

Modul Praktikum Kimia Terpadu

Disusun oleh:
Yayuk Astuti, Ph.D

Laboratorium Kimia Fisik
Departmen Kimia
Universitas Diponegoro



PETUNJUK PRAKTIKUM KIMIA TERPADU



Disusun oleh:
Yayuk Astuti, Ph.D

LABORATORIUM KIMIA FISIK
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN MATEMATIKA
UNIVERSITAS DIPONEGORO
2020



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



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Semarang,

Mengetahui,

(.....)

(.....)



DAFTAR ISI

PERATURAN	ii
DAFTAR ISI.....	iii
PERCOBAAN 1 SINTESIS KARBON	1
PERCOBAAN 2 AKTIVASI KARBON	4
PERCOBAAN 3 PEMBUATAN KOMPOSIT BISMUT OKSIDA/KARBON AKTIF SEKAM PADI (Bi/CA SEKAM PADI) METODE 1	8
PERCOBAAN 4 PEMBUATAN KOMPOSIT BISMUT OKSIDA/KARBON AKTIF SEKAM PADI (Bi/CA SEKAM PADI) METODE 2	14
PERCOBAAN 5 PEMBUATAN KOMPOSIT BISMUT OKSIDA/KARBON AKTIF KOMERSIAL (METODE 1)	20
PERCOBAAN 6 PEMBUATAN KOMPOSIT BISMUT OKSIDA/KARBON AKTIF KOMERSIAL (METODE 2)	26
PERCOBAAN 7 KARAKTERISASI PRODUK DENGAN FTIR (Fourier Transform Infra Red)	32
PERCOBAAN 8 KARAKTERISASI PRODUK MENGGUNAKAN XRD (X- RAY DIFFRACTION)	38
PERCOBAAN 9 KARAKTERISASI PRODUK MENGGUNAKAN ALAT ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROMETRY (EIS).....	43



Referensi



Dikarenakan $\sigma = 1/\rho$, maka rumus persamaan menjadi:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} = \frac{t}{AR}$$

dengan: σ = Konduktifitas ($\Omega^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$) atau ($\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)

Metodologi

1. Alat

Alat yang digunakan untuk karakterisasi EIS adalah LCR meter yang komponennya terdiri dari tahanan (resistor), induktor, dan kapasitor

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam karakterisasi adalah komposit bismut oksida/karbon aktif sekam padi dan komposit bismut oksida/karbon aktif tempurung kelapa.

3. Cara Kerja

1. Siapkan peralatan yang akan digunakan
2. Siapkan komponen-komponen yang akan di ukur
3. Hitunglah secara manual komponen-komponen tersebut
4. Kemudian ukur komponen-komponen tersebut dengan menggunakan LCR meter
5. Catatlah hasil pengukuran tersebut
6. Bandingkan hasil perhitungan secara manual dengan pengukuran menggunakan LCR meter

Pertanyaan

1. Apa fungsi dari metode analisa dengan LCR meter?
2. Bagaimana cara menentukan nilai konduktivitas dari suatu material uji?

PERCOBAAN 1 SINTESIS KARBON

Tujuan

Mensintesis karbon dari bahan alam dengan metode pirolisis

Dasar Teori

Sekam padi merupakan bagian pelindung terluar dari padi (*Oryza sativa*). Sekitar 20% berat padi, merupakan sekam padi (Daifullah dkk., 2003). Komposisi utama sekam padi terdiri atas selulosa 33 – 34 % berat, lignin 19 – 47 % berat, jika dibakar dengan oksigen akan menghasilkan abu sekam 13- 29 % berat, sekam padi yang mengandung silika cukup tinggi yaitu 87 – 97 % berat abu sekam padi (Harsono, 2002).

Salah satu proses alternatif untuk meningkatkan manfaat sekam padi adalah dengan pirolisis. Pirolisis merupakan proses dekomposisi suatu zat/material yang dilakukan pada suhu relatif tinggi. Hasil pirolisis sekam padi berupa char mengandung karbon dan silika dengan komposisi tergantung pada kondisi pirolisis (Danarto dkk., 2010).

Metodologi

1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik Kern:ABS 220-4, dan 1 set alat pirolisis

2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sekam padi dan air

3. Cara Kerja

Sekam padi dicuci menggunakan air, lalu dikeringkan tanpa terkena sinar matahari. Sebanyak 200 gram sekam padi kering

kemudian dimasukkan ke dalam alat pirolisis, proses pirolisis dilakukan pada suhu 400oC selama 10 menit. Setelah proses pirolisis selesai, sekam padi yang sudah berubah menjadi karbon didinginkan pada suhu ruang, selanjutnya karbon ditimbang untuk mengetahui nilai rendemen karbon

Pertanyaan

1. Sebutkan komposisi/kandungan utama yang terdapat dalam sekam padi
2. Jelaskan proses dekomposisi sekam padi saat proses pirolisis terjadi

Referensi

- Danarto, Y., Nur, A., & Kuncoro, N. D. (2010). Pengaruh Waktu Operasi Terhadap Karakteristik Char Hasil Pirolisis Sekam Padi Sebagai Bahan Pembuatan Nano Structured Supermicrosporous Carbon. Pengaruh Waktu Operasi Terhadap Karakteristik Char Hasil Pirolisis Sekam Padi Sebagai Bahan Pembuatan Nano Structured Supermicrosporous Carbon.
- Harsono, H. (2002). Pembuatan Silika Amorf Dari Limbah Sekam Padi. *Jurnal Ilmu Dasar*, 3(2), 98-103.

PERCOBAAN 9

KARAKTERISASI PRODUK MENGGUNAKAN ALAT ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROMETRY (EIS)

Tujuan

Mengetahui nilai konduktivitas dari suatu material

Dasar Teori

Electrochemical Impedance Spectrometry (EIS) merupakan teknik analisa yang digunakan untuk mempelajari sifat elektrik dari sistem elektroda elektrolit. EIS banyak digunakan dalam bidang elektrokimia seperti pelapisan material (coating), baterai, sel bahan bakar (fuel cell) dan lainnya.

Perhitungan konduktivitas dilakukan dengan melakukan interpretasi dari ukuran busur dimana akan didapatkan nilai impedansi R_{bahan} dan R_{ion}. Nilai R_{bahan} menunjukkan karakteristik dari bahan material yang bersifat ohmik, sementara R_{ion} menunjukkan karakteristik kualitatif dari transfer ion antar elektroda. Karakteristik R_{bahan} selalu nampak pada data berfrekuensi tinggi, sementara R_{ion} teramati pada frekuensi rendah. Untuk mendapatkan nilai R_{tot}, maka harus didapatkan nilai Z'' = 0 dengan cara melakukan ekstrapolasi membentuk setengah lingkaran. R_{tot} merupakan penjumlahan dari R_{bahan} dan R_{ion}. Setelah mengetahui nilai Z = R_{tot} ini, akan dapat ditentukan konduktivitas bahan dengan menggunakan persamaan:

$$R = \rho \frac{t}{A}$$

dengan: R = Resistivitas bahan (ohm)

ρ = Hambatan jenis bahan (ohm.cm)

t = Tebal bahan (cm)

A = Luas penampang bahan (cm²)



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:
Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Semarang,

Mengetahui,

(.....)

(.....)



LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:
Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Semarang,

Mengetahui,

(.....)

(.....)



