

# Sintesis dan Karakterisasi Aurivillius $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ dan $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$ dengan Metode *Solid State*

Jahidul Umam dan Afifah Rosyidah

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

*E-mail* : afifahr@chem.its.ac.id

**Abstrak**—Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  telah berhasil disintesis menggunakan metode solid state. Kedua Aurivillius tersebut dianalisa dengan X-Ray Diffraction (XRD) untuk mengetahui struktur dan tingkat kristalinitas, X-Ray Fluorescence (XRF) dan Energi Dispersive X Ray (EDX) untuk analisa komposisi penyusunnya, dan Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk analisa morfologi permukaan Aurivillius. Kation A dan kation B yang berbeda pada Aurivillius tersebut mengakibatkan perbedaan nilai faktor toleransi perovskit, tingkat kristalinitas, morfologi permukaan, dan space group. Kedua Aurivillius tersebut memiliki struktur ortorombik,  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  memiliki group ruang Fm2m sedangkan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  yang memiliki group ruang A21am. Lapisan perovskit pada kedua Aurivillius berhasil terbentuk sempurna dengan nilai faktor toleransi perovskit masing-masing sebesar 0,947 dan 0,962. Morfologi permukaan  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  berbentuk batang sedangkan morfologi  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  berbentuk biji-bijian yang berorientasi acak.

**Kata Kunci**—Aurivillius, solid state, kristalinitas, perovskit, morfologi, struktur

## I. PENDAHULUAN

Seiring dengan kemajuan ilmu dan teknologi bahan dan dengan peningkatan kebutuhan hidup, berbagai bahan terus dikembangkan. Salah satu jenis bahan yang terus dikembangkan adalah material feroelektrik. Material feroelektrik mempunyai kemampuan untuk menahan sisa polarisasi elektrik setelah tegangan listrik yang diberikan dihilangkan. Material yang mempunyai sifat feroelektrik menunjukkan polarisasi muatan parsial secara spontan, yaitu polarisasi tanpa adanya medan listrik. Di dalam material feroelektrik terdapat dipol listrik permanen, jika suatu material feroelektrik dikenakan medan listrik, maka dipol-dipol tersebut akan menyesuaikan posisinya mengikuti arah medan listrik itu sehingga setiap dipole unit sel pada material feroelektrik akan mempunyai arah yang sama [1]. Salah satu material yang dapat bersifat feroelektrik adalah oksida Aurivillius.

Oksida Aurivillius pertama kali dilaporkan oleh Bengt Aurivillius pada tahun 1949, namun sifat feroelektrik dari oksida Aurivillius baru diidentifikasi oleh Subbarao pada tahun 1960-an pada oksida Aurivillius  $\text{ABi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  (A = Sr, Ba, dan Pb) [2]. Setelah adanya penemuan ini, penelitian tentang struktur dan sifat feroelektrik pada oksida Aurivillius sangat banyak dilakukan, oksida Aurivillius dikembangkan sesuai dengan manfaat dan penggunaannya, oksida ini dapat digunakan sebagai bahan superkonduktor, katalis dalam industri petrokimia, keramik di bidang kesehatan, bahan penyimpan memori seperti FRAM, DRAM, konduktor, material magnetik, katalis, optical

display, dan kapasitor [3].

Oksida logam Aurivillius merupakan suatu senyawa oksida yang terdiri dari struktur berlapis yang terbentuk dari lapisan perovskit  $[\text{A}_{n-1}\text{BnO}_{3n+1}]^{2-}$  dan lapisan Bismut  $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ . Kation A merupakan ion-ion yang bermuatan +1, +2 atau +3 yang mempunyai koordinasi dodekahedral. Kation A yang berukuran besar ini diantaranya adalah beberapa logam alkali dan alkali tanah. Sedangkan kation B merupakan suatu unsur transisi dengan koordinasi oktahedral yang berukuran lebih kecil dari kation A dan n merupakan bilangan bulat ( $1 \leq n \leq 5$ ) yang menunjukkan jumlah oktahedral pada lapisan perovskit [4].

