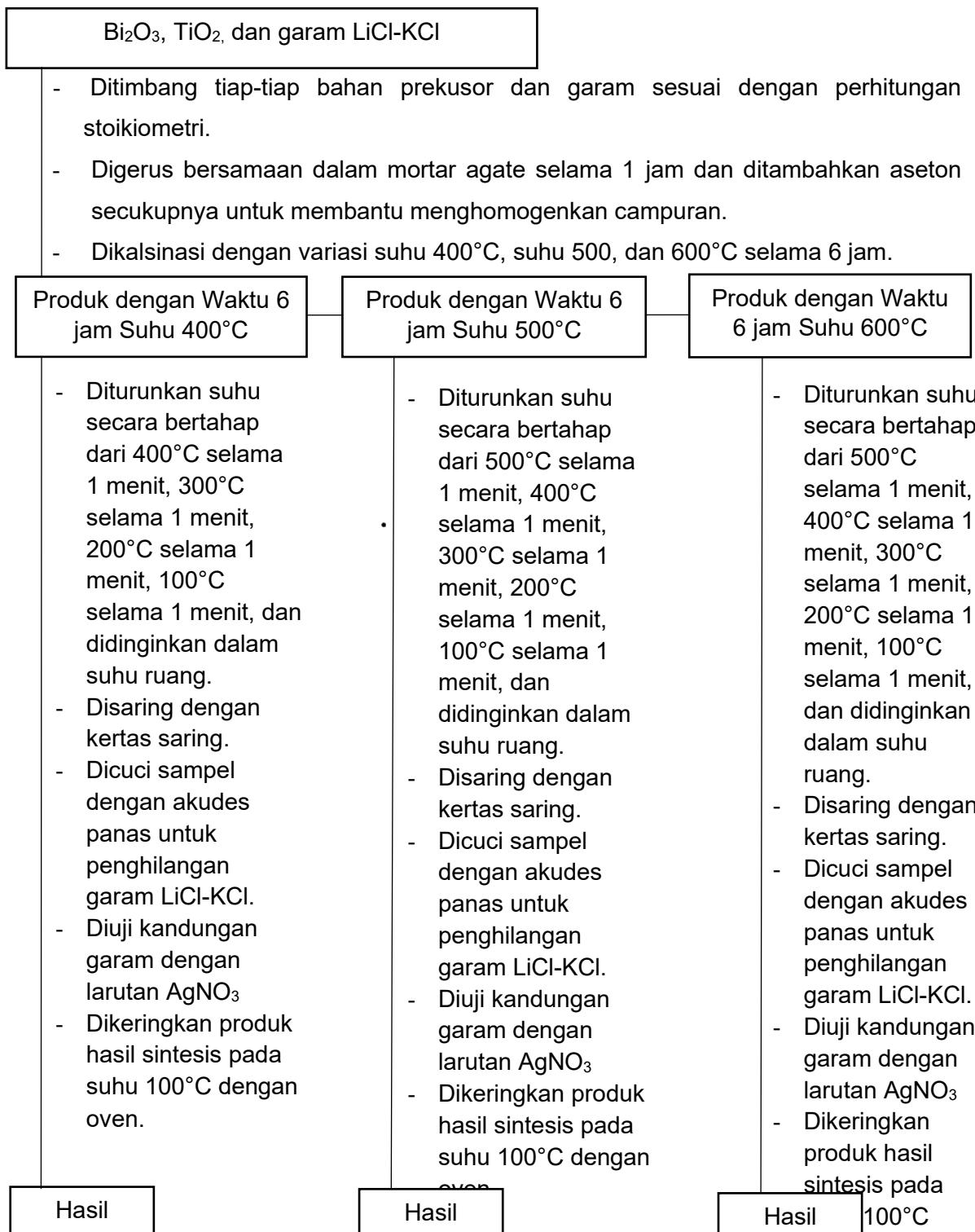
Zhang, X., Li, Y., & Chen, Z. (2015). Structural and ferroelectric properties of $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ceramics. *Ceramics International*, 41(1), 1234–1240. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.09.019>

Zhao, Z., Li, X., Ji, H., & Deng, M. (2014). Formation mechanism of plate-like $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ particles in molten salt fluxes. *Integrated Ferroelectrics*, 154(1), 154–158. <https://doi.org/10.1080/10584587.2014.904705>