PERCOBAAN 2 AKTIVASI KARBON

Tujuan

Mengaktivasi karbon agar menjadi karbon aktif melalui aktivasi kimia

Dasar Teori

Karbon aktif merupakan karbon amorf dari pelat-pelat datar disusun oleh atom-atom C yang terikat secara kovalen dalam suatu kisi heksagonal datar dengan satu atom C pada setiap sudutnya yang luas permukaan berkisar antara 300 m²/g hingga 3500 m²/g dan ini berhubungan dengan struktur pori internal sehingga mempunyai sifat sebagai adsorben (Jamilatun & Setyawan, 2014).

Proses aktivasi adalah dilakukannya suatu perlakuan dengan tujuan membesar pori dengan memecah ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul-molekul permukaan sehingga arang mengalami perubahan sifat secara fisik atau kimia seperti bertambahnya diameter pori yang mengakibatkan daya absorpsinya semakin besar (Sembiring & Sinaga, 2003). Proses aktivasi arang dapat dilakukan dengan cara aktivasi fisika atau kimia. Aktivasi Secara Fisika merupakan proses aktivasi dengan cara pemutusan rantai karbon dari senyawa organik dengan bantuan panas, uap dan CO₂ (Sembiring & Sinaga, 2003). Aktivasi fisika dapat mengubah material yang telah dikarbonisasi dalam sebuah produk yang memiliki luas permukaan yang luar biasa dan struktur pori. Tujuan dari proses ini adalah mempertinggi volume, memperluas diameter pori yang terbentuk selama karbonisasi dan dapat menimbulkan beberapa pori yang baru.

Aktivasi kimia adalah proses penukaran ion-ion rantai karbon dari senyawa organik dengan pemakaian bahan-bahan kimia sehingga kapasitas adsorpsi arang meningkat (Manocha, 2003).

Langkah kerja referensi lain

1. Tempatkan sampel pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat ditengah-tengah plate yang berfungsi sebagai wadah yaitu sebuah plate tipis yang berlubang di tengah berukuran sesuai sampel (pelet) dengan perekat pada sisi baliknya
2. Sampel di tembak oleh sinar-X yang kemudian di difraksikan
3. Sinar-X yang di difraksikan ditangkap oleh X-ray detector dan menghasilkan grafik pada layar monitor
4. Data dan grafik hasil pengujian XRD selanjutnya dicocokkan dengan JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standard) untuk mengetahui struktur kristal yang sesuai

Pertanyaan

1. Apa fungsi dari metode analisa XRD?
2. Apa prinsip yang digunakan dalam metode analisa XRD?
3. Material yang bagaimana yang dapat di analisa menggunakan XRD?

Referensi

- Smallman, R., dan Bishop, R. (2000). *Metalurgi Fisik Modern Dan Rekayasa Material*. Jakarta: Erlangga.
- Waseda, Yoshio. 2011. *X-ray Diffraction Crystallography*. New York: Springer

5. Ratakan sampel pada seluruh permukaan holder menggunakan kaca preparat
6. Jika sampel masih kasar, haluskan terlebih dahulu
7. Pasangkan holder yang sudah diberi sampel pada set alat XRD
8. Hubungkan XRD dengan komputer
9. Nyalakan XRD
10. Nyalakan power on
11. Putar kunci (HT) untuk high voltage searah jarum jam untuk mengatur pada posisi tegangan 40 dan arusnya 30
12. Jalankan XRD menggunakan komputer
13. Buka program Expert Data Collector
14. Klik menu scan properties kemudian atur start angle, end angle (sesuai permintaan), step size, dan time per size, kemudian klik save
15. Beri nama sampel
16. Kemudian tekan tombol running
17. Tunggu sampai XRD selesai
18. Setelah proses selesai akan muncul data pada komputer
19. Dengan aplikasi Expert Data Collector dari XRD disajikan dalam bentuk PDF. Data PDF ini nantinya akan diolah lagi dengan aplikasi
20. Setelah proses selesai kembalikan XRD pada posisi semula (posisi stand by)
21. Turunkan tegangan menjadi 20 kV dan arus menjadi 10 mA menggunakan komputer
22. Pastikan komputer tidak tersambung dengan XRD (disconnect)
23. Putar HT high voltage berlawanan arah jarum jam
24. Kemudian tekan tombol stand by

Aktivasi secara kimia biasanya menggunakan bahan-bahan pengaktif seperti garam kalsium klorida (CaCl_2), magnesium klorida (MgCl_2), seng klorida (ZnCl_2), natrium hidroksida (NaOH), natrium karbonat (Na_2CO_3) dan natrium klorida (NaCl). Selain garam mineral biasanya digunakan ialah berbagai asam dan basa organik seperti asam sulfat (H_2SO_4), asam klorida (HCl), asam hipoklorit (H_3PO_4), kalium hidroksida (KOH), dan natrium hidroksida (NaOH).

Metodologi

1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas (gelas ukur, gelas beker, corong, erlenmeyer, pipet ukur, pipet tetes, labu ukur, pengaduk kaca), neraca analitik, kertas saring, oven, ayakan 100 mesh, dan pH meter.

2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah karbon hasil pirolisis, asam fosfat (H_3PO_4) 85% dari Merck, dan aquades

3. Cara Kerja

Aktivasi karbon dapat dilakukan menggunakan larutan asam, basa, atau garam mineral misalnya HCl , H_2SO_4 , H_3PO_4 , KOH , NaOH , ZnCl_2 , CaCl_2 dan lain sebagainya. Pada percobaan ini aktivator yang digunakan adalah asam fosfat (H_3PO_4)

1. Preparasi larutan asam fosfat (H_3PO_4) 60%

Sebanyak 352,94 mL larutan H_3PO_4 85% diencerkan pada labu ukur 500 mL kemudian digojog.

2. Aktivasi Karbon

Sebanyak 4 gram karbon dilarutkan dalam 100 mL asam fosfat (H_3PO_4) 60%, kemudian karbon diaktivasi menggunakan radiasi gelombang mikro dengan daya 400 watt selama 5 menit. Setelah



proses aktivasi selesai, karbon aktif didiamkan pada suhu ruang, kemudian dilakukan penyaringan dan pencucian karbon aktif sampai pH konstan. Karbon aktif lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 105oC selama 60 menit. Karbon aktif kering dihaluskan lalu diayak dengan ukuran 100 mesh agar diperoleh karbon aktif dengan ukuran yang seragam. Karbon aktif lalu ditimbang untuk mengetahui nilai rendemennya.

Pertanyaan

1. Jelaskan apa yang dimaksud dengan aktivasi karbon secara fisika dan secara kimia.
2. Apa fungsi penggunaan radiasi gelombang mikro pada proses aktivasi karbon
3. Hitung rendemen karbon aktif yang dihasilkan.

Referensi

- Jamilatun, S., & Setyawan, M. (2014). Pembuatan Arang Aktif Dari Tempurung Kelapa Dan Aplikasinya Untuk Penjernihan Asap Cair. *Spektrum Industri*, 12(1).
- Manocha, S. M. (2003). Porous Carbons. *Sadhana*, 28(1-2), 335-348.
- Sembiring, M. T., & Sinaga, T. S. (2003). Arang Aktif (Pengenalan Dan Proses Pembuatannya).

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan JCPDS/ICCD difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material.

