

Modul Praktikum Kimia Terpadu

Disusun oleh:
Yayuk Astuti, Ph.D

**Laboratorium Kimia Fisik
Departmen Kimia
Universitas Diponegoro**



**MODUL PRAKTIKUM KIMIA TERPADU
SINTESIS, KARAKTERISASI DAN APLIKASI FOTOKATALIS
BISMUT OKSIDA**



**Disusun oleh:
Yayuk Astuti, Ph.D**

**LABORATORIUM KIMIA FISIK
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN MATEMATIKA
UNIVERSITAS DIPONEGORO
2019**



PERATURAN

1. Praktikan wajib menghadiri penjelasan pelaksanaan praktikum (asistensi)
2. Praktikan wajib hadir 15 menit sebelum praktikum dimulai
3. Praktikan wajib memakai jas praktikum dan sepatu tertutup selama pelaksanaan praktikum
4. Praktikan wajib membuat jurnal materi percobaan sebelum pelaksanaan praktikum
5. Praktikan wajib membawa kain serbet dan tissue sendiri
6. Selama dan setelah praktikum, meja kerja harus selalu rapi dan bersih. Sampah padat tidak boleh dibuang ke dalam wastafel
7. Pemanasan reagensia dilakukan di meja porselin
8. Semua hasil pengamatan ditulis dalam buku kerja (buku jurnal)
9. Setelah praktikum botol reagensia diletakkan pada tempatnya semula dalam keadaan tertutup rapat
10. Setelah praktikum, alat-alat gelas dibersihkan dan dikembalikan dalam keranjang alat setelah dicek jenis dan jumlah alat
11. Praktikan wajib mengganti setiap kerusakan yang dilakukan selama pelaksanaan praktikum dengan melaporkan kerusakan kepada laboran. Nilai praktikum tidak akan keluar sebelum praktikan menyelesaikan penggantian alat yang rusak
12. Laporan resmi dikumpulkan paling lambat 1 minggu setelah pelaksanaan praktikum materi percobaan
13. Penilaian setiap materi percobaan meliputi jurnal praktikum, tes pendahuluan, kerja selama praktikum, laporan praktikum dan tes akhir praktikum



DAFTAR ISI

| | |
|--|-----|
| Sampul depan | i |
| Peraturan | iii |
| Daftar Isi | iv |
| Modul 1: Efek Variasi <i>Fuel</i> Terhadap Karakteristik dan Aktivitas Fotokatalitik Bismut Oksida Hasil Sintesis dengan Metode <i>Solution Combustion</i> | 1 |
| Modul 2: Sintesis Bismut Oksida menggunakan Metode Solution Combustion Dengan Variasi Rasio Fuel-Oksidan | 7 |
| Modul 3: Sintesis Bismut Oksida menggunakan Metode Pengendapan Dengan Variasi Agen Pengendap..... | 12 |
| Modul 4: Sintesis Bismut Oksida menggunakan Metode Pengendapan Dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap NH ₄ OH dan NaOH | 17 |
| Modul 5: Sintesis Bismut Oksida Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Suhu Kalsinasi | 21 |
| Modul 6: Sintesis Bismut Oksida menggunakan Metode <i>Hydrothermal</i> .. | 26 |
| Modul 7: Analisa Data Diffraktogram Menggunakan Ruff Info dan JCPDFWIN | 30 |
| Modul 8: Analisa Data <i>Difus Reflektans UV</i> (DRS-UV) | 38 |
| Modul 9: Uji Aktivitas Fotokatalitik dan Kinetika Laju Reaksi Fotokatalisis | 42 |



Modul 1:

Efek Variasi *Fuel* Terhadap Karakteristik dan Aktivitas Fotokatalitik Bismut Oksida Hasil Sintesis dengan Metode *Solution Combustion*

Kompetensi

1. Mampu memahami mengenai metode *solution combustion*
2. Mampu menyintesis bismut oksida menggunakan metode *solution combustion*

Tujuan Percobaan

Mensisntesis bismut oksida dari material awal bismut nitrat pentahidrat menggunakan metode *solution combustion* dengan variasi *fuel* serta menentukan karakteristiknya

Tinjauan Umum

Bismut oksida adalah suatu logam oksida semikonduktor yang cukup menarik perhatian karena menunjukkan sifat optik dan listrik yang baik seperti *band gap* yang lebar, indeks bias tinggi, permitivitas dielektrik yang tinggi dan fotokonduktivitas baik (Bedoya-Hincapie dkk., 2012). Dengan adanya sifat tersebut, bismut oksida dapat diaplikasikan sebagai fotokatalis, sensor gas, lapisan anti refleksi, sel foto-volta, sel bahan bakar dan perangkat optoelektronik (Jalalah dkk., 2015).

Sintesis bismut oksida telah banyak dilakukan dengan berbagai macam metode, diantaranya sol-gel (Mallahi dkk., 2014), *microwave assisted method* (Liu dkk., 2013), hidrotermal (Liu dkk., 2011), *chemical deposition method* (Cheng dan Kang, 2015) dan *solution combustion* (La dkk., 2013). Sifat kimia maupun sifat listrik dari serbuk bismut oksida bergantung dari prosedur sintesis yang digunakan (Gotic dkk., 2007). *Solution combustion* merupakan proses sintesis yang menggunakan reaksi pembakaran pada fase cairan untuk memproduksi material padat anorganik dalam reaksi redoks. Metode ini banyak digunakan karena memiliki keuntungan, diantaranya efisien dalam waktu dan energi, sederhana dan berbiaya rendah, dan mudah mengontrol ukuran artikel (Alves dkk., 2013).



Dalam metode *solution combustion*, ada beberapa parameter yang berpengaruh seperti temperatur, jenis *fuel*, dan rasio *fuel-oxidizer*. Dua parameter terakhir yaitu jenis *fuel* dan rasio *fuel-oxidizer* adalah yang paling signifikan dalam mengatur sifat produk akhir (Jadhav dkk., 2013). Perbedaan *fuel* menyebabkan perbedaan jumlah mol gas yang dihasilkan. Jumlah gas yang dihasilkan dalam jumlah besar akan menghasilkan banyak pori-pori dan luas permukaan yang lebih tinggi pada produk akhir (Li dkk., 2015).

Efek penggunaan *fuel* yang berbeda pada metode *solution combustion* telah banyak dilakukan dalam mensintesis suatu logam oksida, seperti sintesis NiO (Raveendra dkk., 2016), $ZnCr_2O_4$ (Miranda dkk., 2015), dan TiO_2 (Rasouli dkk., 2011). Raveendra dkk. (2016) melaporkan hasil SEM menunjukkan morfologi NiO yang disintesis dengan *fuel* urea berbentuk bola dan distribusinya seragam, sedangkan morfologi NiO dengan glisin lebih berpori. Menurut Raveendra dkk. (2016) hal ini kemungkinan disebabkan pada proses combustion NiO, glisin lebih banyak menghasilkan gas dibanding urea. Variasi *fuel* juga berpengaruh pada ukuran kristal dan luas permukaan dari produk hasil sintesis. Seperti yang dilaporkan oleh Miranda dkk. (2015) pada sintesis $ZnCr_2O_4$ dengan *fuel* urea memberikan ukuran yang lebih besar diikuti *fuel* asam sitrat dan glisin. Rasouli dkk. (2011) juga melaporkan pada sintesis nanokristalin TiO_2 dengan *fuel* asam sitrat memberikan ukuran partikel yang paling besar diikuti oleh urea dan glisin. Analisis pada ukuran permukaan dengan BET menunjukkan luas permukaan TiO_2 dari yang terbesar ke terkecil adalah berturut-turut glisin, urea, dan asam sitrat. Dari penelitian-penelitian tersebut dapat disimpulkan bahwa perbedaan *fuel* yang digunakan berpengaruh terhadap sifat dari produk akhir. Struktur kristal bismut oksida yang dihasilkan berdasarkan variasi jenis *fuel* akan berbeda-beda, menyebabkan nilai *band-gap* berbeda dan mempengaruhi bagaimana aktivitas fotokatalitiknya dalam mendegradasi zat warna.

BAHAN DAN ALAT

Bahan: Bismut nitrat pentahidrat (Sigma-Aldrich), asam nitrat 0,04 M (Merck), PEG 6000 (Merck), Glisin (Merck), Urea (Merck), asam sitrat monohidrat (Merck), dan akuades.

Alat: Peralatan gelas, cawan porselen, *furnace* (Eurotern 2116), *magnetic stirrer* (cimarec

SPI131320-33Q), *magnetic bar*, neraca digital (Kern Als 220-4N).

Cara kerja

Sebanyak 2,9106 gram bismuth nitrat pentahidrat dilarutkan dalam 10 mL asam nitrat 0,04 M sampai homogeny. Kemudian dilakukan penambahan 0,04 g PEG 6000 serta asam sitrat sebagai fuel. Campuran tersebut kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 menit. Kemudian larutan dipanaskan selama 8 jam dengan suhu 300°C. Selanjutnya produk yang terbentuk dikalsinasi selama 4 jam menggunakan *furnace* pada suhu 700°C. Prosedur yang sama dilakukan menggunakan fuel urea dan glisin dengan rasio mol yang sama. Massa masing – masing fuel yang ditambahkan dapat dilihat pada table 1.