Berdasarkan fungsi oksida Aurivillius yang memiliki peranan penting dalam perkembangan material feroelektrik, maka perlu dilakukan eksplorasi oksida-oksida Aurivillius yang lain. Oleh karena itu pada penelitian ini akan dilakukan sintesis oksida Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dengan menggunakan metode reaksi kimia padat sebagai usaha eksplorasi senyawa oksida logam yang berpotensi sebagai material feroelektrik.

Kation yang menempati posisi dodekahedral dipilih kation Ca dan La sementara kation Nb dan Ti yang menempati posisi oktahedral. Kation-kation Ca dan La merupakan kation berukuran besar serta mempunyai kandungan jumlah elektron yang banyak sehingga akan memberikan densitas muatan yang lebih besar [5]. Hal ini memberikan harapan bahwa keberadaannya akan membawa akibat nilai polarisasi remanen, nilai kapasitansi (nF), serta nilai koefisien dielektrik (Kef) dari sifat feroelektrik senyawa oksida Aurivillius hasil sintesis akan lebih besar.

## II. URAIAN PENELITIAN

### A. Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\text{CaCO}_3$  (Merck > 98%),  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  dengan kemurnian 99% (Sigma-Aldrich) untuk sintesis oksida Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  (CBN) dan  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$  kemurnian 99% (Sigma-Aldrich) untuk sintesis oksida Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  (LBTN) serta aseton (SAP Chemicals, > 99%) sebagai larutan pendispersi. Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan-peralatan gelas, kaca arloji, spatula, mortar dan pastel agat, krus alumina, neraca analitis, dan furnace, serta peralatan karakterisasi XRD Philips X'Pert PN-1830, XRF PANalytical Minipal 4, dan SEM/EDX FEI Inspect S50.

### B. Sintesis Aurivillius $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ dan $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$

Metode yang digunakan dan perlakuan yang dilakukan

dalam Sintesis oksida Aurivillius dalam penelitian ini mengacu pada penelitian sebelumnya, diantaranya yang dilakukan Kumar, dkk (2010) dan Utomo (2012). Sintesis oksida Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dilakukan dengan metode kimia *solid state* pada tekanan atmosfer. Bahan-bahan penyusun Aurivillius dicampurkan dalam sebuah mortar dan digerus serta ditambahkan aseton sebagai larutan pendispersi. Selanjutnya senyawa hasil dibuat menjadi pelet. Pelet dimasukkan dalam kursibel alumina dan dipanaskan pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 8 jam, kemudian pemanasan dinaikkan pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 2 jam dan pada suhu  $1100^\circ\text{C}$  selama 12 jam. Pada setiap tahap pemanasan dilakukan penggerusan ulang untuk mempercepat jalannya reaksi.

### C. Karakterisasi

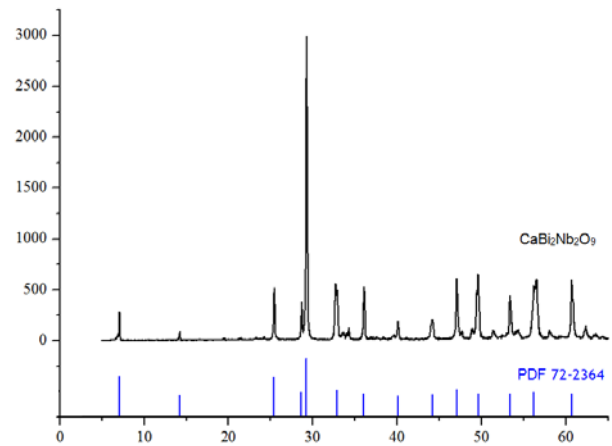
Karakterisasi Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dilakukan dengan menggunakan difraksi sinar X (XRD) Philips X'Pert PN-1830. Difraktogram berupa grafik hubungan antara sudut difraksi dengan intensitas. Pola difraktogram yang terbentuk selanjutnya dicocokkan dengan data standar dari PCPDFWIN (PDF, Powder Diffraction File) yang dikeluarkan oleh JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standar). Karakterisasi dengan X-Ray Fluorescence (XRF) dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia unsur-unsur yang terdapat pada Aurivillius secara kuantitatif. Oksida Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan Scanning Electrom Microscopy (SEM) yang dilengkapi dengan Energy Dispersive X-Ray (EDX). Analisa SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan. Energy dispersive X-ray spectrometer (EDX) digunakan untuk menentukan komposisi unsur-unsur yang ada dalam cuplikan oksida.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Sintesis Aurivillius $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ dan $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$