Metodologi

1. Alat

Instrument alat XRD yang komponennya terdiri dari tabung katoda (tempat terbentuknya sinar-X sebagai pemancar sinar-X), sampel holder, goniometer , dan detektor (sebagai penerima sinar-X).

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam karakterisasi adalah komposit bismut oksida/karbon aktif sekam padi dan komposit bismut oksida/karbon aktif tempurung kelapa.

3. Cara Kerja

1. Pastikan XRD dalam posisi stand by (tegangan 30 dan arus 10), dan pastikan chiller/pendingin menyala
2. Siapkan sampel pada holder
3. Bersihkan holder menggunakan alkohol
4. Ambil sampel menggunakan spatula dan letakkan sampel pada holder



PERCOBAAN 8 KARAKTERISASI PRODUK MENGGUNAKAN XRD (X- RAY DIFFRACTION)

Tujuan

Mengidentifikasi struktur kristalin pada suatu material

Dasar Teori

Difraksi sinar-X merupakan metode analisa yang digunakan untuk mengetahui struktur kristal, nilai parameter kisi, dan derajat kekristalan. Selain itu, metoda analisa ini juga digunakan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, orientasi, dan cacat kristal (Smallman dan Bishop, 2000).

Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik bertenaga tinggi berkisar antara sekitar 100 eV sampai dengan 10 MeV, terletak antara ultra-ungu dan sinar- γ . Hamburan sinar-X dihasilkan jika suatu elektroda logam ditembakkan dengan elektron-elektron dengan kecepatan tinggi dalam tabung vakum. Suatu kristal dapat digunakan untuk mendifraksi berkas sinar-X dikarenakan orde dari panjang gelombang sinar-X hampir sama atau lebih kecil dengan orde jarak antar atom dalam suatu kristal.

Pola difraksi sinar-X ini memiliki puncak-puncak yang berhubungan dengan jarak antar bidang. Jarak antar bidang atau kisi (d) dapat di tentukan dengan persamaan Bragg:

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

dengan:

d = jarak antar kisi kristal

θ = sudut pengukuran (sudut difraksi)

λ = panjang gelombang sinar-X

n = urutan sinar (dalam bilangan bulat)

LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Semarang,

Mengetahui,

(.....)

(.....)

PERCOBAAN 3

PEMBUATAN KOMPOSIT BISMUT OKSIDA/KARBON AKTIF SEKAM PADI (Bi/CA SEKAM PADI) METODE 1

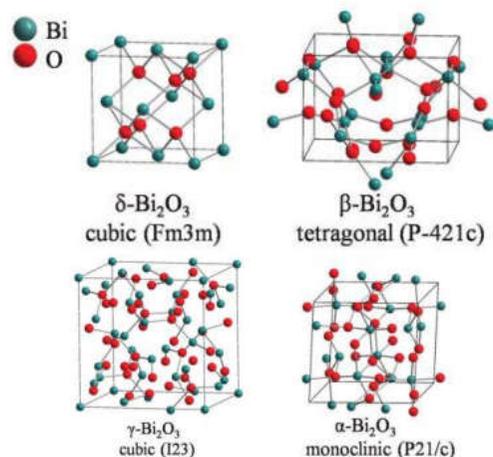
LAPORAN SEMENTARA

Tujuan

Membuat komposit bismut oksida/karbon aktif sekam padi dengan metode hidrotermal.

Dasar Teori

Bismut oksida (Bi_2O_3) merupakan oksida logam bersifat semikonduktor yang memiliki stabilitas elektrokimia baik, kemampuan reversible redoks yang baik, dan kapasitas yang tinggi (Qu, dkk., 2014). Penelitian terbaru menunjukkan bahwa bismut oksida berpotensi dijadikan sebagai anoda baterai. Hal tersebut disebabkan karena bismut oksida memiliki kapasitas volumetrik yang tinggi yaitu sebesar 3765 mAhcm^{-3} dan beda potensial $2,8 \text{ V}$ (Li dkk., 2013). Bismut oksida murni secara umum memiliki 4 bentuk polimorf yaitu $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$, $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Bi}_2\text{O}_3$, dan $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ yang ditunjukkan gambar 1.



Gambar 1. Struktur kristal Bi_2O_3 (Weber dkk., 2016)

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Semarang,

Mengetahui,

(.....)

(.....)

- Lakukan pengoperasian pada komputer dengan cara yang sama.
- Jika spektrum yang dihasilkan relatif pendek berarti sampel yang tercampur sedikit sedangkan jika spektrum yang dihasilkan relatif panjang berarti sampel yang tercampur banyak.

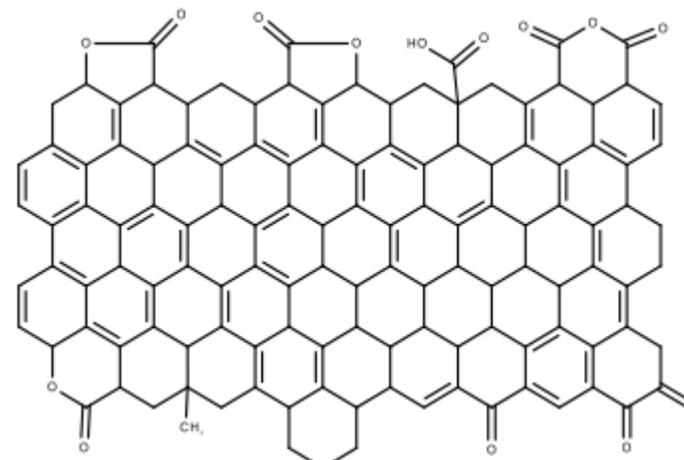
Pertanyaan

- Bagaimana prinsip dasar FTIR?
- Sebutkan macam-macam vibrasi!

Referensi

- Basset, J., Denney, R., Jeffery, G., & Mendham, J. (1994). Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Jakarta: Penerbit buku Kedokteran EGC.
- Daifullah, A., Girgis, B., & Gad, H. (2003). Utilization Of Agro-Residues (Rice Husk) In Small Waste Water Treatment Plans. *Materials letters*, 57(11), 1723-1731.
- Hendayana, S., Kadarohman, A., Sumarna, A., & Supriatna, A. (1994). Kimia analitik instrumen. Edisi IKIP Semarang Press, Semarang.
- Khopkar, S. M., & Saptorahardjo, A. (2003). Konsep dasar kimia analitik: Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press).

Sifat bismut oksida yang masih semikonduktor menyebabkan kemampuannya dalam menghantarkan muatan masih rendah sehingga perlu dilakukan penambahan dengan material lain untuk meningkatkan nilai konduktivitasnya. Salah satu material yang memiliki nilai konduktivitas tinggi adalah karbon aktif. Karbon aktif merupakan karbon amorf dari pelat-pelat datar tersusun oleh atom-atom C yang terikat secara kovalen dalam suatu kisi heksagonal datar dengan satu atom C pada setiap sudutnya. Karbon aktif juga berpotensi sebagai elektroda karena memiliki kapasitas spesifik 20 F/g (Bang dkk., 2017) dan kapasitas volumetric 1770 mAh/cm (Kim dkk., 2016). Struktur kimia dari karbon aktif dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Struktur karbon aktif (Feng dkk., 2015)

Penggabungan material bismut oksida dan karbon aktif menjadi sebuah komposit dapat dilakukan dengan metode hidrotermal. Metode hidrotermal merupakan reaksi heterogen media air yang dilakukan pada suhu dan tekanan tinggi (suhu > 100°C dan tekanan > 1 atm) dalam sistem tertutup (Byrappa dan Yoshimura, 2013). Proses hidrotermal dilakukan dengan cara memanaskan campuran larutan yang akan direaksikan ke dalam autoclave dalam keadaan vakum. Campuran tersebut dipanaskan pada temperatur

hidrotermal yang diinginkan untuk membentuk material hasil sintesis yang stabil. Metode hidrotermal memanfaatkan fungsi tekanan uap air pada suhu di atas titik didih air untuk mempercepat reaksi pembentukan kristal (West, 1999). Metode hidrotermal memiliki kelebihan yaitu penggunaan suhu relatif rendah, proses reaksi yang aman dan tanpa menggunakan agen pereduksi (Gupta dkk., 2017).

