

**SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS LAPIS EMPAT  $\text{CaBi}_{4-x}\text{Nd}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$   
DENGAN MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM**

**SKRIPSI SARJANA KIMIA**

Oleh:

**INTAN MELIA SARI**

**Bp: 1310412023**

**Pembimbing I : Dr. Zulhadjri, M.Eng**

**Pembimbing II: Dr. Rahmayeni**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2017**

**SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS LAPIS EMPAT  $\text{CaBi}_{4-x}\text{Nd}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$   
DENGAN MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM**

**Oleh:**

**INTAN MELIA SARI**

**BP: 1310412023**



Skripsi diajukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Andalas

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2017**

## INTISARI

### SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS LAPIS EMPAT $\text{CaBi}_4\text{-xNd}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ DENGAN MENGGUNAKAN METODE LELEHAN GARAM

Oleh :

Intan Melia Sari (130412023)

Dr. Zulhadjri, M. Eng dan Dr. Rahmayeni

Aurivillius adalah material oksida dengan struktur berlapis yang mempunyai rumus umum  $[\text{Bi}_2\text{O}_2] [\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]$  terdiri dari lapisan bismut dan lapisan menyerupai perovskit dalam satu fasa. Pemanfaatan senyawa oksida Aurivillius yang bersifat feroelektrik sangat berpotensi untuk dikembangkan sebagai material penyimpanan data. Sintesis pendopingan kation  $\text{Nd}^{3+}$  ke dalam fasa Aurivillius lapis empat  $\text{CaBi}_4\text{-xNd}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0; 0,5; 1; 1,5$  dan  $2$ ) telah dilakukan menggunakan metode lelehan garam. Prekursor ditimbang secara stoikiometri dan digerus sampai homogen kemudian dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu  $750^\circ\text{C}$  dan  $850^\circ\text{C}$  selama 10 jam kemudian digerus kembali dengan campuran  $\text{K}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (1:1 mol produk) dengan perbandingan mol target dengan campuran garam adalah 1:7 dan dilanjutkan pemanasan pada suhu  $950^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Produk hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD, SEM, Spektroskopi raman. Pola XRD memperlihatkan semua produk hasil sintesis merupakan senyawa Aurivillius lapis empat ditunjukkan oleh puncak  $2\theta$  yang khas  $17,67^\circ$ ,  $21,90^\circ$ ,  $30,62^\circ$  dan  $32,79^\circ$ . Data XRD *refinement* menggunakan program Rietica dengan metode *Le Bail*. Hasil *refinement* menunjukkan bahwa senyawa Aurivillius lapis empat  $\text{CaBi}_4\text{-xNd}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x \leq 1,5$ ) berfasa tunggal yang memiliki struktur kristal ortorombik dengan grup ruang  $A21am$ . Morfologi sampel yang dianalisis menggunakan SEM berupa lempengan yang merupakan ciri khas dari senyawa Aurivillius. Pengukuran konstanta dielektrik diukur menggunakan LCR-meter dan didapatkan nilai konstanta dielektrik pada senyawa Aurivillius lapis empat  $\text{CaBi}_4\text{-xNd}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$   $x \geq 0,5$  mengalami penurunan. Pengukuran spektroskopi raman memperlihatkan pergeseran puncak dengan penambahan kation  $\text{Nd}^{3+}$ .

Kata kunci : Aurivillius, lelehan garam, feroelektrik, *Le Bail*



## ABSTRACT

### SYNTHESIS OF FOUR LAYERS AURIVILLIUS PHASES $\text{CaBi}_{4-x}\text{Nd}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ USING MOLTEN SALT METHODE

By:

Intan Melia Sari (1310412023)

Dr. Zulhadjri, M. Eng and Dr. Rahmayeni

Aurivillius phases are an oxide metal with general formula  $[\text{Bi}_2\text{O}_2] [\text{An}_{-1}\text{BnO}_{3n+1}]$  consisting of a perovskite-like layer and bismuth layer. Aurivillius phases as ferroelectric material are very potential to be developed as data storage material. Synthesis of four-layer Aurivillius phases  $\text{CaBi}_{4-x}\text{Nd}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$  ( $x = 0, 0.5, 1, 1.5$  and  $2$ ) have been done by using molten salt method. Stoichiometric quantities of precursors were ground until homogeneous and heated at temperatures of  $750$  oC and  $850$  °C for 10 hours. Samples were crushed and ground by adding a mixture of  $\text{K}_2\text{SO}_4$  and  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  as the flux. The reactant mixtures were heated at  $950$  °C for 5 hours. The products were characterized by X-ray diffractometer (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM), Spectroscopy raman. XRD patterns showing all product is an Aurivillius four layered proven by the eminent specific  $2\theta$  peak at  $17,67^\circ$ ,  $21,90^\circ$ ,  $30,62^\circ$  dan  $32,79^\circ$ . XRD data were refined by Rietica program with Le Bail technique. Refinement results showed that four-layered Aurivillius phases performed with orthorhombic single crystal with space group of  $A21am$  for  $x \leq 1.5$ . Surface analysis show plate-like crystals, typical of layered compounds belonging to the Aurivillius phase. Dielectric constant were measured by LCR-meter and in the four-layer Aurivillius compound  $\text{CaBi}_{4-x}\text{Nd}_x\text{Ti}_4\text{O}_{15}$   $x \geq 0.5$  has decreased. Raman spectroscopic measurements show a peak shift with the addition of  $\text{Nd}^{3+}$  cation.

**Keywords:** Aurivillius phase, molten salt, ferroelectric, *Le Bail*