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

L.1.1 Sintesis Bismut Titanat



L.1.2 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan Powder XRD

Sampel hasil sintesis

- Diletakkan pada *sample holder* kurang lebih sebanyak 0,5 gram
- Dianalisis pada rentang $2\theta = 10 - 90^\circ$
- Dibandingkan dengan Data Standart XRD *JCPDS*. No. 00-035-0795

Hasil

L.1.3 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan FT-IR

Sampel hasil sintesis

- Diletakkan dalam *sample holder*.
- Diukur spektrumnya menggunakan spektrometer Spektroskopi inframerah (FT-IR) pada rentang spektral dengan rentang spektrum $400-4000 \text{ cm}^{-1}$
- Dianalisis data spektrum dari sampel.

Hasil

L.1.4 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan SEM

Sampel hasil sintesis

- Ditempatkan sampel pada SEM *specimen holder*
- Diuji dengan perbesaran 5.000x, dan 10.000x

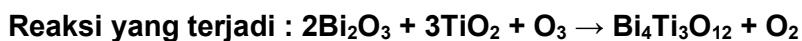
Hasil

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 atau $F=0,875$	
$Mr \text{ Bi}_2\text{O}_3$	= 465,96 gram/mol
$Mr \text{ TiO}_2$	= 79,9 gram/mol
$Mr \text{ LiCl}$	= 42,39 gram/mol
$Ar \text{ Bi}$	= 208,98 gram/mol
$Ar \text{ Ti}$	= 47,87 gram/mol
$Ar \text{ O}$	= 16 gram/mol



1. $Mr \text{ Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ = 0,611235 gram

$$\begin{aligned} Mr \text{ Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} &= (4 \times Ar \text{ Bi}) + (3 \times Ar \text{ Ti}) + (12 \times \\ &Ar \text{ O}) \\ &= [(4 \times 208,98) + (3 \times 47,87) + (12 \times 16)] \\ &\text{gram/mol} \\ &= [835,92 + 143,61 + 192] \text{ gram/mol} \\ &= 1171,53 \text{ gram/mol} \end{aligned}$$

5. Mol LiCl

$$\begin{aligned} \text{Mol LiCl} &= 7 \times \text{Mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} \\ &= 7 \times 0,00255 \text{ mol} \\ &= 0,01785 \text{ mol} \end{aligned}$$

6. Massa LiCl

$$\begin{aligned} \text{Massa LiCl} &= Mr \text{ LiCl} \times \text{Mol LiCl} \\ &= 42,39 \text{ gram/mol} \times 0,01785 \text{ mol} \\ &= 0,7566 \text{ gram} \end{aligned}$$

2. Mol Bi₄Ti₃O₁₂

$$\begin{aligned} \text{Mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} &= \text{Massa Target} \times Mr \\ &\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} \\ &= 3 \text{ gram} \times 1171,53 \text{ gram/mol} \\ &= 0,00255 \text{ mol} \end{aligned}$$

7. Mol KCl

$$\begin{aligned} \text{Mol LiCl} &= 7 \times \text{Mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} \\ &= 7 \times 0,00255 \text{ mol} \\ &= 0,01785 \text{ mol} \end{aligned}$$

3. Massa Bi₂O₃

$$\begin{aligned} &= Mr \text{ Bi}_2\text{O}_3 \times \text{mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} \times 2 \\ &= 465,96 \text{ gram/mol} \times 0,00255 \text{ mol} \times 2 \\ &= 2,376 \text{ gram} \end{aligned}$$

8. Massa KCl

$$\begin{aligned} \text{Massa LiCl} &= Mr \text{ LiCl} \times \text{Mol LiCl} \\ &= 74,5513 \text{ gram/mol} \times 0,01785 \text{ mol} \\ &= 1,331 \text{ gram} \end{aligned}$$