Metodologi

1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas (gelas ukur, gelas beker, corong, pengaduk kaca), neraca analitik, kertas saring, oven, ayakan 100 mesh, dan 1 set alat hidrotermal.

2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kristal $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dari Sigma-Aldrich, larutan HNO_3 65% dari Merck, aquades, dan karbon aktif sekam padi hasil sintesis.

3. Cara Kerja

Preparasi Bahan

1. Pembuatan Larutan HNO_3 0,04 M

Sebanyak 0,2567 mL larutan HNO_3 65% (15,579 M) diencerkan pada labu ukur 100 mL kemudian digojog.

2. Pembuatan Larutan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 M

Sebanyak 2,4253 gram kristal $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ditambah dengan 10 mL HNO_3 0,04 M kemudian diaduk hingga homogen.

3. Pembuatan Komposit Bismut Oksida/Karbon Aktif Sekam Padi

Larutan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 M dicampurkan dengan 0,5 gram karbon aktif sekam padi kemudian dilakukan pengadukan. Campuran tersebut dipanaskan menggunakan reaktor hidrotermal pada suhu

2. Bahan

Komposit Bi_2O_3 /Karbon Aktif Sekam Padi

Komposit Bi_2O_3 /Karbon Aktif Komersial

3. Cara Kerja

1. Menghidupkan alat:

- ✓ Nyalakan alat instrumen FT-IR dengan menekan tombol on/off.
- ✓ Buka software FT-IR yang tersedia pada komputer.
- ✓ Klik kiri opsi "Measure" kemudian pilih "Measurement" lalu "initialize". Tunggu hingga muncul tiga icon status berwarna hijau pada sebelah kanan layar.
- ✓ Perangkat FT-IR siap untuk digunakan.

2. Mengukur Sampel Padat:

- ✓ Memasang alat DRS-8000A dengan benar. Jika telah terpasang, maka akan muncul satu square icon hijau bertuliskan DRS-8000 bersamaan dengan tiga square icon lainnya.
- ✓ Uji BKG dengan menggunakan KBr dengan menggerus sepotong kecil bongkahan KBr. Gunakan alat mortar yang telah tersedia.
- ✓ Masukkan serbuk KBr ke dalam lubang silinder yang terdapat pada bagian tengah wadah berbentuk mur. Lalu tempatkan wadah tersebut pada alat DRS, posisikan agar sinar IR tepat mengenai bagian tengah wadah.
- ✓ Lakukan pengoperasian pada komputer.

3. Uji sampel dengan mencampurkan serbuk sampel dan KBr. Masukkan ke dalam wadah. Jumlah sampel sekitar 5%-10% dibanding jumlah KBr.



terdeteksi. Informasi ini ditampilkan sebagai spektrum radiasi dari% ditransmisikan bersekolongkol melawan wavenumber. Spektroskopi inframerah sangat berguna untuk analisis kualitatif (identifikasi) dari senyawa organik karena spektrum yang unik yang dihasilkan oleh setiap organik zat dengan puncak struktural yang sesuai dengan fitur yang berbeda.

Teknik spektroskopi IR digunakan untuk mengetahui gugus fungsional mengidentifikasi senyawa , menentukan struktur molekul, mengetahui kemurnian dan mempelajari reaksi yang sedang berjalan. Senyawa yang dianalisa berupa senyawa organik maupun anorganik. Hampir semua senyawa dapat menyerap radiasi inframerah (Mudzakir, 2008).

Tidak ada pelarut yang sama sekali transparan terhadap sinar IR, maka cuplikan dapat diukur sebagai padatan atau cairan murninya. Cuplikan padat digerus pada mortar kecil bersama Kristal KBr kering Dalam jumlah sedikit (0,5-2 mg cuplikan sampai 100 mg KBr kering) campuran tersebut dipres diantara 2 sekrup memakai kunci kemudian kedua sekrupnya dan baut berisi tablet cuplikan tipis diletakkan di tempat sel spektrofotometer infrared dengan lubang mengarah ke sumber radiasi (Hendayana dkk., 1994).

Metodologi

1. Alat

Alat yang digunakan dalam percobaan ini adalah 1 set alat FTIR



Gambar 1 Alat FTIR

110°C selama 5 jam. Hasil proses hidrotermal disaring dan dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 10 menit. Setelah itu, dilakukan pengayakan dengan ukuran 100 mesh.

Pertanyaan

1. Apa fungsi penambahan larutan asam HNO_3 ?
2. Sebutkan bahan/material yang berfungsi sebagai matriks dan penguat dalam komposit. Mengapa bisa demikian ?
3. Apa manfaat sintesis material menggunakan metode hidrotermal?

Referensi

- Bang, J. H., Lee, H.-M., An, K.-H. dan Kim, B.-J., (2017), A Study on Optimal Pore Development of Modified Commercial Activated Carbons for Electrode Materials of Supercapacitors. *Applied Surface Science* 415: 61-66.
- Byrappa, K. & Yoshimura, M. (2013). *Handbook of Hydrothermal Technology*. Second Edition. Elsevier. Oxford.
- Feng, X., Ma, X., Li, N., Shang, C., Yang, X. dan Chen, X. D., (2015), Adsorption of Quinoline from Liquid Hydrocarbons on Graphite Oxide and Activated Carbons. *RSC Advances* 5(91): 74684-74691.
- Gupta, S., Aberg, B. dan Carrizosa, S., 2016, Hydrothermal Synthesis of Vanadium Pentoxides-Reduced Graphene Oxide Composite Electrodes for Enhanced Electrochemical Energy Storage. *MRS Advances* 1(45): 3049-3055.
- Kim, T., Jo, C., Lim, W.-G., Lee, J., Lee, J. dan Lee, K.-H., 2016, Facile Conversion of Activated Carbon to Battery Anode Material Using Microwave Graphitization. *Carbon* 104: 106-111.
- Li, Y., Trujillo, M. A., Fu, E., Patterson, B., Fei, L., Xu, Y., Deng, S., Smirnov, S. dan Luo, H., (2013), Bismuth Oxide: A New



Lithium-Ion Battery Anode. *Journal of Materials Chemistry A* 1(39): 12123-12127.

Qu, D., Wang, L., Zheng, D., Xiao, L., Deng, B., Qu, D. (2014). An asymmetric supercapacitor with highly dispersed nano-Bi₂O₃ and Active Carbon Electrodes. *Journal of Power Sources*.