Oksida Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  ini telah berhasil disintesis dengan metode reaksi kimia padat atau biasa disebut metode *solid state*. Senyawa penyusun Aurivillius dicampur dan digerus untuk menghomogenkan reaktan dan meningkatkan luas permukaan senyawa sehingga semakin banyak permukaan senyawa yang berinteraksi dengan senyawa lain dan reaksi dapat berjalan lebih cepat. Dalam pencampuran dan penggerusan, ditambahkan aseton yang mudah menguap sebagai pelarut organik yang berfungsi untuk membantu proses dispersi partikel-partikel reaktan. Setelah itu, senyawa dibentuk pelet dengan alat penekan untuk meningkatkan luas kontak dan interaksi antar partikel penyusunnya dan juga untuk meminimalisir kontak senyawa dengan kursibel saat dilakukan pemanasan. Wadah yang digunakan dalam pembakaran aurivillius pada suhu tinggi adalah kursibel alumina karena bersifat inert dan mampu bertahan sampai suhu  $1950^\circ\text{C}$ .

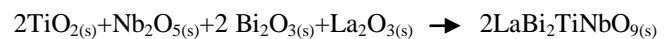
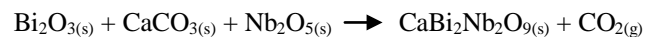
Sintesis Senyawa yang menggunakan metode *solid state* harus dilakukan pemanasan karena senyawa akan bereaksi dengan baik pada suhu  $2/3$  dari nilai titik leleh satu atau lebih reaktan-reaktannya. Proses pemanasan dimulai berdasarkan titik leleh terendah [6]. Pemanasan pertama dilakukan pada suhu  $400^\circ\text{C}$  dan dijaga konstan selama 8 jam



Gambar 1. Pola Difraksi Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan standarnya

karena titik leleh terendah dari reaktan-reaktan penyusun senyawa Aurivillius ini adalah  $824^\circ\text{C}$  untuk senyawa  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  dan  $825^\circ\text{C}$  untuk  $\text{CaCO}_3$ . Selain itu, pada suhu di atas  $400^\circ\text{C}$  senyawa karbonat akan terdekomposisi membentuk  $\text{CO}_2$  yang akan menguap ke udara.

Setiap tahap pembakaran dilakukan secara bertahap dengan kenaikan  $50^\circ\text{C}$  agar tidak terjadi peningkatan suhu yang terlalu drastis yang dapat menyebabkan kejutan pada reaksi. Pada setiap tahap pemanasan dari  $400^\circ\text{C}$ ,  $900^\circ\text{C}$ , kemudian  $1100^\circ\text{C}$  dilakukan penggerusan ulang dengan tujuan untuk membentuk bidang reaksi baru yang dapat mempercepat jalannya reaksi. Reaksi yang terjadi selama proses sintesis Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  adalah sebagai berikut :