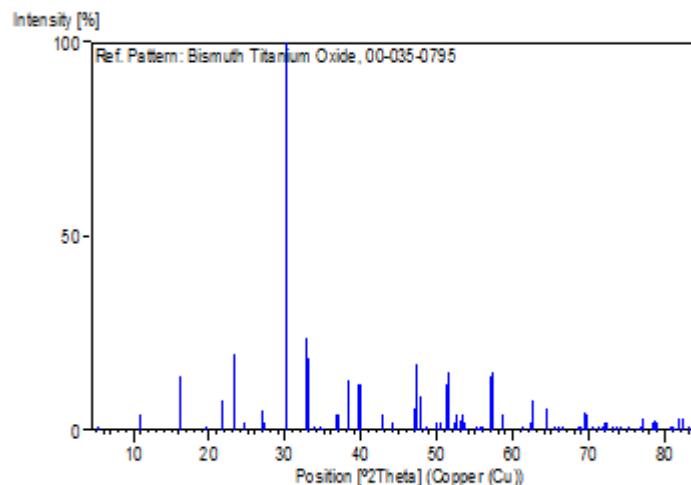
4. Massa TiO₂

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= Mr \text{ TiO}_2 \times \text{Mol Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12} \times 3 \\ &= 79,9 \text{ gram/mol} \times 0,00255 \text{ mol} \times 3 \end{aligned}$$

Lampiran 3. Data Hasil Karakterisasi

L.3.1 Data XRD

Tabel L.3.1.1 Data Standart XRD JCPDS/ICOD No. 00-035-0795 ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$)



Name and formula

Reference code: 00-035-0795

Compound name: Bismuth Titanium Oxide
 PDF index name: Bismuth Titanium Oxide

Empirical formula: $\text{Bi}_4\text{O}_{12}\text{Ti}_3$

Chemical formula: $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Crystallographic parameters

Crystal system: Orthorhombic

Space group: *B2cb*

Space group number: 65

a (Å): 5,4489

b (Å): 32,8150

c (Å): 5,4100

Alpha (°): 90,0000

Beta (°): 90,0000

Gamma (°): 90,0000

Volume of cell (10^6 pm^3): 967,34

Z: 4,00

L. 3.1.1 Data XRD Sintesis 400 °C

Gambar L.3.1.1 Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dikalsinasi pada suhu 400°C

Tabel L.3.1.1 Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Dikalsinasi Pada Suhu 400°C

28	72.82(3)	1.2977(5)	358(55)	0.44(3)	176(10)	0.49(10)	0.9(2)
29	73.85(3)	1.2822(5)	141(34)	0.39(7)	62(5)	0.44(14)	0.9(2)
30	74.64(2)	1.2706(3)	155(36)	0.23(4)	40(4)	0.26(9)	0.9(2)
31	75.078(15)	1.2642(2)	143(35)	0.15(2)	24(3)	0.17(6)	0.9(2)
32	76.55(15)	1.243(2)	127(33)	0.3(3)	54(68)	0.4(6)	1.0(5)
33	76.796(15)	1.2402(2)	638(73)	0.22(4)	189(66)	0.30(14)	1.0(5)
34	78.126(11)	1.22235(15)	503(65)	0.34(4)	343(11)	0.68(11)	1.0(3)
35	82.15(2)	1.1724(3)	197(40)	0.32(4)	68(6)	0.34(10)	3.5(11)
36	84.65(7)	1.1440(7)	270(47)	1.14(5)	332(16)	1.2(3)	3.5(11)

L.3.1.2 Data XRD Sintesis 500°C

Gambar L.3.1.2 Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dikalsinasi pada suhu 500°C

Tabel L.3.1.2 Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Dikalsinasi Pada Suhu 500°C

L.3.1.1 Data XRD Sintesis 600°C

Gambar L.3.1.3 Difraktogram senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang dikalsinasi pada suhu 500°C

Tabel L.3.1.3 Pola Difraksi Sinar-X dan Daftar Puncak Senyawa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Dikalsinasi Pada Suhu 600°C