Weber, M., Schlesinger, M., Walther, M., Zahn, D., Schalley, C. A. dan Mehring, M. (2016) Investigations on the Growth of Bismuth Oxido Clusters and the Nucleation to Give Metastable Bismuth Oxide Modifications. *Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials* 232(1-3): 185-207.

West, A. R. (1999). *Basic Solid State Chemistry*: Wiley.

Tabel 1 Daerah spektrum infra merah

Jenis	Panjang Gelombang	Interaksi	Bilangan Gelombang	Frekuensi (Hz)
Inframerah dekat	0,75 – 2,5 μm	Interaksi Ikatan	13.000 – 4.000 cm^{-1}	$3,8 \times 10^{14}$ – $1,2 \times 10^{14}$
Inframerah pertengahan	2,5 – 50 μm	Interaksi Ikatan	4.000 – 200 cm^{-1}	$1,2 \times 10^{14}$ – $6,0 \times 10^{12}$
Inframerah jauh	50 – 1.000 μm	Interaksi Ikatan	200 – 10 cm^{-1}	$6,0 \times 10^{12}$ – $3,0 \times 10^{11}$

Dari pembagian daerah spektrum elektromagnetik tersebut di atas, daerah panjang gelombang yang sering digunakan pada alat spektroskopi inframerah adalah pada daerah inframerah pertengahan, yaitu pada panjang gelombang 2,5 – 50 μm atau pada bilangan gelombang 4.000 – 200 cm^{-1} . Daerah tersebut adalah cocok untuk perubahan energi vibrasi

Spektroskopi inframerah ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang belum diketahui, karena spektrum yang dihasilkan spesifik untuk senyawa tersebut. Metode ini banyak digunakan karena:

1. Cepat dan relatif murah
2. Dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dalam molekul

Prinsip kerja spektrofotometer infra merah adalah sama dengan spektrofotometer yang lainnya yakni interaksi energi dengan suatu materi. Spektroskopi inframerah berfokus pada radiasi elektromagnetik pada rentang frekuensi 400-4000 cm^{-1} (wavelength), yang merupakan ukuran unit untuk frekuensi. Untuk menghasilkan spektrum inframerah, radiasi yang mengandung semua frekuensi di wilayah IR dilewatkan melalui sampel. Mereka frekuensi yang diserap muncul sebagai penurunan sinyal yang

PERCOBAAN 7
KARAKTERISASI PRODUK DENGAN FTIR
(Fourier Transform Infra Red)

Tujuan

Mengetahui keberadaan gugus fungsi pada sampel

Dasar Teori

Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittansi atau absorbansi suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Sedangkan pengukuran menggunakan spektrofotometer ini, metoda yang digunakan sering disebut dengan spektrofotometri (Basset dkk., 1994).

Spektrofotometri dapat dianggap sebagai perluasan suatu pemeriksaan visual dengan studi yang lebih mendalam dari absorpsi energi. Absorpsi radiasi oleh suatu sampel diukur pada berbagai panjang gelombang dan dialirkan oleh suatu perkam untuk menghasilkan spektrum tertentu yang khas untuk komponen yang berbeda (Khopkar & Saptorahardjo, 2003).

Salah satu jenis spektroskopi adalah spektroskopi infra merah (IR). Spektroskopi ini didasarkan pada vibrasi suatu molekul. Spektroskopi inframerah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0.75 - 1.000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000 - 10 cm^{-1} .

LAPORAN SEMENTARA

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Semarang,

Mengetahui,

(.....)

(.....)

PERCOBAAN 4
PEMBUATAN KOMPOSIT BISMUT OKSIDA/KARBON
AKTIF SEKAM PADI (Bi/CA SEKAM PADI) METODE 2

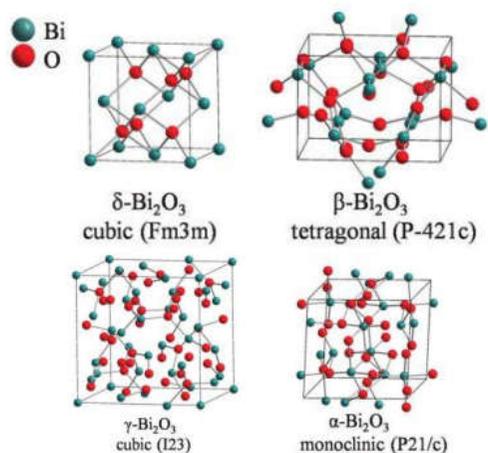
LAPORAN SEMENTARA

Tujuan

Mensintesis komposit bismut oksida/karbon aktif untuk anoda pada baterai dengan metode hidrotermal

Dasar Teori

Bismut oksida (Bi_2O_3) merupakan oksida logam bersifat semikonduktor yang memiliki stabilitas elektrokimia baik, kemampuan reversible redoks yang baik, dan kapasitas yang tinggi (Qu, dkk., 2014). Penelitian terbaru menunjukkan bahwa bismut oksida berpotensi dijadikan sebagai anoda baterai. Hal tersebut disebabkan karena bismut oksida memiliki kapasitas volumetrik yang tinggi yaitu sebesar 3765 mAhcm^{-3} dan beda potensial $2,8 \text{ V}$ (Li dkk., 2013). Bismut oksida murni secara umum memiliki 4 bentuk polimorf yaitu $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$, $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Bi}_2\text{O}_3$, dan $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ yang ditunjukkan gambar 1.



Gambar 1. Struktur kristal Bi_2O_3 (Weber dkk., 2016)

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Semarang,

Mengetahui,

(.....)

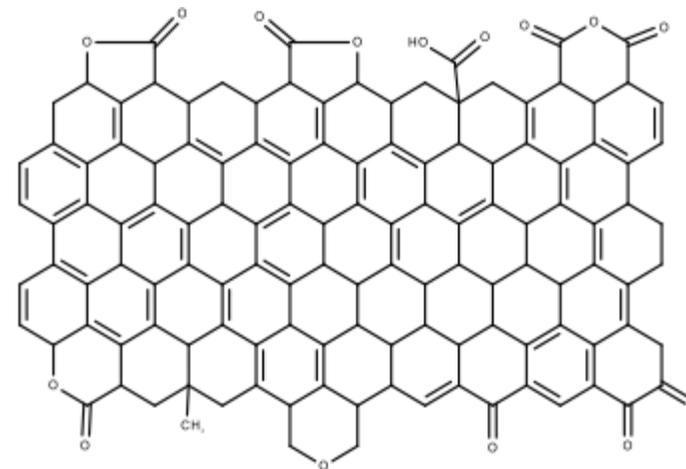
(.....)

Qu, D., Wang, L., Zheng, D., Xiao, L., Deng, B., Qu, D. (2014). An asymmetric supercapacitor with highly dispersed nano-Bi₂O₃ and Active Carbon Electrodes. *Journal of Power Sources*.

Weber, M., Schlesinger, M., Walther, M., Zahn, D., Schalley, C. A. dan Mehring, M. (2016) Investigations on the Growth of Bismuth Oxide Clusters and the Nucleation to Give Metastable Bismuth Oxide Modifications. *Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials* 232(1-3): 185-207.

West, A. R. (1999). *Basic Solid State Chemistry*: Wiley.