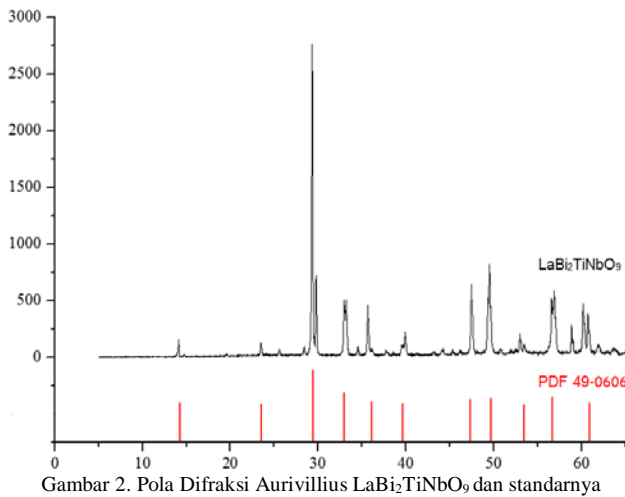


### B. Analisa X Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk memastikan struktur Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  telah terbentuk atau belum, selain itu analisa dengan XRD juga dimaksudkan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk dan tingkat kristalinitasnya. Pola difraksi  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  yang ditunjukkan pada Gambar 1 memiliki kesesuaian dengan pola standar Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dari PCPDFWIN (PDF, Powder Diffraction File) yang dikeluarkan oleh JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standar) nomor 72-2364 dengan panjang gelombang  $1,54060 \text{ \AA}$ . Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  memiliki struktur ortorombik yang berpusat muka dengan grup ruang  $Fm2m$  dimana parameter sel satuannya  $a=5,442 \text{ \AA}$ ,  $b=5,482 \text{ \AA}$  dan  $c=24,920 \text{ \AA}$ .

Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dengan kation A berupa La dan Katio B berupa Ti memiliki pola difraksi Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dan standar yang ditunjukkan pada Gambar 2. Pola tersebut menunjukkan pola yang mirip dengan senyawa Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  standar dari PCPDFWIN (PDF, powder diffraction file) yang dikeluarkan oleh JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standar) nomor 49-0606 dengan panjang gelombang  $1,54060 \text{ \AA}$ . Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  standar memiliki struktur ortorombik dengan grup ruang  $A_21am$  dimana parameter sel satuannya  $a= 5,446 \text{ \AA}$ ,  $b= 5,452 \text{ \AA}$  dan  $c= 24,965 \text{ \AA}$ .

Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  memiliki

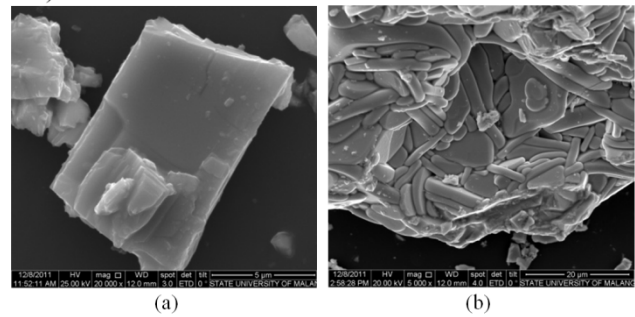
Gambar 2. Pola Difraksi Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dan standarnya

rumus umum  $\text{ABi}_2\text{BNbO}_9$  dengan Kation A berupa Ca dan Kation B berupa Nb untuk Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ , sedangkan untuk Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$ , kation A ditempati La dan kation B ditempati Ti. kation A dan kation B yang berbeda pada kedua Aurivillius mengakibatkan perbedaan group ruang, namun kedua Aurivillius tersebut memiliki struktur ortorombik. Oksida Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  memiliki struktur ortorombik yang berpusat muka dengan grup ruang  $Fm2m$  sedangkan Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  memiliki struktur ortorombik dengan grup ruang  $A_{21}am$ . Substitusi kation A berupa Ca maupun La, dan substitusi kation B berupa Nb maupun Ti tidak menyebabkan terjadinya perubahan struktur yang signifikan. Perubahan struktur pada oksida Aurivillius umumnya disebabkan oleh jari-jari ion penyusunnya. Jari-jari ion yang berbeda dapat menyebabkan distorsi pada struktur Aurivillius atau bahkan perubahan struktur kristal. Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  tidak mengalami perbedaan struktur karena ion yang menempati kation A dan kation B pada kedua Aurivillius tersebut memiliki jari-jari yang hampir sama. Aurivillius CBN dan LBTN memiliki faktor toleransi perovskit yang berbeda,  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  memiliki nilai toleransi perovskit sebesar 0,947 sedangkan nilai toleransi perovskit  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  sebesar 0,962. Hal ini menunjukkan bahwa oksida Aurivillius telah terbentuk lapisan perovskit secara sempurna karena nilai faktor toleransi perovskit telah memenuhi aturan jari-jari Shanon atau Prewit dengan nilai  $0,9 < t < 1,0$  [6].