Tabel 1 massa fuel yang ditambahkan

| Jenis fuel | Massa(gram) | Rasio (mol) |
|-------------|-------------|-------------|
| Urea | 1,2011 | |
| Glisin | 1,5014 | 3,33 |
| Asam Sitrat | 4,203 | |

Penugasan

1. Mencari struktur dan jenis polimorf bismut oksida !
2. Mencari reaksi yang terjadi pada sintesis !
3. Mencari pengaruh variasi jenis *fuel* pada hasil sintesis !
4. Mencari waktu dan suhu optimum untuk melakukan sintesis dan kalsinasi bismut oksida menggunakan metode *solution combustion* !
5. Mencari pengaruh variasi *fuel* terhadap kemampuan fotokatalis untuk mendegradasi zat warna *methyl orange* !

Referensi

- Alves, Annelise Kopp, Carlos P. Bergmann, Felipe Amorim Berutti. 2013. *Novel Synthesis and Characterization of Nanostructured Materials. Universidade Federal do Rio. Journal of Springer*
- Bedoya-Hiccapie, C.M., Cardenas, M.J.P., Orjuela, J.E.A., Parra, E.R., dan Florez, J.J.O., 2012, Physical-Chemical Properties of Bismuth and Bismuth Oxides: Synthesis, Characterization, and Application, DYNA, 79,139-148.
- Cheng, L., dan Kang, Y., 2015. Bi₅O₇/Bi₂O₃ Composite Photocatalyst with Enhanced Visible Light Photocatalytic Activity, Catalysis Communications, 72, 16-19.
- Gotic, M., Popovic S., dan Music., S., 2017. Influence of Synthesis procedure on the morphology of bismuth oxides particles, Material Letters, 61, 3, 709-714.
- Jadhav, L.D., Patil, S.P., Jamale, A.P., dan Chavan, A.U., 2013. Solution Combustion Synthesis: Role of Fuel Ratio on Powder Properties, Material Science Forum, 757, 85-98.
- Jalalah, M., Faisal, M., Bouzid., H., Park., J.-G., Al-Sayari., S.A., dan Ismail, A.A., 2015. Comparative Study on Photocatalytic Performances of Crystalline α - and β -Bi₂O₃ Nanoparticles under Visible Light, Journal of Industrial and Engineering Chemistry. 30. 183-189.
- La, J., huang, Y., Lou, G., Lai, J., Liu, C., dan Chu, G., 2013. Synthesis of Bismuth Oxides Nanoparticles by Solution Combustion Method, Particulate Science and Technology, 31, 3, 287-290.
- Liu, L., Jiang, J., Jin, S., Xia, Z., dan Tang, M., 2011. Hydrothermal Synthesis of bismuth Oxides Nanowires from Particles, CrystEngComm, 13, 7, 2529.
- Liu, X., Deng, H., Yao, W., Jiang, Q, dan Shen, J., 2015. Preparation and Photocatalytic Activity of γ -doped Bi₂O₃, Journal of Alloys and Compound. 651, 135-142.
- Mallahi, M., Shokuhfar, A., Vaezi, M.R., Esmaeiliard, A., dan Mazinani, V., 2014. Synthesis and Characterization of Bismuth Oxides Nanoparticles Via Sol-gel Method, American Journal of Engineering Research, 3, 4, 162-165.
- Miranda, E.A.C., Carvajal, J.F.M., dan Baena, O.J.R., 2015. Effect of the Fuel Glycine, Urea and Citric Acid on Synthesis of the Ceramic Pigment

ZnCr₂O₄ by Solution Combustion, *Material Research*, 18, 5, 1038-1043.

Raveendra, R.S., Prashanth, P.A., dan Nagabhushuna, B.M., 2016, Study on the Effect of Fuels on Phase Formation and Morphology of Combustion Derived α -Al₂O₃ and NiO Nanomaterial, *Advanced Material Letters*, 7, 3, 216-220.



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Modul 2:

Sintesis Bismut Oksida Menggunakan Metode Solution Combustion dengan Variasi Rasio Fuel-Oksidan

Kompetensi

1. Mampu memahami mengenai metode *solution combustion*
2. Mampu menyintesis bismuth oksida menggunakan metode *solution combustion*

Tujuan Percobaan

Mensintesis bismut oksida menggunakan metode solution combustion dengan variasi rasio *fuel-oxidant*

Tinjauan Umum

Bismut oksida (Bi_2O_3) merupakan suatu oksida logam semikonduktor yang berperan penting dan telah menarik perhatian yang cukup besar karena menunjukkan sifat optik dan listrik yang sangat baik seperti celah pita (*band-gap*) yang lebar yaitu sekitar 2-3.89 eV (Raza W, 2015), indeks bias tinggi, permitivitas dielektrik yang tinggi dan memiliki fotokonduktivitas yang baik (Leontie, 2001). Karena karakteristik unik ini, bismut oksida telah banyak dipelajari untuk digunakan dalam berbagai aplikasi seperti sel bahan bakar (*fuel cell*), *sensor technology*, *oxide varistors*, konduktor ionik (Zhang, 2011). Bismut oksida memiliki 5 bentuk morfologi yaitu α - Bi_2O_3 , β - Bi_2O_3 , γ - Bi_2O_3 , ω - Bi_2O_3 , ϵ - Bi_2O_3 (Raza W, 2015).

Terdapat beberapa metode yang digunakan untuk mensintesis bismut oksida diantaranya metode presipitasi, metode *solution combustion* dan metode sol-gel (Anilkumara dkk. 2005). Metode *solution combustion* merupakan suatu metode sintesis yang komponen utamanya terdiri dari *oxidant* dan *fuel*, serta prosesnya melibatkan suhu tinggi dengan prinsip bahwa setelah reaksi dimulai di bawah pemanasan, reaksi eksotermik terjadi dalam interval waktu tertentu menghasilkan bubuk sebagai produk akhir. *Fuel* adalah zat yang larut dalam air, memiliki suhu pengapian yang rendah, dan dapat mempertahankan homogenitas komposisi diantara konstituen (Jadhav dkk, 2013). *Fuel* yang dapat digunakan antara lain seperti glisin, sukrosa,



urea, dan asam sitrat. *Oxidant* adalah substansi yang membantu proses pembakaran, *oxidant* yang dapat digunakan antara lain seperti metal nitrat, metal sulfat, dan metal karbonat (Alves dkk., 2013).

Faktor-faktor yang mempengaruhi sintesis dalam metode *solution combustion* antara lain rasio *fuel-oxidant* dan temperature (Alves dkk, 2013). Studi mengenai variasi *ratio fuel* yang digunakan untuk mengetahui sifat produk yang dihasilkan. Variasi rasio *fuel-oxidant* (ϕ) yang digunakan yaitu $\phi > 1$, $\phi = 1$ dan $\phi < 1$. Rasio *fuel-oxidant* (ϕ) akan menentukan jumlah gas yang terbentuk dan menyebabkan perubahan morfologi produk, luas permukaan, struktur kristal, dan ukuran partikel yang dihasilkan (Alves dkk, 2013). Rasio molar sangat berdampak pada fasa Kristal dan ukuran produk pembakan yang akan dihasilkan (La dkk, 2013). Struktur Kristal bismut oksida yang dihasilkan berdasarkan variasi rasio *fuel* urea akan berbeda-beda, menyebabkan nilai *band-gap* berbeda dan mempengaruhi bagaimana aktivitas fotokatalitiknya dalam mendegradasi zat warna.

BAHAN DAN ALAT

Bahan: Bismut nitrat pentahidrat (Sigma-Aldrich), asam nitrat 0,04 M (Merck), asam (Merck), asam nitrat monohidrat (Merck), dan akuades.

Alat: Peralatan gelas, cawan porselen, *furnace*, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, neraca digital.

Cara kerja

Sintesis bismuth oksida menggunakan metode *solution combustion* dengan variasi rasio *fuel-oksidaan* $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 2,42 gram dilarutkan dalam asam nitrat 65% sebanyak 10mL, kemudian ditambahkan asam sitrat 1,26 gam. Campuran diaduk hingga terlarut dan selanjutnya dipanaskan dengan suhu 300OC selama 8 jam. Campuran dibiarkan dingin kemudian dikalsinasi selama 4 jam dengan suhu 700OC dengan kecepatan kenaikan suhu berkisar 100C/menit.

Cara diatas digunakan untuk sintesis bismuth oksida dengan rasio 1 dan berlaku juga untuk rasio 0,8 serta 1,2 namun masa $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ untuk rasio 0,8 adalah 1,94 g dan 2,91 gram untuk rasio 1,2.

Penugasan

1. Mencari struktur dan jenis polimorf bismut oksida !
2. Mencari perhitungan rasio fuel-oksida berdasarkan jurnal !
3. Mencari reaksi yang terjadi pada sintesis !
4. Mencari pengaruh variasi rasio fuel-oksida pada hasil sintesis !
5. Mencari waktu dan suhu optimum untuk melakukan sintesis dan kalsinasi bismuth oksida menggunakan metode *solution combustion* !