Sifat bismut oksida yang masih semikonduktor menyebabkan kemampuannya dalam menghantarkan muatan masih rendah sehingga perlu dilakukan penambahan dengan material lain untuk meningkatkan nilai konduktivitasnya. Salah satu material yang memiliki nilai konduktivitas tinggi adalah karbon aktif. Karbon aktif merupakan karbon amorf dari pelat-pelat datar tersusun oleh atom-atom C yang terikat secara kovalen dalam suatu kisi heksagonal datar dengan satu atom C pada setiap sudutnya. Karbon aktif juga berpotensi sebagai elektroda karena memiliki kapasitas spesifik 20 F/g (Bang dkk., 2017) dan kapasitas volumetric 1770 mAh/cm (Kim dkk., 2016). Struktur kimia dari karbon aktif dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Struktur karbon aktif (Feng dkk., 2015)

Penggabungan material bismut oksida dan karbon aktif menjadi sebuah komposit dapat dilakukan dengan metode hidrotermal. Metode hidrotermal merupakan reaksi heterogen media air yang dilakukan pada suhu dan tekanan tinggi (suhu > 100°C dan tekanan > 1 atm) dalam sistem tertutup (Byrappa dan Yoshimura, 2013). Proses hidrotermal dilakukan dengan cara memanaskan campuran larutan yang akan direaksikan ke dalam autoclave dalam keadaan



vakum. Campuran tersebut dipanaskan pada temperatur hidrotermal yang diinginkan untuk membentuk material hasil sintesis yang stabil. Metode hidrotermal memanfaatkan fungsi tekanan uap air pada suhu di atas titik didih air untuk mempercepat reaksi pembentukan kristal (West, 1999). Metode hidrotermal memiliki kelebihan yaitu penggunaan suhu relatif rendah, proses reaksi yang aman dan tanpa menggunakan agen pereduksi (Gupta dkk., 2017).

Metodologi

1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas (gelas ukur, gelas beker, corong), hot plate stirrer, magnetic bar, neraca analitik, kertas saring, oven, ayakan 100 mesh, dan 1 set alat hidrotermal.

2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kristal bismut nitrat pentahidrat ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dari Sigma-Aldrich, aquades, natrium sulfat (Na_2SO_4) dan natrium hidroksida (NaOH) dari Merck, dan karbon aktif sekam padi hasil sintesis.

3. Cara Kerja

Sebanyak 8 mmol larutan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dicampurkan dengan Na_2SO_4 12 mmol yang dilarutkan ke dalam 40 ml aquades. Campuran tersebut kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 45 menit. Selanjutnya, ditambahkan NaOH 72 mmol yang telah dilarutkan ke dalam 40 ml aquades dan ditambahkan 0,5 gram karbon aktif sekam padi. Lalu, dimasukkan ke dalam reaktor hidrotermal dan dipanaskan pada suhu 110°C selama 5 jam. Hasil campuran didinginkan dan kemudian disaring. Hasil endapan kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 110°C selama 10 menit. Setelah itu, dilakukan pengayakan dengan ukuran 100 mesh.

Pertanyaan

1. Apakah fungsi dari penambahan reagen Na_2SO_4 dan NaOH ?
2. Bagaimana mekanisme reaksi yang terjadi sehingga dapat terbentuk Bi_2O_3 ?
3. Mengapa digunakan karbon aktif komersial untuk meningkatkan nilai konduktivitas bismut oksida?

Referensi

- Bang, J. H., Lee, H.-M., An, K.-H. dan Kim, B.-J., (2017), A Study on Optimal Pore Development of Modified Commercial Activated Carbons for Electrode Materials of Supercapacitors. *Applied Surface Science* 415: 61-66.
- Byrappa, K. & Yoshimura, M. (2013). *Handbook of Hydrothermal Technology*. Second Edition. Elsevier. Oxford.
- Feng, X., Ma, X., Li, N., Shang, C., Yang, X. dan Chen, X. D., (2015), Adsorption of Quinoline from Liquid Hydrocarbons on Graphite Oxide and Activated Carbons. *RSC Advances* 5(91): 74684-74691.
- Gupta, S., Aberg, B. dan Carrizosa, S., 2016, Hydrothermal Synthesis of Vanadium Pentoxides-Reduced Graphene Oxide Composite Electrodes for Enhanced Electrochemical Energy Storage. *MRS Advances* 1(45): 3049-3055.
- Kim, T., Jo, C., Lim, W.-G., Lee, J., Lee, J. dan Lee, K.-H., 2016, Facile Conversion of Activated Carbon to Battery Anode Material Using Microwave Graphitization. *Carbon* 104: 106-111.
- Li, Y., Trujillo, M. A., Fu, E., Patterson, B., Fei, L., Xu, Y., Deng, S., Smirnov, S. dan Luo, H., (2013), Bismuth Oxide: A New Lithium-Ion Battery Anode. *Journal of Materials Chemistry A* 1(39): 12123-12127.



vakum. Campuran tersebut dipanaskan pada temperatur hidrotermal yang diinginkan untuk membentuk material hasil sintesis yang stabil. Metode hidrotermal memanfaatkan fungsi tekanan uap air pada suhu di atas titik didih air untuk mempercepat reaksi pembentukan kristal (West, 1999). Metode hidrotermal memiliki kelebihan yaitu penggunaan suhu relatif rendah, proses reaksi yang aman dan tanpa menggunakan agen pereduksi (Gupta dkk., 2017).

Metodologi

1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas (gelas ukur, gelas beker, corong), hot plate stirrer, magnetic bar, neraca analitik, kertas saring, oven, ayakan 100 mesh, dan 1 set alat hidrotermal.

2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kristal bismut nitrat pentahidrat ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dari Sigma-Aldrich, aquades, natrium sulfat (Na_2SO_4) dan natrium hidroksida (NaOH) dari Merck, dan karbon aktif komersial (tempurung kelapa) dari Brataco.

3. Cara Kerja

Sebanyak 8 mmol larutan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dicampurkan dengan Na_2SO_4 12 mmol yang dilarutkan ke dalam 40 ml aquades. Campuran tersebut kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 45 menit. Selanjutnya, ditambahkan NaOH 72 mmol yang telah dilarutkan ke dalam 40 ml aquades dan ditambahkan 0,5 gram karbon aktif komersial. Lalu, dimasukkan ke dalam reaktor hidrotermal dan dipanaskan pada suhu 110°C selama 5 jam. Hasil campuran didinginkan dan kemudian disaring. Hasil endapan kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 110°C selama 10 menit. Setelah itu, dilakukan pengayakan dengan ukuran 100 mesh.

Pertanyaan

1. Faktor-faktor apa saja yang mempengaruhi hasil komposit?
2. Jelaskan kelebihan menggunakan metode hidrotermal!
3. Apa fungsi bismut oksida dan karbon aktif dalam komposit?