L.3.2 Data Karakterisasi SEM

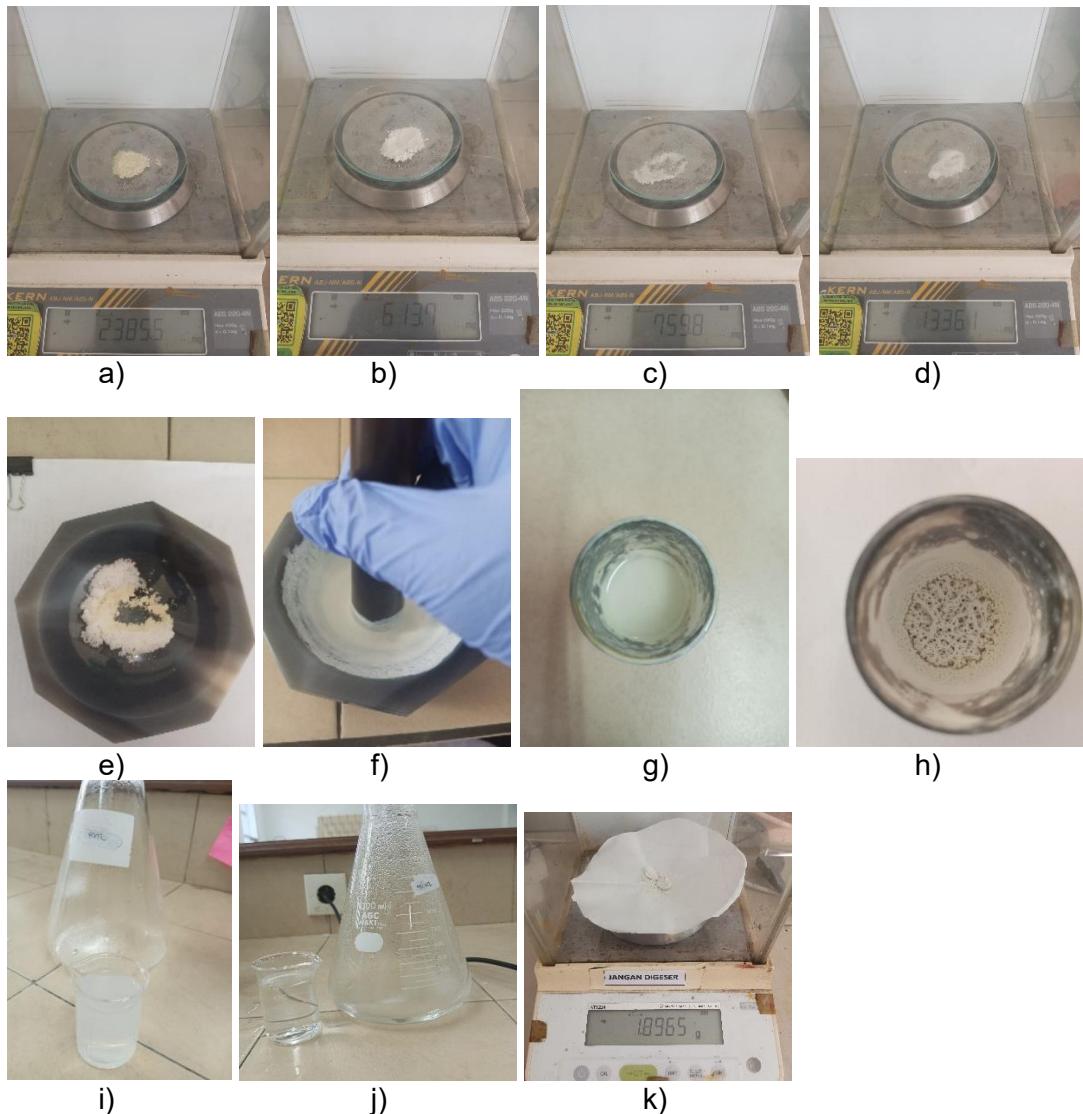
Gambar L.3.2 Mikrograf SEM $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang disintesis pada suhu 400°C dengan pembesaran a) 5.000x dan b) 10.000; pada suhu 500°C dengan pembesaran c) 5.000x dan d) 10.000; dan pada suhu 600°C dengan perbesaran c) 5.000x dan d) 10.000.

L.3.3 Data Karakterisasi FTIR

Gambar L.3.3.1 Fotometri dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disintesis dengan LiCl-KCl yang dikalsinasi selama 6 jam pada 400°C.