Referensi

- Alves, Annelise Kopp, Carlos P. Bergmann, Felipe Amorim Berutti. 2013. *Novel Synthesis and Characterization of Nanostructured Materials. Universidade Federal do Rio. Journal of Springer*
- Anilkumar, M., Pasricha, R., dan Ravi, V., 2005, Synthesis of Bismut Oxide Nanoparticles by Citrate Gel Method, *Ceramics International.*, 31, 889-891
- Astuti, Y., Fauziyah, A., Nurhayati, S., Wulansari, A. D., Andianingrum, R., Hakim, A. R., & Bhaduri, G. (2016). Synthesis of α -Bismut oxide using solution combustion method and its photocatalytic properties. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 107, No. 1, p. 012006). IOP Publishing.
- Darul A. 2018. Efek Variasi *Fuel* Terhadap Karakterisasi dan Aktivitas Fotokatalitik Bismut Oksida Hasil Sintesis dengan Metode *Solution Combustion*. Skripsi. Tidak Diterbitkan. Fakultas Sains dan Matematika. Semarang: Universitas Diponegoro
- Fauziyah A. 2016. Sintesis Bismut Oksida (Bi_2O_3) dengan Metode *Solution Combustion* dengan Variasi Rasio *Fuel-Oxidant* dan Uji AKtivitas Fotokatalisisnya untuk degradasi *Methyl Orange*. Skripsi. Tidak Diterbitkan. Fakultas Sains dan Matematika. Semarang: Universitas Diponegoro



- Jadhav, L. D., Patil, S. P., Jamale, A. P., & Chavan, A. U. (2013). Solution Combustion Synthesis: Role of Oxidant to Fuel Ratio on Powder Properties. In *Materials Science Forum* (Vol. 757, pp. 85-98). Trans Tech Publications.
- Jha, R. K., Pasricha, R., & Ravi, V. (2005). Synthesis of bismuth oxide nanoparticles using bismuth nitrate and urea. *Ceramics international*, 31(3), 495-497.
- La, J., Huang, Y., Luo, G., Lai, J., Liu, C., & Chu, G. (2013). Synthesis of bismut oxide nanoparticles by solution combustion method. *Particulate Science and Technology*, 31(3), 287-290.
- Leontie, L., Caraman, M., Delibas, M. and Rusu, G.I. Optical properties of bismut trioxide thin films. *Mater. Res. Bull.*, 36, pp. 1629-1637, 2001.
- W. Raza, M.M. Haque, M. Muneer, T. Harada, M. Matsumura, *Synthesis, characterization and photocatalytic performance of visible light induced bismut oxide nanoparticle*, *J. Alloy. Compd.* 648. 2015. 641–650.
- Wang, Y., J. Zhao, and Z. Wang. 2011. *A simple low-temperature fabrication of oblique prism-like bismut oxide via a one-step aqueous process*. *Colloids and Surfaces A* 377: 409–413
- Yu, X., Zhou, C., He, X., Peng, Z., & Yang, S. P. (2004). The influence of some processing conditions on luminescence of SrAl₂O₄: Eu²⁺ nanoparticles produced by combustion method. *Materials Letters*, 58(6), 1087-1091.
- Zhang, L., Ghimire, P., Phuriragpitikhon, J., Jiang, B., Gonçalves, A. A., & Jaroniec, M. (2018). Facile formation of metallic bismut/bismut oxide heterojunction on porous carbon with enhanced photocatalytic activity. *Journal of colloid and interface science*, 513, 82-91.



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:



Modul 3:**Sintesis Bismut Oksida Menggunakan Metode Pengendapan Dengan Variasi Agen Pengendap****Kompetensi**

1. Mampu memahami mengenai metode pengendapan
2. Mampu menyintesis bismuth oksida menggunakan metode pengendapan

Tujuan

Mensintesis bismut oksida menggunakan metode pengendapan dengan variasi konsentrasi agen pengendap $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dan Na_2CO_3

Percobaan**Tinjauan Umum**

Bismut oksida (Bi_2O_3) merupakan suatu oksida logam semikonduktor yang berperan penting dan telah menarik perhatian yang cukup besar karena menunjukkan sifat optik dan listrik yang sangat baik seperti celah pita (*band-gap*) yang lebar yaitu sekitar 2-3.89 eV (Raza, Haque, Muneer, Harada, & Matsumura, 2015), indeks bias tinggi, permetivitas dielektrik yang tinggi dan memiliki fotokonduktivitas yang baik (Leontie, Caraman, Delibaş, & Rusu, 2001). Karena karakteristik unik ini, bismut oksida telah banyak dipelajari untuk digunakan dalam berbagai aplikasi seperti sel bahan bakar (*fuel cell*), *sensor technology*, *oxide varistors*, konduktor ionik (Zhang et al., 2018). Bismut oksida memiliki 5 bentuk morfologi yaitu α - Bi_2O_3 , β - Bi_2O_3 , γ - Bi_2O_3 , ω - Bi_2O_3 , ε - Bi_2O_3 (Raza et al., 2015).

Terdapat beberapa metode yang digunakan untuk mensintesis bismut oksida diantaranya metode presipitasi, metode *solution combustion* dan metode sol-gel (Anilkumar, Pasricha, & Ravi, 2005). Metode Pengendapan merupakan metode pemisahan yang mirip dengan metode kristalisasi bertingkat. Pada umumnya metode pengendapan ini dilakukan dengan menambahkan hidroksida dan didasarkan pada perbedaan tetapan hasil kali kelarutan. Metode pengendapan memiliki kelebihan yaitu mudah dalam mengontrol komposisi kimia, temperature proses rendah, dan biaya murah. Proses pengendapan terbagi menjadi 3 tahapan utama yaitu reaksi kimia, nukleasi dan pertumbuhan Kristal (Feng, 2004).

Faktor – faktor yang mempengaruhi dalam proses pengendapan antara lain suhu, konsentrasi agen pengendap, pH, suhu *annealing* dan jenis agen



pengendap (Skoog, 2004). Pemilihan agen pengendap merupakan factor utama. Beberapa agen pengendap yang digunakan adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat (Khopkar & Saptorahardjo, 2003). Perbedaan penggunaan agen pengendap yang digunakan akan berpengaruh terhadap produk yang dihasilkan.

Penelitian Yan, Wei, He, and Zuoren (2012) telah mensintesis CeO_2 dengan metode pengendapan menggunakan agen $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ pada suhu kalsinasi 500°C . Hasil yang diperoleh menunjukkan bentuk morfologi yang bervariasi dari blocky-shape hingga spherical form berukuran 100 hingga 200 nm dengan struktur Kristal monoklinik. Sedangkan Wang, Ma, Li, Zhu, and Muhammed (2012) telah mensintesis $\text{Ce}_{0.8}\text{SM}_{0.2}\text{O}_{1.9}$ (SDC) dengan metode kopresipitasi menggunakan agen pengendap Na_2CO_3 . Komposit SDC hasil sintesis selanjutnya digunakan sebagai bahan pembuatan komposit SDC/ Na_2CO_3 . Hasil yang diperoleh menghasilkan bentuk morfologi komposit SDC/ Na_2CO_3 yang tidak beraturan (*irregural shape*) berukuran kurang dari 100 nm dengan struktur Kristal *simple cubic*.

BAHAN DAN ALAT

Bahan: Bismut nitrat pentahidrat (Sigma-Aldrich), asam nitrat 65% (Merck), $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (Merck), Na_2CO_3 , dan akuades.

Alat: Peralatan gelas, cawan porselen, *furnace*, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, neraca digital, oven, aluminium foil, kertas saring, ayakan 100 mesh dan lampu UV 15 watt.

Cara kerja

Sintesis bismuth oksida dengan metode pengendapan diawali dengan penambahan 5 ml HNO_3 65% ke dalam gelas beker yang berisi 2,5 gram $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, kemudian diaduk hingga larutan menjadi homogen. Setelah larutan menjadi homogen selanjutnya dilakukan penambahan agen pengendap, pada penelitian ini agen pengendap yang digunakan adalah $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dan Na_2CO_3 . Penambahan agen pengendap dilakukan hingga terbentuk endapan. Setelah terbentuk endapan dilanjutkan proses pengadukan selama 1 jam dengan kecepatan sedang (667 rpm). Proses berikutnya adalah pemisahan sampel dari filtratnya dengan penyaringan. Sampel hasil penyaringan



kemudian dilakukan pengeringan menggunakan oven selama 24 jam dengan suhu 110°C dan dilanjutkan proses kalsinasi pada suhu 500°C selama 60 menit.

Penugasan

1. Mencari struktur dan jenis polimorf bismut oksida !
2. Mencari reaksi yang terjadi pada sintesis !
3. Mencari waktu dan suhu optimum untuk melakukan sintesis dan kalsinasi bismuth oksida menggunakan metode pengendapan !
4. Mencari pengaruh perbedaan agen pengendap terhadap hasil sintesis!