Referensi

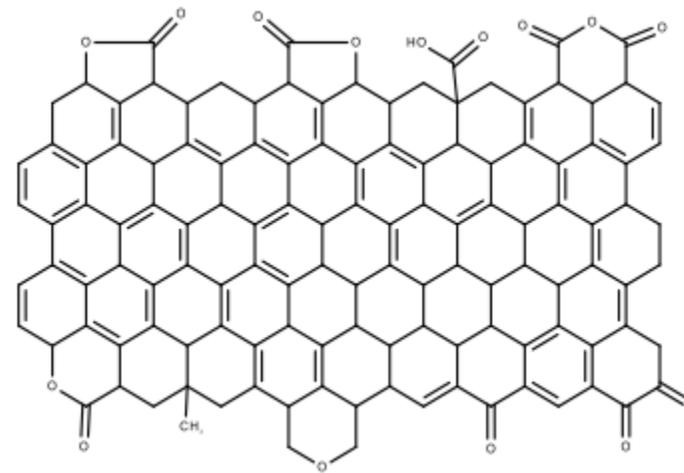
- Bang, J. H., Lee, H.-M., An, K.-H. dan Kim, B.-J., (2017), A Study on Optimal Pore Development of Modified Commercial Activated Carbons for Electrode Materials of Supercapacitors. *Applied Surface Science* 415: 61-66.
- Byrappa, K. & Yoshimura, M. (2013). *Handbook of Hydrothermal Technology*. Second Edition. Elsevier. Oxford.
- Feng, X., Ma, X., Li, N., Shang, C., Yang, X. dan Chen, X. D., (2015), Adsorption of Quinoline from Liquid Hydrocarbons on Graphite Oxide and Activated Carbons. *RSC Advances* 5(91): 74684-74691.
- Gupta, S., Aberg, B. dan Carrizosa, S., 2016, Hydrothermal Synthesis of Vanadium Pentoxides-Reduced Graphene Oxide Composite Electrodes for Enhanced Electrochemical Energy Storage. *MRS Advances* 1(45): 3049-3055.
- Kim, T., Jo, C., Lim, W.-G., Lee, J., Lee, J. dan Lee, K.-H., 2016, Facile Conversion of Activated Carbon to Battery Anode Material Using Microwave Graphitization. *Carbon* 104: 106-111.
- Li, Y., Trujillo, M. A., Fu, E., Patterson, B., Fei, L., Xu, Y., Deng, S., Smirnov, S. dan Luo, H., (2013), Bismuth Oxide: A New Lithium-Ion Battery Anode. *Journal of Materials Chemistry A* 1(39): 12123-12127.
- Qu, D., Wang, L., Zheng, D., Xiao, L., Deng, B., Qu, D. (2014). An asymmetric supercapacitor with highly dispersed nano- Bi_2O_3 and Active Carbon Electrodes. *Journal of Power Sources*.



Weber, M., Schlesinger, M., Walther, M., Zahn, D., Schalley, C. A. dan Mehring, M. (2016) Investigations on the Growth of Bismuth Oxido Clusters and the Nucleation to Give Metastable Bismuth Oxide Modifications. *Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials* 232(1-3): 185-207.

West, A. R. (1999). *Basic Solid State Chemistry*: Wiley.

Sifat bismut oksida yang masih semikonduktor menyebabkan kemampuannya dalam menghantarkan muatan masih rendah sehingga perlu dilakukan penambahan dengan material lain untuk meningkatkan nilai konduktivitasnya. Salah satu material yang memiliki nilai konduktivitas tinggi adalah karbon aktif. Karbon aktif merupakan karbon amorf dari pelat-pelat datar tersusun oleh atom-atom C yang terikat secara kovalen dalam suatu kisi heksagonal datar dengan satu atom C pada setiap sudutnya. Karbon aktif juga berpotensi sebagai elektroda karena memiliki kapasitas spesifik 20 F/g (Bang dkk., 2017) dan kapasitas volumetric 1770 mAh/cm (Kim dkk., 2016). Struktur kimia dari karbon aktif dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Struktur karbon aktif (Feng dkk., 2015)

Penggabungan material bismut oksida dan karbon aktif menjadi sebuah komposit dapat dilakukan dengan metode hidrotermal. Metode hidrotermal merupakan reaksi heterogen media air yang dilakukan pada suhu dan tekanan tinggi (suhu > 100°C dan tekanan > 1 atm) dalam sistem tertutup (Byrappa dan Yoshimura, 2013). Proses hidrotermal dilakukan dengan cara memanaskan campuran larutan yang akan direaksikan ke dalam autoclave dalam keadaan

PERCOBAAN 6
PEMBUATAN KOMPOSIT BISMUT OKSIDA/KARBON
AKTIF KOMERSIAL (METODE 2)

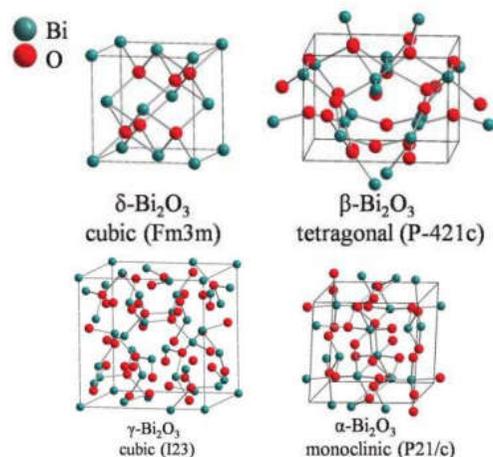
LAPORAN SEMENTARA

Tujuan

Mensintesis komposit bismut oksida/karbon aktif komersial dengan metode hidrotermal.

Dasar Teori

Bismut oksida (Bi_2O_3) merupakan oksida logam bersifat semikonduktor yang memiliki stabilitas elektrokimia baik, kemampuan reversible redoks yang baik, dan kapasitas yang tinggi (Qu, dkk., 2014). Penelitian terbaru menunjukkan bahwa bismut oksida berpotensi dijadikan sebagai anoda baterai. Hal tersebut disebabkan karena bismut oksida memiliki kapasitas volumetrik yang tinggi yaitu sebesar 3765 mAhcm^{-3} dan beda potensial $2,8 \text{ V}$ (Li dkk., 2013). Bismut oksida murni secara umum memiliki 4 bentuk polimorf yaitu $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$, $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Bi}_2\text{O}_3$, dan $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ yang ditunjukkan gambar 1.



Gambar 1. Struktur kristal Bi_2O_3 (Weber dkk., 2016)

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Semarang,

Mengetahui,

(.....)

(.....)

PERCOBAAN 5

PEMBUATAN KOMPOSIT BISMUT OKSIDA/KARBON AKTIF KOMERSIAL (METODE 1)

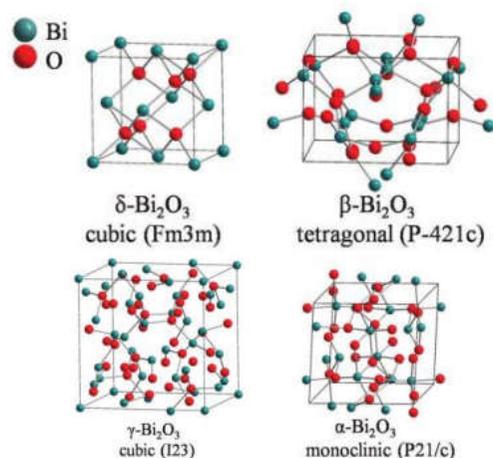
LAPORAN SEMENTARA

Tujuan

Mensintesis komposit bismut oksida/karbon aktif komersial dengan metode hidrotermal.

Dasar Teori

Bismut oksida (Bi_2O_3) merupakan oksida logam bersifat semikonduktor yang memiliki stabilitas elektrokimia baik, kemampuan reversible redoks yang baik, dan kapasitas yang tinggi (Qu, dkk., 2014). Penelitian terbaru menunjukkan bahwa bismut oksida berpotensi dijadikan sebagai anoda baterai. Hal tersebut disebabkan karena bismut oksida memiliki kapasitas volumetrik yang tinggi yaitu sebesar 3765 mAhcm^{-3} dan beda potensial $2,8 \text{ V}$ (Li dkk., 2013). Bismut oksida murni secara umum memiliki 4 bentuk polimorf yaitu $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$, $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Bi}_2\text{O}_3$, dan $\delta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ yang ditunjukkan gambar 1.