Pengaruh lain akibat perbedaan kation A dan kation B pada kedua Aurivillius tersebut adalah intensitas puncak yang muncul, jumlah puncak yang tinggi pada Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  lebih banyak dari pada puncak pada Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$ , hal ini menunjukkan bahwa Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  memiliki tingkat kristalinitas yang lebih tinggi dari pada  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$ . Kristalinitas ini merupakan akibat dari suhu pembakaran yang diterapkan dalam sintesis Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$ , semakin tinggi suhu pembakaran, maka akan semakin besar pula difusi ion-ion yang terjadi. Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  memiliki tingkat kristalinitas yang lebih tinggi karena reaktan penyusunnya memiliki titik leleh yang lebih rendah daripada reaktan penyusun  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$ .

### C. Analisa X Ray Fluorescence (XRF)

Analisa XRF pada Aurivillius CBN dan LBTN dilakukan

Gambar 3. Morfologi permukaan oksida Aurivillius (a)  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan (b)  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$ 

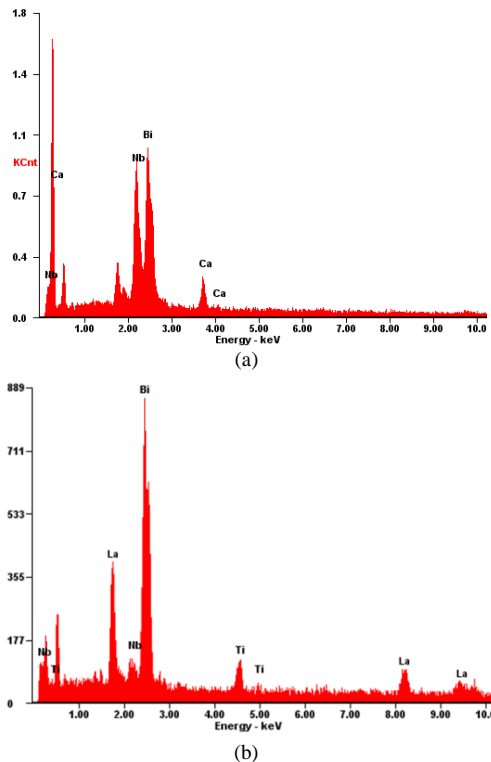
untuk mengetahui komposisi kimia unsur-unsur yang terkandung pada senyawa Aurivillius yang terbentuk. Hasil analisa XRF menunjukkan pada  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  mengandung Ca sebesar 3,29%, Nb sebesar 30,4% dan Bi sebesar 66,35%, sedangkan pada  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  mengandung konsentrasi La sebesar 23,1%, Bi sebesar 73,7%, dan Ti sebesar 3,22% dimana semua unsur dianalisis dalam bentuk oksidanya. Data Komposisi unsur dari reaktan Aurivillius selanjutnya dikonversi menjadi perbandingan mol.  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  secara teoritis memiliki perbandingan mol Ca:Bi:Nb sebesar 1:2:2, namun dari hasil XRF didapatkan perbandingan mol sebesar 1:1,77:8,70, begitu pula pada  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  secara teoritis memiliki perbandingan mol La:Bi:Ti:Nb sebesar 1:2:1:1, namun hasil XRF didapatkan perbandingan mol sebesar 2,47:5,24:1:0. Data tersebut menunjukkan bahwa perbandingan mol antara hasil teoritis berbeda dengan mol hasil eksperimen, hal ini menunjukkan bahwa reaktan penyusun oksida Aurivillius belum bereaksi sempurna. Ketidakterselesaian reaksi ini disebabkan oleh tingkat homogenitas yang kurang saat melakukan sintesis. Homogenitas sampel sangat mempengaruhi hasil analisa kandungan unsur pada  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  oleh XRF karena pada dasarnya sinar X dari XRF hanya akan menembak pada satu bagian sampel.