Referensi

- Anilkumar, M., Pasricha, R., & Ravi, V. (2005). Synthesis of bismuth oxide nanoparticles by citrate gel method. *Ceramics international*, 31(6), 889-891.
- Feng, X.D. dan Hu, M. Z. 2004. *Encycloped. Nanosci. Nanotechnol*, 1 (1), 687.
- Khopkar, S. M., & Saptorahardjo, A. (2003). *Konsep dasar kimia analitik: Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press)*.
- Leontie, L., Caraman, M., Delibaş, M., & Rusu, G. (2001). Optical properties of bismuth trioxide thin films. *Materials Research Bulletin*, 36(9), 1629-1637.
- Liu, X., Pan, L., Lv, T., Sun, C. q., 2015. Preparation and Photocatalytic Activity of Y-doped Bi₂O₃. *Journal of Alloys and compound*, 651, 135-142
- Raza, W., Haque, M., Muneer, M., Harada, T., & Matsumura, M. (2015). Synthesis, characterization and photocatalytic performance of visible light induced bismuth oxide nanoparticle. *Journal of Alloys and Compounds*, 648, 641-650.
- Skoog, D. A., Donald, M. W., F, James Holler dan Stanley R. Crouch, 2004. *Fundamental of Analytical Chemistry*, Publisher: Brooks Cole.



- Wang, X., Ma, Y., Li, S., Zhu, B., & Muhammed, M. (2012). SDC/ Na_2CO_3 nanocomposite: new freeze drying based synthesis and application as electrolyte in low-temperature solid oxide fuel cells. *International journal of hydrogen energy*, 37(24), 19380-19387.
- Yan, M., Wei, W., He, S., & Zuoren, N. (2012). Preparation and morphology of nano-size ceria by a stripping precipitation using oxalic acid as a precipitating agent. *Journal of Rare Earths*, 30(12), 1265-1269.
- Zhang, L., Ghimire, P., Phuriragitikhon, J., Jiang, B., Gonçalves, A. A., & Jaroniec, M. (2018). Facile formation of metallic bismuth/bismuth oxide heterojunction on porous carbon with enhanced photocatalytic activity. *Journal of colloid and interface science*, 513, 82-91.



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Modul 4:

Sintesis Bismut Oksida Menggunakan Metode Pengendapan Dengan Variasi Konsentrasi Agen Pengendap NH_4OH DAN NaOH

Kompetensi

1. Mampu memahami mengenai metode pengendapan
2. Mampu menyintesis bismuth oksida menggunakan metode pengendapan

Tujuan Percobaan

Mensintesis bismut oksida menggunakan metode pengendapan dengan variasi konsentrasi agen pengendap NH_4OH DAN NaOH

Tinjauan Umum

Bismut oksida (Bi_2O_3) merupakan suatu oksida logam semikonduktor yang berperan penting dan telah menarik perhatian yang cukup besar karena menunjukkan sifat optik dan listrik yang sangat baik seperti celah pita (*band-gap*) yang lebar yaitu sekitar 2-3.89 eV (Raza, Haque, Muneer, Harada, & Matsumura, 2015), indeks bias tinggi, permetivitas dielektrik yang tinggi dan memiliki fotokonduktivitas yang baik (Leontie, Caraman, Delibaş, & Rusu, 2001). Karena karakteristik unik ini, bismut oksida telah banyak dipelajari untuk digunakan dalam berbagai aplikasi seperti sel bahan bakar (*fuel cell*), *sensor technology*, *oxide varistors*, konduktor ionik (Zhang et al., 2018). Bismut oksida memiliki 5 bentuk morfologi yaitu α - Bi_2O_3 , β - Bi_2O_3 , γ - Bi_2O_3 , ω - Bi_2O_3 , ε - Bi_2O_3 (Raza et al., 2015).

Terdapat beberapa metode yang digunakan untuk mensintesis bismut oksida diantaranya metode presipitasi, metode *solution combustion* dan metode sol-gel (Anilkumar, Pasricha, & Ravi, 2005). Metode Pengendapan merupakan metode pemisahan yang mirip dengan metode kristalisasi bertingkat. Pada umumnya metode pengendapan ini dilakukan dengan menambahkan hidroksida dan didasarkan pada perbedaan tetapan hasil kali kelarutan. Metode pengendapan memiliki kelebihan yaitu mudah dalam mengontrol komposisi kimia, temperature proses rendah, dan biaya murah.



Proses pengendapan terbagi menjadi 3 tahapan utama yaitu reaksi kimia, nukleasi dan pertumbuhan Kristal (Feng, 20014)

Faktor – factor yang mempengaruhi dalam proses pengendapan antara lain suhu, konsentrasi agen pengendap, pH, suhu *annealing* dan jenis agen pengendap (Skoog,2004). Faktor tersebut dapat mempengaruhi karakterisasi hasil sintesis bismuth oksida seperti struktur Kristal, morfologi serta informasi sifat struktur γ - Bi_2O_3 (Propescu dkk, 2014). Penelitian yang dilakukan oleh Irmawati Ramli, dkk (2010) dalam sintesis bismuth oksida dengan menggunakan variasi konsentrasi agen pengendap NaOH menghasilkan struktur kristal Bi_2O_3 yang berbeda – beda. Bismut oksida dengan agen pengendap NaOH 5M menghasilkan struktur dominan.

BAHAN DAN ALAT

Bahan: Bismut nitrat pentahidrat (Sigma-Aldrich), asam nitrat 65% (Merck), natrium hidroksida (Merck), ammonium hidroksida dan akuades.

Alat: Peralatan gelas, cawan porselen, *furnace*, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, neraca digital, oven.

Cara kerja

Sintesis bismuth oksida dengan metode pengendapan diawali dengan penambahan 5 ml HNO_3 65% ke dalam gelas beker yang berisi 2,5 gram $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, kemudian diaduk menggunakan stirrer dengan kecepatan 667 rpm hingga larutan menjadi homogen. Setelah larutan menjadi homogen selanjutnya dilakukan penambahan agen pengendap hingga mencapai Ph 9-10. Kemudian dilanjutkan proses stirrer selama 1 jam (Eshraq, 2012). Variasi agen pengendap yang digunakan adalah NH_4OH dan NaOH menjadi 0,5M, 1M, 1,5M, 2M dan 2,5M.

Penugasan

1. Mencari struktur dan jenis polimorf bismut oksida !
2. Mencari reaksi yang terjadi pada sintesis !



3. Mencari pengaruh variasi konsentrasi agen pengendap pada hasil sintesis !
4. Mencari waktu dan suhu optimum untuk melakukan sintesis dan kalsinasi bismuth oksida menggunakan metode pengendapan !

Referensi

- Anilkumar, M., Pasricha, R., & Ravi, V. (2005). Synthesis of bismuth oxide nanoparticles by citrate gel method. *Ceramics international*, 31(6), 889-891.
- Feng, X.D. dan Hu, M. Z. 2004. Encycloped. Nanosci. Nanotechnol, 1 (1), 687.
- Leontie, L., Caraman, M., Delibaş, M., & Rusu, G. (2001). Optical properties of bismuth trioxide thin films. *Materials Research Bulletin*, 36(9), 1629-1637.
- Raza, W., Haque, M., Muneer, M., Harada, T., & Matsumura, M. (2015). Synthesis, characterization and photocatalytic performance of visible light induced bismuth oxide nanoparticle. *Journal of Alloys and Compounds*, 648, 641-650.
- Skoog, D. A., Donald, M. W., F, James Holler dan Stanley R. Crouch, 2004. *Fundamental of Analytical Chemistry*, Publisher: Brooks Cole.
- Zhang, L., Ghimire, P., Phuriragpitikhon, J., Jiang, B., Gonçalves, A. A., & Jaroniec, M. (2018). Facile formation of metallic bismuth/bismuth oxide heterojunction on porous carbon with enhanced photocatalytic activity. *Journal of colloid and interface science*, 513, 82-91.



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Modul 5:

Sintesis Bismut Oksida menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Suhu Kalsinasi

Kompetensi

1. Mampu memahami mengenai metode *sol-gel*
2. Mampu menyintesis bismuth oksida menggunakan metode *sol-gel*

Tujuan Percobaan

Mensintesis dan mengeksplorasi sifat karakteristik bismuth oksida hasil sintesis menggunakan metode sol-gel dengan variasi suhu kalsinasi.

Tinjauan Umum

Bismut oksida (Bi_2O_3) merupakan logam semikonduktor yang berbentuk padatan berwarna kuning yang mempunyai titik leleh sekitar 825°C (Mallahi, 2014). Bismut oksida memiliki sifat optik dan listrik, seperti indeks bias, konduktivitas listrik (Takahashi dkk, 1972), dan memiliki energi *band gap* sebesar 2-3,96 eV (Jiang dkk, 2015). Oleh karena itu bismuth oksida dapat diaplikasikan pada berbagai bidang, beberapa diantaranya adalah *solid oxide fuel cells* (Sammes dkk, 1999), kapasitor (Zhen dan Ye, 2001) dan fotokatalis (Weidong dkk, 2007). Bismut oksida diketahui memiliki enam jenis polimorf, yaitu yaitu α - Bi_2O_3 , β - Bi_2O_3 , γ - Bi_2O_3 , δ - Bi_2O_3 , ϵ - Bi_2O_3 dan ω - Bi_2O_3 . Tiap jenis memiliki sifat yang berbeda-beda. Tipe plimorf bismuth oksida (Bi_2O_3) sangat berkaitan dengan hubungan natara kestabilan suhu (Yilmaz dkk, 2011).