Gambar 1. Struktur kristal Bi_2O_3 (Weber dkk., 2016)

Hari/tanggal:

Tujuan percobaan:

Hasil Pengamatan:

Semarang,

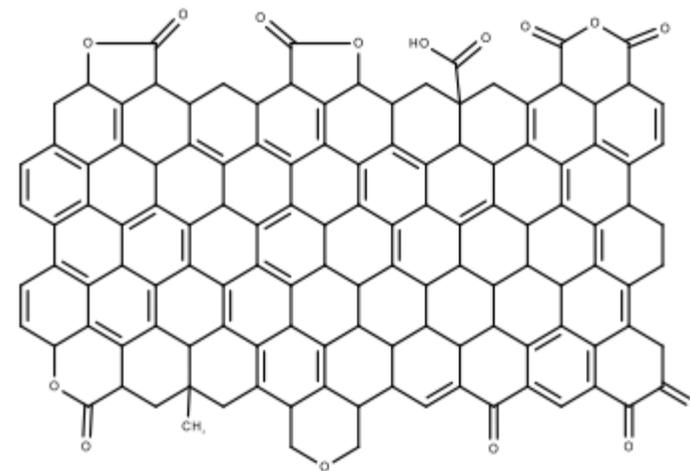
Mengetahui,

(.....)

(.....)

- Kim, T., Jo, C., Lim, W.-G., Lee, J., Lee, J. dan Lee, K.-H., 2016, Facile Conversion of Activated Carbon to Battery Anode Material Using Microwave Graphitization. *Carbon* 104: 106-111.
- Li, Y., Trujillo, M. A., Fu, E., Patterson, B., Fei, L., Xu, Y., Deng, S., Smirnov, S. dan Luo, H., (2013), Bismuth Oxide: A New Lithium-Ion Battery Anode. *Journal of Materials Chemistry A* 1(39): 12123-12127.
- Qu, D., Wang, L., Zheng, D., Xiao, L., Deng, B., Qu, D. (2014). An asymmetric supercapacitor with highly dispersed nano-Bi₂O₃ and Active Carbon Electrodes. *Journal of Power Sources*.
- Weber, M., Schlesinger, M., Walther, M., Zahn, D., Schalley, C. A. dan Mehring, M. (2016) Investigations on the Growth of Bismuth Oxide Clusters and the Nucleation to Give Metastable Bismuth Oxide Modifications. *Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials* 232(1-3): 185-207.
- West, A. R. (1999). *Basic Solid State Chemistry*: Wiley.

Sifat bismut oksida yang masih semikonduktor menyebabkan kemampuannya dalam menghantarkan muatan masih rendah sehingga perlu dilakukan penambahan dengan material lain untuk meningkatkan nilai konduktivitasnya. Salah satu material yang memiliki nilai konduktivitas tinggi adalah karbon aktif. Karbon aktif merupakan karbon amorf dari pelat-pelat datar tersusun oleh atom-atom C yang terikat secara kovalen dalam suatu kisi heksagonal datar dengan satu atom C pada setiap sudutnya. Karbon aktif juga berpotensi sebagai elektroda karena memiliki kapasitas spesifik 20 F/g (Bang dkk., 2017) dan kapasitas volumetric 1770 mAh/cm (Kim dkk., 2016). Struktur kimia dari karbon aktif dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Struktur karbon aktif (Feng dkk., 2015)

Penggabungan material bismut oksida dan karbon aktif menjadi sebuah komposit dapat dilakukan dengan metode hidrotermal. Metode hidrotermal merupakan reaksi heterogen media air yang dilakukan pada suhu dan tekanan tinggi (suhu > 100°C dan tekanan > 1 atm) dalam sistem tertutup (Byrappa dan Yoshimura, 2013). Proses hidrotermal dilakukan dengan cara memanaskan campuran larutan yang akan direaksikan ke dalam autoclave dalam keadaan

vakum. Campuran tersebut dipanaskan pada temperatur hidrotermal yang diinginkan untuk membentuk material hasil sintesis yang stabil. Metode hidrotermal memanfaatkan fungsi tekanan uap air pada suhu diatas titik didih air untuk mempercepat reaksi pembentukan kristal (West, 1999). Metode hidrotermal memiliki kelebihan yaitu penggunaan suhu relatif rendah, proses reaksi yang aman dan tanpa menggunakan agen pereduksi (Gupta dkk., 2017).

Metodologi

1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas (gelas ukur, gelas beker, corong), hot plate stirrer, magnetic bar, neraca analitik, kertas saring, oven, ayakan 100 mesh, dan 1 set alat hidrotermal.

2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kristal $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dari Sigma-Aldrich, larutan HNO_3 65% dari Merck, aquades, dan karbon aktif komersial (tempurung kelapa) dari Brataco.

3. Cara Kerja

1. Pembuatan Larutan HNO_3 0,04 M

Sebanyak 0,2567 mL larutan HNO_3 65% (15,579 M) diencerkan pada labu ukur 100 mL kemudian digojog.

2. Pembuatan Larutan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 M

Sebanyak 2,4253 gram kristal $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ditambah dengan 10 mL HNO_3 0,04 M kemudian diaduk hingga homogen.

3. Pembuatan Komposit Bismut Oksida/Karbon Aktif Komersial

Larutan $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 0,5 M dicampurkan dengan 0,5 gram karbon aktif komersial kemudian dilakukan pengadukan. Campuran tersebut dipanaskan menggunakan reaktor hidrotermal pada suhu 110°C selama 5 jam. Hasil proses hidrotermal disaring dan dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 10 menit. Setelah itu, dilakukan pengayakan dengan ukuran 100 mesh.

Pertanyaan

1. Apakah fungsi dari penggunaan reagen asam berupa HNO_3 ?
2. Bagaimana interaksi yang terjadi antara bismut oksida dan karbon aktif komersial sehingga dapat menjadi sebuah komposit?
3. Mengapa digunakan karbon aktif komersial untuk meningkatkan nilai konduktivitas bismut oksida?

Referensi

- Bang, J. H., Lee, H.-M., An, K.-H. dan Kim, B.-J., (2017), A Study on Optimal Pore Development of Modified Commercial Activated Carbons for Electrode Materials of Supercapacitors. *Applied Surface Science* 415: 61-66.
- Byrappa, K. & Yoshimura, M. (2013). *Handbook of Hydrothermal Technology*. Second Edition. Elsevier. Oxford.
- Feng, X., Ma, X., Li, N., Shang, C., Yang, X. dan Chen, X. D., (2015), Adsorption of Quinoline from Liquid Hydrocarbons on Graphite Oxide and Activated Carbons. *RSC Advances* 5(91): 74684-74691.
- Gupta, S., Aberg, B. dan Carrizosa, S., 2016, Hydrothermal Synthesis of Vanadium Pentoxides-Reduced Graphene Oxide Composite Electrodes for Enhanced Electrochemical Energy Storage. *MRS Advances* 1(45): 3049-3055.