Perbedaan komposisi reaktan hasil sintesis dengan perhitungan secara teoritis tidak mempengaruhi struktur Aurivillius. Karakterisasi XRD telah menjelaskan bahwa aurivillius dengan homogenitas yang kurang telah berhasil terbentuk struktur ortorombik.

### D. Analisa Scanning Electron Microscopy (SEM) yang dilengkapi dengan Energy Dispersion X Ray (EDX)

Morfologi permukaan Aurivillius CBN dan LBTN dianalisa menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM). Hasil karakterisasi SEM kedua oksida Aurivillius ditunjukkan pada Gambar 3. Gambar 3(a) menunjukkan Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  berbentuk batang yang mirip struktur ortorombik dengan parameter sel  $a \approx b \neq c$ . Namun morfologi permukaan saja belum bisa digunakan untuk menentukan struktur dari Aurivillius karena hanya menunjukkan kenampakan permukaan. Sedangkan mikrostruktur pada Gambar 3(b) menunjukkan gambar seperti biji-bijian dengan orientasi acak. Hal ini diketahui bahwa pembentukan pelat seperti gandum merupakan karakteristik khas feroelektrik lapisan bismut [7].

SEM yang dilengkapi dengan Energy Dispersion X Ray (EDX) dapat menghasilkan data tambahan berupa grafik energi pancaran sinar X seperti halnya XRF. EDX mengukur pancaran sinar X selama penembakan elektron



Gambar 4. Intensitas dan energi sinar X karakteristik unsur komponen Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$

pada SEM untuk menentukan komposisi kimia suatu material dalam skala mikro dan nano. Hasil spektrum EDX untuk Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  ditunjukkan pada Gambar 4.

Analisa EDX menghasilkan data terkait komposisi unsur-unsur yang terdapat dalam suatu senyawa Aurivillius. Komposisi unsur Hasil analisa EDX menunjukkan bahwa Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  mengandung unsur Ca sebesar 5,98%, Bi sebesar 60,80%, dan Nb sebesar 33,22% sedangkan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  mengandung unsur La sebesar 17,56%, Bi sebesar 77,79%, Ti sebesar 2,75%, dan Nb sebesar 1,90%. Data komposisi unsur yang dihasilkan oleh EDX menegaskan bahwa Oksida Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  tersusun atas unsur Ca, Bi dan Nb, sedangkan Aurivillius  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  tersusun dari unsur La, Bi, Ti dan Nb. Data ini mendukung data dari XRD dan XRF dimana tidak ditemukan puncak-puncak lain sebagai pengotor di luar reaktan yang digunakan.

Data komposisi unsur dalam senyawa kemudian dikonversi menjadi rasio mol untuk dibandingkan dengan rasio mol hasil perhitungan secara teoritis. Hasil pengolahan data menunjukkan  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  memiliki perbandingan mol Ca:Bi:Nb sebesar 1:1,95: 2,40, sedangkan pada  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  memiliki perbandingan mol La:Bi:Ti:Nb sebesar 6,18: 18,20: 2,81: 1. Perbedaan rasio mol yang dihasilkan oleh EDX dan XRF serta rasio mol hasil perhitungan teoritis disebabkan oleh tingkat homogenitas material dan perbedaan sisi sampel yang dianalisa. Metode solid state memang memiliki kelemahan dalam hal pengontrolan ion-ion yang berdifusi untuk membentuk struktur baru, sehingga pengontrolan terhadap waktu dan suhu reaksi sangat perlu dikaji lebih lanjut.