Bismut oksida (Bi_2O_3) dapat disintesis dengan metode *sol-gel* (Mallahi dkk, 2014). Metode *sol-gel* merupakan salah satu “*wet methode*” atau metode basah, dimana terjadinya perubahan dari precursor cair (terdiri dari unsur logam atau metalloid yang dikelilingi oleh berbagai ligan) ke sol dan akhirnya ke struktur jaringan yang disebut ‘gel’ (Danks dkk, 2016). Sol adalah sistem koloid yang fasa terdispersinya berbentuk pada dan fasa pendispersinya berbentuk cairan dengan ukuran diameter partikel 1-100nm (Kumar dkk, 2015). Dalam proses ini, awalnya, material padatan tersebar dalam larutan



dengan membentuk sol. Partikel dalam sol kemudian akan membentuk suatu polimer dengan menghilangkan komponen penstabil dan selanjutnya menghasilkan gel. Sisa komponen organik dan anorganik dihilangkan dengan perlakuan panas (Kumar dkk, 2015). Suhu kalsinasi memiliki efek yang signifikan pada sifat kristalinitas, struktur dan permukaan pada produk sintesis karena energi yang diberikan besar sehingga mempengaruhi perubahan struktur bismuth oksida.

Faktor-faktor yang mempengaruhi sintesis dalam metode *sol-gel* dengan variasi suhu kalsinasi antara lain struktur kristal, struktur dan permukaan pada produk sintesis, dan temperature. Struktur dan permukaan kristal bismuth oksida yang dihasilkan berdasarkan variasi suhu kalsinasi akan berbeda-beda, seperti *monoclinic* dan *tetragonal* (Xiohong dkk, 2017), dan ada pula yang memiliki bentuk permukaan *pseudospheric* atau seperti bola semu tak beraturan, sedangkan saat kalsinasi bentuknya menggumpal (Mallahi dkk, 2014). Hal ini menyebabkan adanya nilai energi *band-gap* yang berbeda dan akan mempengaruhi aktivitas fotokatalitiknya dalam mendegradasi warna.

BAHAN DAN ALAT

Bahan: Bismut nitrat pentahidrat (Sigma-Aldrich), asam nitrat 65% (Merck), asam sitrat monohidrat (Merck), PEG 6000 (Merck) dan akuades.

Alat: Peralatan gelas, cawan uap, ayakan 100 mesh, sentrifugator, *aluminium foil*, oven, *furnace*, *magnetic stirrer* dan *hot plate stirrer*, timbangan.

Cara kerja

Sintesis bismuth oksida pada penelitian ini menggunakan metode sol gel dengan bismuth nitrat pentahidrat ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) sebagai precursor dan HNO_3 5 ml sebagai pelarut yang digunakan, ditambahkan dengan asam sitrat dengan perbandingan molar 1:2, Kemudian ditambahkan gram PEG 6000 dan larutan dipanaskan sampai 90°C selama 20 jam dengan kecepatan sedang 667 rpm. Selanjutnya dilakukan pendiaman selama 12 jam hingga terbentuk gel. Selanjutnya gel yang terbentuk dikeringkan dengan oven pada suhu



100°C selama 12 jam. Setelah itu dilakukan proses kalsinasi selama 5 jam dengan variasi suhu 500 °C, 600 °C dan 700 °C.

Penugasan

1. Mencari struktur dan jenis polimorf bismut oksida !
2. Mencari reaksi yang terjadi pada sintesis !
3. Mencari pengaruh variasi suhu kalsinasi pada hasil sintesis !
4. Mencari identifikasi struktur kristal, morfologi permukaan, energi *band-gap*, dan daya hantar listrik dari sampel.
5. Mencari waktu dan suhu optimum untuk melakukan sintesis dan kalsinasi bismuth oksida menggunakan metode *sol-gel* !

Referensi

- Danks, A., Hall, S. dan Schnepf, Z., 2016, The Evolution of ‘Sol-Gel’ chemistry as a Technique for Materials Synthesis. *Material Horizons* **3**(2): 91-112.
- Kumar, A., Yadav, N., Bhatt, M., Mishra, N. K., Chaudhary, P., dan Singh, R., 2015, Sol-Gel Derived Nanomaterials and It’s Applications: A Review. *Reaserch Journal of Chemical Sciences. ISSN 2231*: 606X.
- Jiang, H-Y., Li, P., Ye, J. dan Lin, J., 2015, Synthesis and Photocatalytic Properties of Metastable B-Bi₂O₃ Stabilized by Surface-Coordination Effect. *Journal of Materials Chemistry A* **3**(9): 5119-5125.
- Mallahi, M.m Shokuhfar, A., Vaezi, M., Esmailiard, A. dan Mazinani, V., 2014, Synthesis and Characterization of Bismuth Oxide Nanoparticles Via Sol-Gel Methode. *AJER* **3**: 162-165.
- Sammes, N., Tompsett, G., Nafe, H, dan Aldinger, F., 1999, Bismuth Based Oxide Electrolytes-Structure and Ionic Conductivity. *Journal of the European Ceramic Society* **19**(10): 1810-1826.
- Takahashi, T., Iwahara, H. dan Nagai, Y., 1972, High Oxide Ion Conduction in Sintered Bi₂O₃ Containing Sro, Cao or La₂O₃. *Journal of Applied Electrochemistry* **2**(2): 97-104.



- Weidong, H., Wei, Q., Xiaohong, W., Xianbo, D., Long, C. dan Zhaohua, J., 2007, The Photocatalytic Properties of Bismuth Oxide Films Prepared through the Sol-Gel Methode. *Thin Solid Films* **515**(13): 5362-5365
- Yilmaz, S., Turkoglu, O., Ari, M. dan Belenti, I., 2011, Electrical Conductivity of the Ionic Conductor Tetragonal (Bi₂O₃) 1-X (Eu₂O₃) X. *Ceramica* **57**(342): 185-192
- Xiaohong, W., Wei, Q. dan Weidong, H., 2017, Thin Bismuth Oxide Films Prepared through the Sol-Gel Methode as Photocatalyst. *Journal of Molecular Catalyst A: Chemical* **261**(2): 167-171.
- Zhen, F-L., Li, G-R., Ou, Y-N., Wang, Z-L., Su, C-Y. dan Tong, Y-X., 2010, Synthesis of Hierarchical Rippled Bi₂O₃ Nanovelts for Supercapacitor Applications. *Chemical Communications* **46**(27): 5021-5023.



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:



Modul 6: Sintesis Bismut Oksida menggunakan Metode *Hidrothermal*

Kompetensi

1. Mampu memahami mengenai metode *hidrothermal*
2. Mampu menyintesis bismuth oksida menggunakan metode *hidrothermal*

Tujuan Percobaan

Mensintesis dan mengeksplorasi sifat karakteristik bismuth oksida hasil sintesis menggunakan metode hidrothermal

Tinjauan Umum

Metode hidrothermal merupakan salah satu metode kristalisasi dengan pemanasan dalam system air di dalam autoklaf hidrothermal dengan kondisi vakum sehingga cocok untuk sintesis fasa yang tidak stabil pada suhu tinggi (Loiola dkk. 2012). Panas yang dihasilkan oleh air pada metode hidrothermal memberikan tekanan uap yang berperan dalam pembentukan kristal.

Metode hidrothermal dilakukan dengan cara memanaskan campuran larutan yang akan direaksikan ke dalam *autoclave hydrothermal* dalam keadaan vakum. Campuran tersebut dipanaskan pada temperatur hidrothermal yang diinginkan untuk membentuk material hasil sintesis yang stabil. Metode hidrothermal memanfaatkan fungsi tekanan uap air pada suhu di atas titik didih air untuk mempercepat reaksi pembentukan kristal (West, 1999).

Proses hidrothermal meliputi modifikasi struktur atau tekstur pada suatu padatan yang mengikuti hukum termodinamika kedua dan proses ini mengurangi energy bebas pada sistem. Kapasitas air sebagai media penghantar panas pada sistem hidrothermal dengan temperatur yang tinggi seringkali tidak mampu untuk melarutkan zat saat proses kristalisasi material, oleh karena itu perlu ditambahkan mineralizer. Mineralizer adalah suatu senyawa yang ditambahkan pada larutan yang encer untuk mempercepat proses kristalisasi dengan cara meningkatkan kemampuan melarutnya campuran tersebut (West, 1999).



BAHAN DAN ALAT

Bahan: Bismut nitrat pentahidrat (Sigma-Aldrich), Na_2SO_4 (Merck), NaOH (Merck), dan aquades.

Alat: Peralatan gelas, cawan uap, ayakan 100 mesh, sentrifugator, *aluminium foil*, oven, *furnace*, *magnetic stirrer* dan *hot plate stirrer*, timbangan.