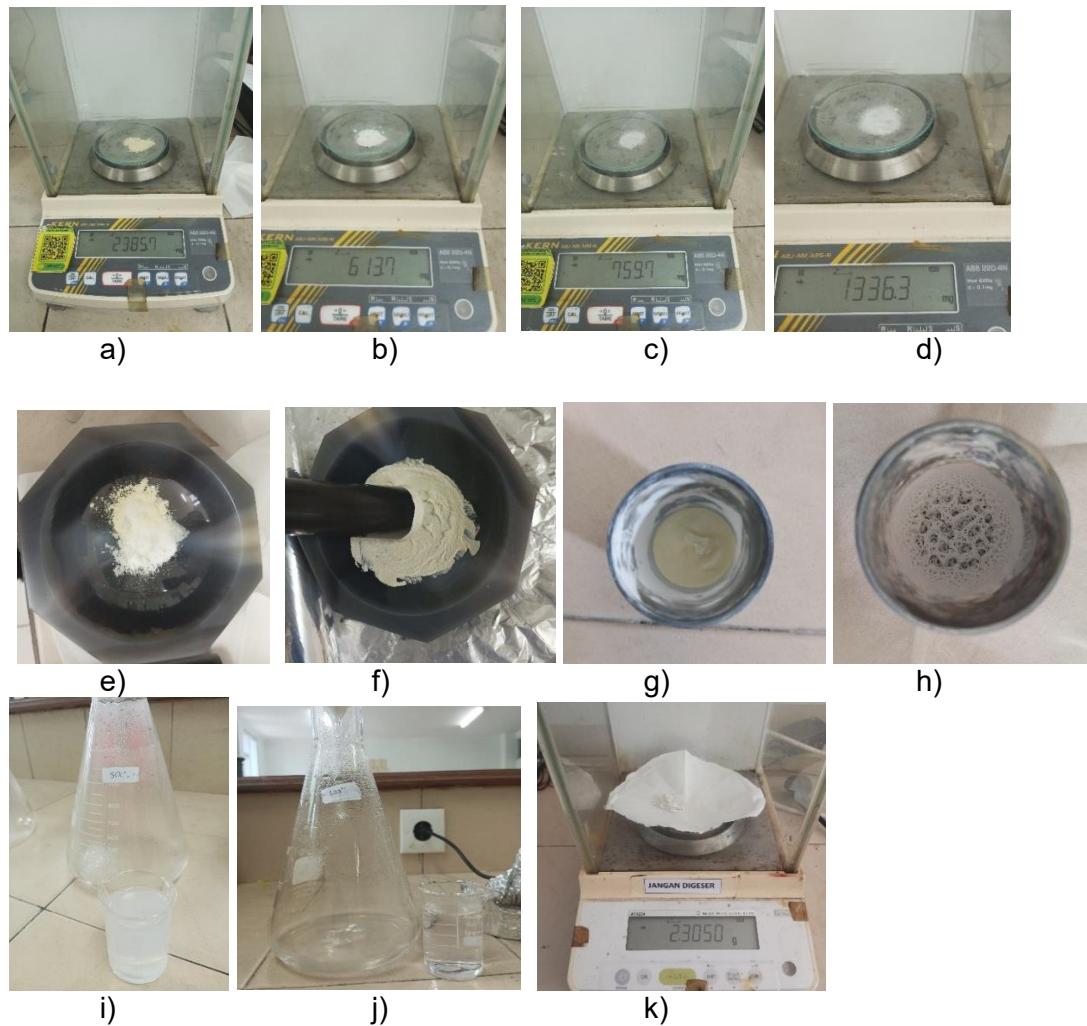
Gambar L.3.3.2 Fotometri dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disintesis dengan LiCl-KCl yang dikalsinasi selama 6 jam pada 400°C.

Gambar L.3.3.3 Fotometri dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ disintesis dengan LiCl-KCl yang dikalsinasi selama 6 jam pada 400°C.

Lampiran 4. Dokumentasi**L.4.1 Dokumentasi Sintesis Sampel yang Dikalsinasi pada 400°C**