#### IV. KESIMPULAN

Oksida Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode solid state. Kation A dan Kation B yang berbeda pada kedua Aurivillius mengakibatkan perbedaan tingkat kristalinitas, morfologi permukaan, group ruang dan nilai faktor toleransi perovskit.  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  berstruktur ortorombik dengan group ruang  $Fm2m$  memiliki tingkat kristalinitas yang lebih tinggi daripada  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  yang juga memiliki struktur ortorombik namun dengan group ruang  $A21am$ . Lapisan perovskit pada  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  berhasil terbentuk sempurna dengan nilai faktor toleransi perovskit masing-masing sebesar 0,947 dan 0,962. Morfologi permukaan  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  berbentuk batang sedangkan morfologi  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  berbentuk seperti biji-bijian yang berorientasi acak. Perbedaan perhitungan rasio mol secara teoritis dengan hasil XRF maupun EDX merupakan pengaruh dari tingkat homogenitas yang kurang.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Rasa syukur yang sangat tinggi penulis panjatkan kepada Allah SWT yang senantiasa memberikan pertolongan dan petunjuk kepada penulis sehingga artikel ilmiah yang berjudul “*Sintesis dan karakterisasi Aurivillius  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  dan  $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$  dengan metode solid state*” ini dapat diselesaikan dengan baik. Artikel ini tidak dapat terwujud tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, oleh karena itu, penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Dr. Afifah Rosyidah, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama penyusunan artikel ilmiah ini.
2. Ayah, Ibu, dan Adik tercinta yang selalu memberi dukungan dan doa.
3. Teman-teman mahasiswa Kimia terutama teman-teman tim peneliti Aurivillius yang memberikan dukungannya.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] O'Brien, S., Brus, L., and Murray, C.B., *Synthesis of Monodisperse nanoparticles of Barium Titanate : Toward a Generalized Strategy of Oxide Nanoparticles Synthesis*. J. Am. Chem. Soc. (2001), 123, 12085-12086
- [2] Subbarao, E. C., *Crystal chemistry of Mixed Bismuth Oxides with Layer-Type Structure*, J. Am. Ceram. Soc., (1962) 166-169
- [3] Bencan A., Boullay, P. dan Mercurio J. P., “Characterisation of  $\text{BaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ ”, powders and thin films prepared by a solution synthesis technique”, Journal Solid State Sciences vol. 6, (2004) 547-551
- [4] Aurivillius, B. dan Kemi A., *Mixed Bismuth Oxides with Layer Lattices : The Structure Type of  $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$* . Arkiv Kemi Band, 1, (1949) 463-480
- [5] Mikrianto, Ismunandar, dan Khairurizal, *Synthesis and characterization metal oxide Aurivillius homolog series type  $(\text{Bi}_2\text{O}_2)^{2+}(\text{A}_{(n-1)}\text{B}_n\text{O}_{3n+3})^{2-}$  ( $\text{A}^{2+} = \text{Ba}, \text{Sr}$ )*, The International Conference on Neutron and X-Ray Scattering (ICNX2007), Bandung, Jawa Barat
- [6] Ismunandar, *Padatan Oksida Logam : Struktur, Sintesis dan Sifat-Sifatnya*. Departemen Kimia FMIPA ITB. Bandung, (2006)
- [7] Chakrabarti, A., Bera, J., dan Sinha, T.P., *Dielectric properties of  $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ceramics produced by cost-effective chemical method*. Physica B 404, (2009) 1498–1502