Cara kerja

Metode hidrotermal diawali dengan penambahan 40 mL aquades ke dalam gelas beker yang berisi 2 mmol $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan 3 mmol Na_2SO_4 , kemudian dilakukan pengadukan dengan menggunakan stirrer selama 45 menit. Selanjutnya, 18 mmol NaOH dilarutkan dalam 40 mL aquades, yang kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan di atas. Kemudian campuran yang telah homogen dipindahkan ke dalam reactor hidrotermal dan dipanaskan pada suhu 120°C dengan variasi waktu 12 jam. Kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruang. Endapan yang didapat kemudian dicuci menggunakan aquades dan alkohol, kemudian dikeringkan pada suhu 80°C .

Penugasan

1. Mencari struktur dan jenis polimorf bismut oksida !
2. Mencari reaksi yang terjadi pada sintesis !
3. Mencari waktu dan suhu optimum untuk melakukan sintesis dan kalsinasi bismuth oksida menggunakan metode *hidrotermal* !

Referensi

Loiola, A.R., Andrade, J.C.R.A., Sasaki, J.M. and Da Silva, L.R.D., 2012. Structural analysis of zeolite NaA synthesized by a cost-effective



hydrothermal method using kaolin and its use as water softener. Journal of colloid and interface science, 367(1), pp.34-39.

West, A. R. (1999). *Basic solid state chemistry*. John Wiley & Sons Inc.



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:



Modul 7:

Analisa Data Difraktogram menggunakan Ruff Info dan PCPDFWIN

Kompetensi

Mampu Memahami Mengenai Analisa Data Difraktogram Menggunakan Ruff Info

Tujuan Percobaan

Mengidentifikasi struktur kristal yang terdapat dari material hasil sintesis.

Tinjauan Umum

X-Ray Diffraction adalah teknik karakterisasi yang penting untuk menganalisis struktur kristal padatan. Analisis XRD banyak digunakan dalam karakterisasi material karena tidak memerlukan persiapan sampel yang rumit. Radiasi sinar X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang 10^{-10} m yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Ketika elektron mengenai logam kecepatannya akan berkurang sehingga menghasilkan radiasi dengan berbagai panjang gelombang. Peristiwa difraksi yang terjadi menurut hukum Braggs:

$$\lambda = 2d \sin\theta$$

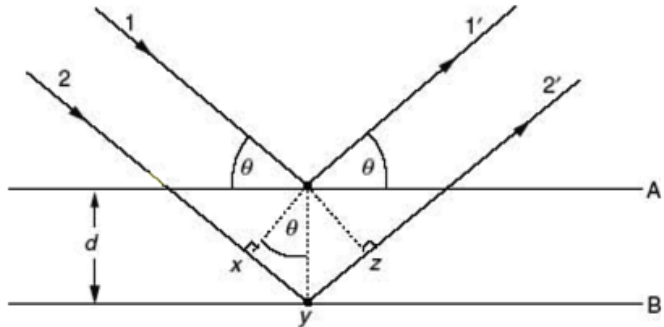
Keterangan: n = bilangan bulat

λ = panjang gelombang yang digunakan (nm)

θ = sudut antara sinar datang dengan bidang normal (*degree*)

d = jarak antara dua bidang (m)





Gambar 2. Difraksi sinar X pada suatu kristal

Untuk mengetahui struktur kristal suatu material, difraktogram dapat dianalisa menggunakan software Ruffinfo dan PCPDFWIN.

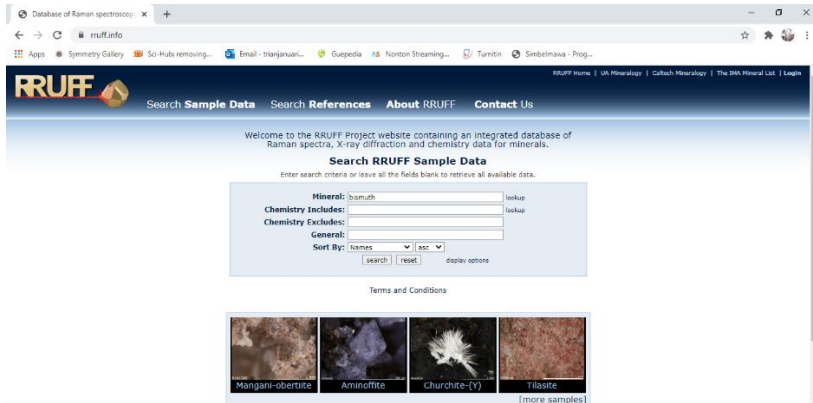
BAHAN DAN ALAT

Bahan: Difraktogram sampel bismuth oksida hasil sintesis dengan metode pengendapan

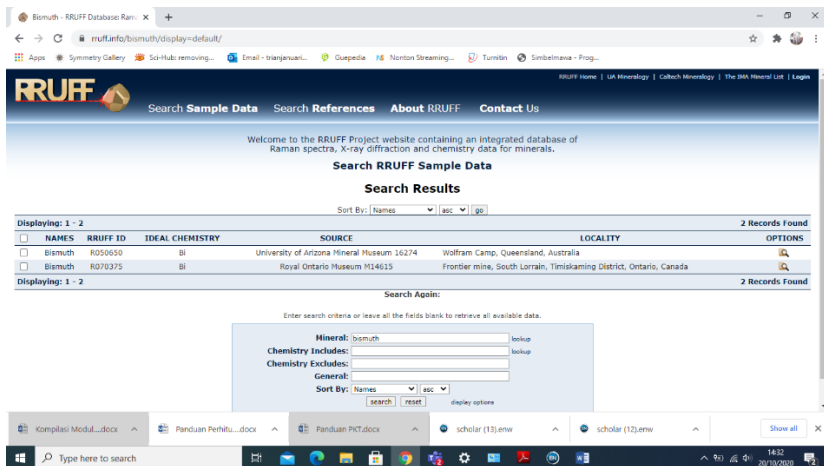
Alat: PC atau laptop dengan software PCPDFWIN

Cara kerja

Puncak pada difraktogram XRD kemudian di *fitting* menggunakan software ruff.info untuk menentukan struktur kristal material yang sedang diidentifikasi. Pertama dengan masuk melalui laman web <https://ruff.info/>, kemudian akan muncul halaman depan ruffinfo berikut ini:



Selanjutnya masukkan nama mineral pada bagan pencarian mineral, kemudian klik tombol search sebagaimana terlihat pada gambar di bawah ini.



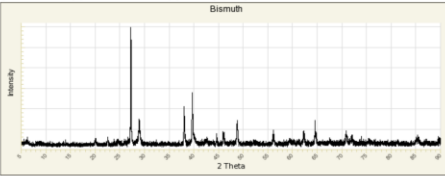
Selanjutnya, klik material yang ditarget maka akan muncul data XRD sebagaimana ditunjukkan pada gambar berikut.

POWDER DIFFRACTION

RRUFF ID: R050650.1
 Sample Description: Powder
 Cell Refinement Output: a: 4.7442(2)Å b: 4.7442(2)Å c: 4.7442(2)Å
 alpha: 87.249(2)° beta: 87.249(2)° gamma: 87.249(2)° Volume: 70.722(5)Å³ Crystal System: rhombohedral

DOWNLOADS:

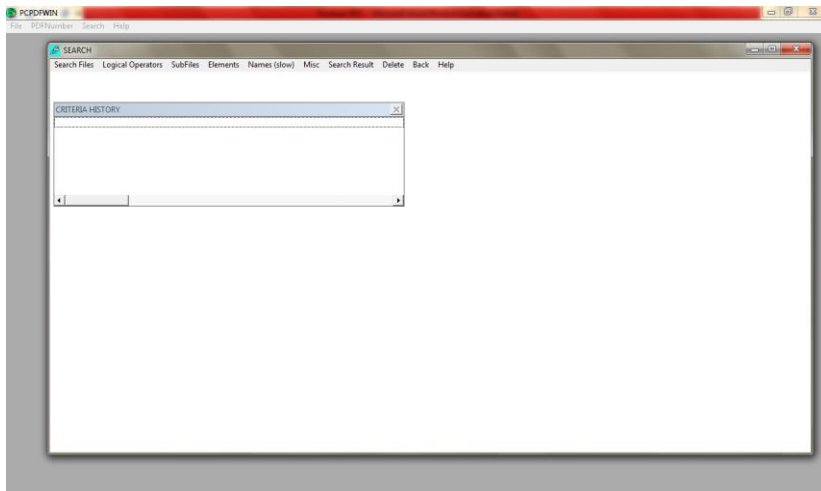
- Cell Refinement Data
- Cell Refinement Output Data
- DIF File
- X-ray Data (XY - RAW)
- RRUFF File