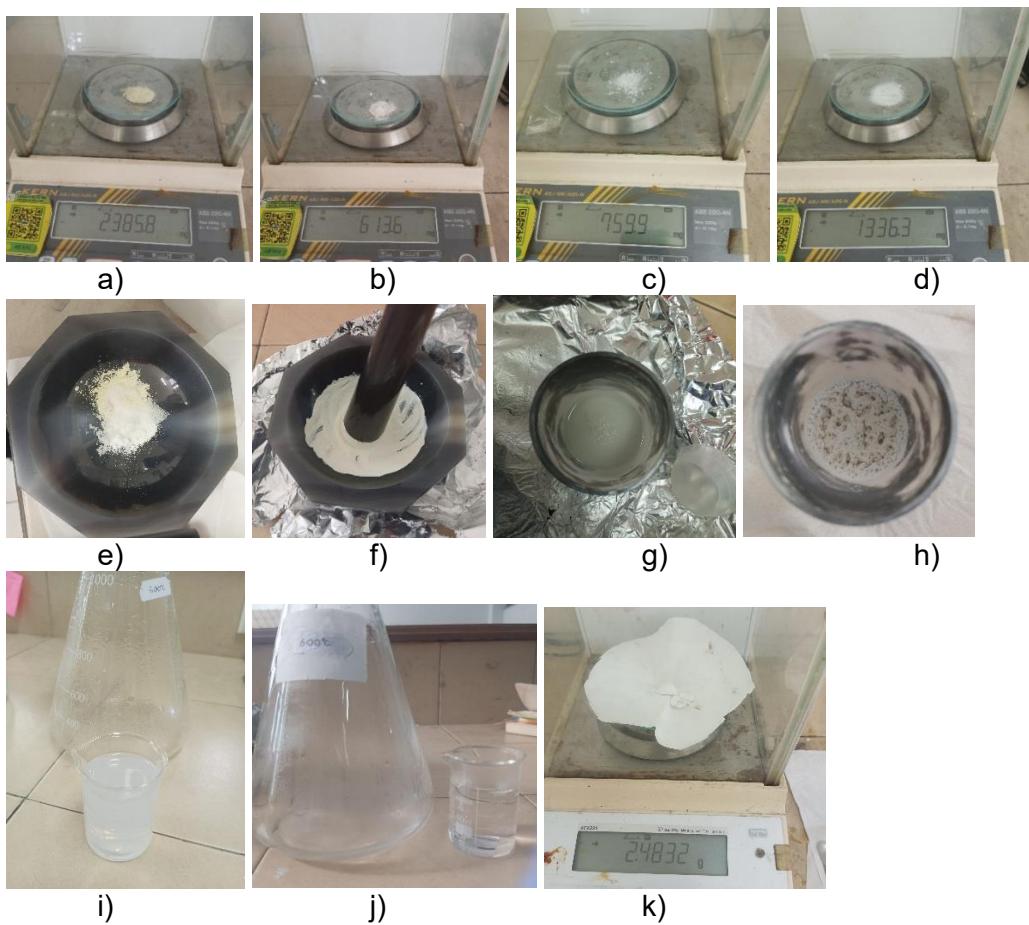
Gambar L.4.1 Dokumentasi penelitian: a) Penimbangan Bi_2O_3 , b) Penimbangan TiO_2 , c) Penimbangan LiCl , d) Penimbangan KCl , e) dan f) Penggerusan dan penambahan aseton, g) Sampel sebelum dikalsinasi, h) Sampel sesudah dikalsinasi, i) Sampel masih mengandung garam dengan uji AgNO_3 , j) Sampel sudah bersih dari garam, k) Penimbangan hasil sampel yang didapatkan setelah dikeringkan pada suhu 100°C selama 4 jam.

L.4.2 Dokumentasi Sintesis Sampel yang Dikalsinasi pada 500°C



Gambar L.4.2 Dokumentasi penelitian: a) Penimbangan Bi_2O_3 , b) penimbangan TiO_2 , c) Penimbangan LiCl , d) Penimbangan KCl , e) dan f) Penggerusan dan penambahan aseton, g) Sampel sebelum dikalsinasi, h) Sampel sesudah dikalsinasi, i) Sampel masih mengandung garam dengan uji AgNO_3 , j) Sampel sudah bersih dari garam, k) Penimbangan hasil sampel yang didapatkan setelah dikeringkan pada suhu 100°C selama 4 jam.

L.4.3 Dokumentasi Sintesis Sampel yang Dikalsinasi pada 600°C



Gambar L.4.3 Dokumentasi penelitian: a) Penimbangan Bi_2O_3 , b) penimbangan TiO_2 , c) Penimbangan LiCl , d) Penimbangan KCl , e) dan f) Penggerusan dan penambahan aseton, g) Sampel sebelum dikalsinasi, h) Sampel sesudah dikalsinasi, i) Sampel masih mengandung garam dengan uji AgNO_3 , j) Sampel sudah bersih dari garam, k) Penimbangan hasil sampel yang didapatkan setelah dikeringkan pada suhu 100°C selama 4 jam.