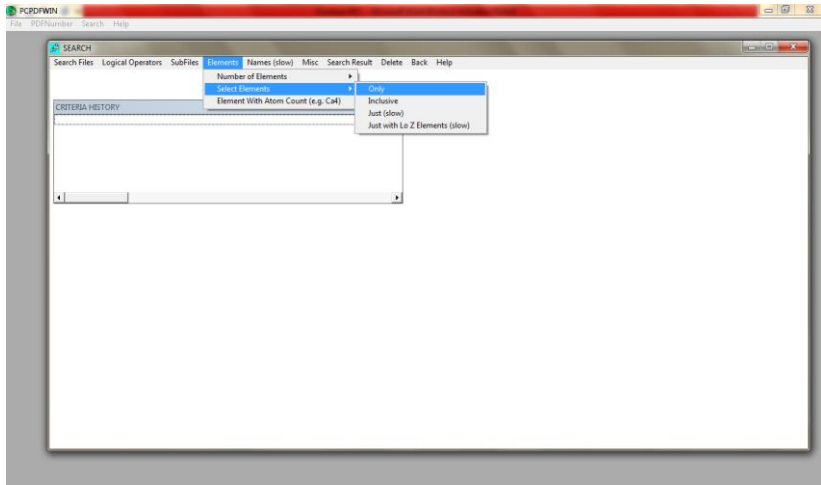
REFERENCES for Bismuth

American Mineralogist Crystal Structure Database Record: [view record]
 Anthony J W, Bideaux R A, Bladh K W, and Nichols M C (1990) Handbook of Mineralogy, Mineral Data Publishing, Tucson Arizona, USA, by permission of the Mineralogical Society of America. [view file]
 Agricola G (1530) Biemutum, in *Bermannus Sive De Re Metallica* Froben Basleae 75-76 [view file]
 Agricola G (1546) Biemutum, in *Georgii Agricolae Medici Bermannus, sive de re metallica* Papae Leipzig 49-49 [view file]
 Agricola G (1556) Bismuth, in *De Re Metallica*, translated by Hoover H C and Hoover L H 1950 Dover New York 433-433 [view file]

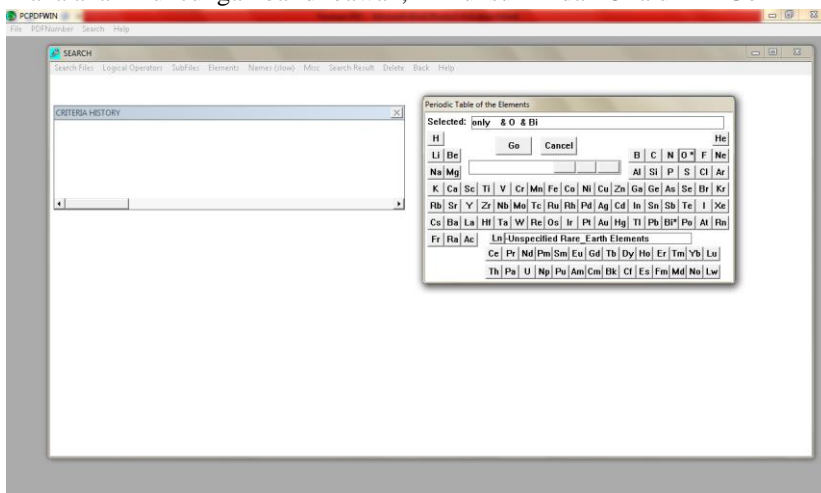
Selain ruffinfo, software lain yang bisa digunakan adalah PCPDFWIN. Data difraktogram dapat dibandingkan dengan database *joint committee on powder diffraction standards* (JCPDS). JCPDS dapat dilihat menggunakan software PCPDFWIN lalu klik search akan muncul tab sebagai berikut:



Selanjutnya klik Element → Select Element → Only

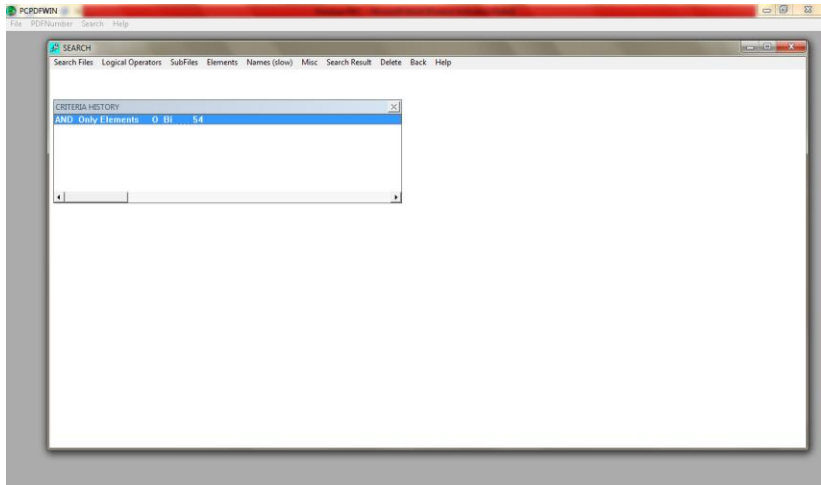


Maka akan muncul gambar di bawah, klik unsur Bi dan O lalu klik Go

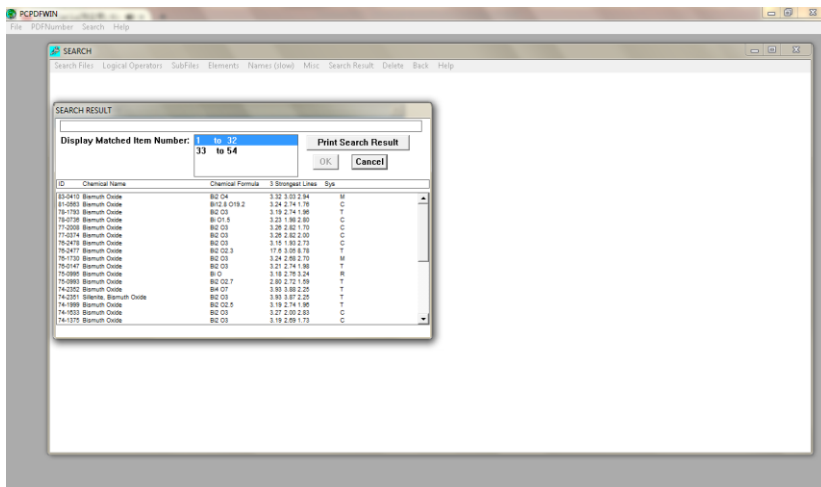


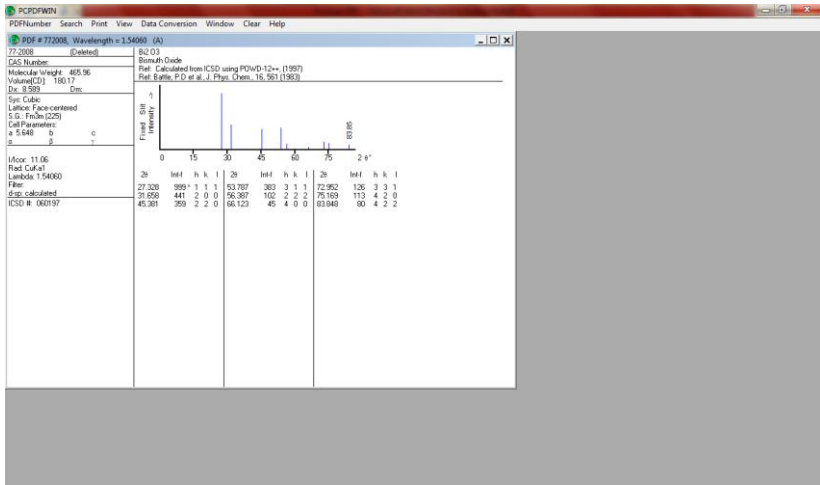
Setelah muncul gambar di bawah lalu klik Search Result





Kemudian akan muncul gambar di bawah yang dapat dibuka dengan melakukan *double click* dan kemudian dicocokkan dengan nilai 2 theta dari 3 puncak tertinggi hasil *fitting* dengan menggunakan *software* Origin.





Penugasan

1. Diketahui puncak XRD dengan nilai 2θ sebesar 27,686; 33,336; 27,214. Tentukan struktur kristal material yang terbentuk!
2. Apa itu XRD!
3. Apa fungsi XRD!
4. Bagaimana cara mengoperasikan run.info!

Referensi

West, A. R. (1999). *Basic solid state chemistry*. John Wiley & Sons Inc.



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:



Kompetensi

Mampu menginterpretasikan data hasil karakterisasi bismut oksida menggunakan *Difus Reflektans UV* (DRS-UV) yang dihasilkan

Tujuan Percobaan

Mengetahui nilai *band-gap* dari material hasil sintesis menggunakan metode Tauc Plot dan Persamaan Kubelka Munk.

Tinjauan Umum

Energi **band gap** adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Besarnya band gap dapat ditentukan dengan metode spektrofotometri *Difus Reflektans UV* (DRS UV). Metode ini didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh produk. Untuk mengolah data DRS UV dapat menggunakan persamaan kubelka munk dan tauc plot untuk menghasilkan nilai band gap produk semikonduktor

Metode Tauc Plot

Data absorbansi yang didapatkan dapat diolah menggunakan metode *Tauc Plot* untuk menghasilkan nilai *band-gap* sampel semikonduktor. Tauc plot menunjukkan kuantitas $h\nu$ pada sumbu x dan kuantitas $(\alpha \cdot h\nu)^{1/r}$ pada sumbu y dimana α adalah koefisien penyerapan material sampel. Nilai r menunjukkan sifat transisi:

$r = 1/2$ untuk transisi langsung yang diperbolehkan

$r = 3/2$ untuk transisi langsung yang dilarang

$r = 2$ untuk transisi tidak langsung yang diperbolehkan

$r = 3$ untuk transisi tidak langsung yang dilarang

Perhitungan pada sampel dilakukan dengan menggunakan metode *Tauc Plot* dimana nilai r yang digunakan adalah $1/2$ untuk transisi langsung yang diperbolehkan sehingga energi gap diperoleh dari grafik hubungan antara E_g



(eV) vs $(\alpha \cdot h \cdot \nu)^2$ digunakan untuk mengetahui nilai band gap sampel (Labib, 2017).

Metode Kubelka Munk

Besarnya *band gap* dapat ditentukan dengan metode Spektrofotometri Difus Reflektansi UV-Vis. Metode ini didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Reflektansi yang terukur digunakan dalam persamaan Kubelka Munk:

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R}$$

dengan, F(R): faktor Kubelka Munk

R: nilai reflektansi yang diukur

Perhitungan dilakukan pada setiap sampel dengan menggunakan metode Kubelka Munk dimana energi gap diperoleh dari grafik hubungan antara $h\nu$ vs $(F(R)h\nu)^{1/2}$. Energi gap semikonduktor adalah besarnya $h\nu$ pada saat $(F(R)h\nu)^{1/2}=0$, yang diperoleh dari persamaan regresi linier kurva tersebut (Goodball dkk., 2014).

BAHAN DAN ALAT

Menggunakan laptop untuk analisa data

Cara kerja

Pada metode *Tauc Plot* data yang digunakan adalah absorbansi, nilai α didapatkan dari $2,303$ dikalikan dengan absorbansi dibagi dengan tebal plat alat yang digunakan (tebal film jika yang digunakan berbentuk lembaran. Pada metode menggunakan persamaan *Kubelka Munk* yang digunakan adalah data reflektansi. Satuan yang digunakan semua harus SI. Energi *band-gap* (E_g) dalam eV dapat diketahui menggunakan rumus:

$$E_g = \frac{h \cdot c}{\lambda}$$

Keterangan: E_g = *band-gap* (Joule)

1 eV = $1,69 \times 10^{-19}$ Joule

h = konstanta Plank ($6,626 \times 10^{-34}$ J.s)

c = kecepatan cahaya (3×10^8 m/s)

λ = panjang gelombang (nm)



Langkah terakhir adalah pembuatan grafik untuk menentukan nilai *band-gap* hasil sintesis.

Penugasan

1. Tentukan band gap dari data terlampir!
2. Apa itu band gap?
3. Apa Fungsi band gap?
4. Bagaimana cara menentukan band gap?
5. Sebutkan rumus yang digunakan untuk menghitung band gap!

Referensi

- Labib, Sh, 2017, Preparation, characterization and photocatalytic properties of doped and undoped Bi₂O₃, *Journal of Saudi Chemical Society*, 21, 6, 664-672
- Goodall, J.B.M, S. Kellici, D. Illsley, R. Lines, J.C. Knowles dan J.A. Darr, 2014, Optical and Photocatalytic Behaviours of Nanoparticles in the Ti-Zn-O Binary System, *RSC Advances*, 4, 60, 31799-31809



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:



Modul 9:

Uji Aktivitas Fotokatalitik dan Kinetika Laju Reaksi Fotokatalisis

Kompetensi

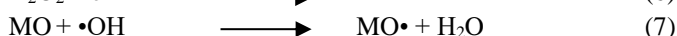
Mampu memahami dan melakukan fotokatalisis degradasi zat warna

Tujuan Percobaan

1. Menentukan aktifitas fotokatalitik material hasil sintesis
2. Menentukan kinetika laju reaksi fotokatalisis degradasi *methyl orange* (MO) oleh bismuth oksida

Tinjauan Umum

Fotokatalisis merupakan proses reaksi kimia yang dibantu oleh adanya cahaya dan material katalis padat. Senyawa yang digunakan sebagai fotokatalis umumnya adalah semikonduktor yang memiliki pita valensi penuh dan pita konduksi kosong, seperti TiO_2 , CdS , ZnS , dan Fe_2O_3 . Reaksi pembentukan radikal dan degradasi *methyl orange* dapat dituliskan sebagai berikut:



Mekanisme peningkatan aktivitas fotokatalitik dapat diilustrasikan seperti pada tahap-tahap diatas, ketika energi foton diserap oleh partikel Bi_2O_3 , fotoelektron dengan cepat naik dari pita valensi ke pita konduksi untuk menghasilkan pembawa muatan (persamaan 1), kemudian OH^- yang berasal dari air atau molekul air itu sendiri yang teradsorpsi pada permukaan partikel



Bi₂O₃ akan berperan sebagai agen penangkap *hole* kemudian membentuk •OH dan H⁺, menghasilkan radikal hidroksil (•OH) (persamaan 2 dan 3). Radikal hidroksil juga dapat terbentuk melalui reaksi reduksi molekul oksigen oleh elektron pada pita konduksi yaitu pada waktu yang bersamaan pita konduksi melakukan transfer elektron yang mengadsorpsi O₂ yang direduksi menjadi radikal O₂^{•-} (persamaan 4). Radikal O₂^{•-} dapat bereaksi dengan 2H⁺ membentuk H₂O₂ sehingga menghasilkan •OH +OH⁻ (persamaan 5 dan 6). Radikal MO• terbentuk melalui reaksi dari adsorbat molekul MO dengan •OH yang dapat dengan mudah terdegradasi menjadi molekul yang lebih sederhana yaitu CO₂ dan H₂O (persamaan 7 dan 8). Gambar 3 menunjukkan mekanisme degradasi *methyl orange* oleh radikal •OH yang dikatalisis oleh bismut oksida menjadi molekul yang lebih sederhana dan ramah terhadap lingkungan menjadi CO₂ dan H₂O (Liu, 2015).

Aktivitas fotokatalitik Bi₂O₃ terhadap MO dapat digunakan untuk menentukan laju degradasi melalui kinetika kimia. Berdasarkan persamaan kinetika orde satu, konstanta laju reaksi dapat ditentukan. Persamaan kinetika reaksi orde satu adalah:

$$\begin{aligned} \frac{-dCt}{dt} &= k [Co]^1 \\ -\int_{Co}^{Ct} \frac{dCt}{[Co]} &= k \int_0^t dt \\ -(\ln Ct - \ln Co) &= kt \\ \ln \frac{Co}{Ct} &= kt \\ \ln \frac{Ct}{Co} &= -kt \\ \ln Ct &= \ln Co - kt \end{aligned}$$

dimana, Ct = Konsentrasi akhir (M)

Co = Konsentrasi awal (M)

k = Konstanta laju reaksi

t = Waktu (s)

BAHAN DAN ALAT

Bahan: bismuth oksida (Sigma Aldrich), *methyl orange* (Merck), dan akuades.

Alat: peralatan gelas, *magnetic stirrer* (cimarec SP131320-33Q), *magnetic bar*, neraca digital (Kern Als 220-4N), reaktor fotokatalisis dan

Spektrofotometer UV-Vis (PG Instruments Limited Model T60U).

Cara kerja

1. Preparasi Larutan *Methyl Orange* (MO)

Larutan induk MO 1000 ppm dibuat terlebih dahulu dari 0,1 gram MO yang dilarutkan dalam 100 mL akuades. Larutan kerja yang akan digunakan adalah larutan MO 5 ppm yang dibuat dari pengenceran larutan MO 1000 ppm. Selain itu, dilakukan pembuatan 5 larutan deret standar dengan cara mengencerkan larutan MO 1000 ppm menjadi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm. Kelima larutan tersebut kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis sehingga diperoleh kurva standar MO.

2. Uji Aktivitas Fotokatalitik

Proses fotokatalisis dilakukan dalam reaktor fotokatalis. Larutan kerja yang digunakan untuk uji aktivitas fotokatalitik adalah MO 5 ppm. Sebanyak 0,1 gram bismut oksida murni ditambahkan ke dalam 50 ml larutan kerja. Kemudian dilakukan pengadukan dengan kecepatan sedang. Variasi waktu yang dilakukan adalah 30 menit tanpa cahaya, 30 menit, 45 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit dengan cahaya. Penyinaran dilakukan menggunakan lampu UV-A. Spektroskopi UV-Vis digunakan untuk mengetahui absorbansi dan panjang gelombang pada larutan methyl orange sebagai model polutan.

Penugasan

1. Apa yang dimaksud fotokatalisis?
2. Tentukan pengaruh variasi waktu terhadap kemampuan fotokatalis untuk mendegradasi zat warna !
3. Mencari pengaruh variasi suhu terhadap kemampuan fotokatalis untuk mendegradasi zat warna !
4. Mencari perhitungan dekolorisasi zat warna *methyl orange* dengan metode grafik !



Referensi

Liu, Xuemei, Hongquan Deng, Weilong Yao, Qiyang Jiang dan Juan Shen, 2015, Preparation and photocatalytic activity of Y-doped Bi₂O₃, *Journal of Alloys and Compounds*, 651, 135-142



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:



