

**PENGARUH VARIASI WAKTU PEMANASAN SINTESIS PERAK
NITRAT (AgNO_3) MENGGUNAKAN METODE REDUKSI KIMIA**

(Skripsi)

Oleh

MUHAMMAD RIZKI



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2023**

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI WAKTU PEMANASAN SINTESIS PERAK NITRAT (AgNO_3) MENGGUNAKAN METODE REDUKSI KIMIA

Oleh

MUHAMMAD RIZKI

Sintesis perak nitrat menggunakan metode reduksi kimia dengan variasi waktu pemanasan selama 1 jam, 2 jam dan 3 jam telah berhasil dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi waktu pemanasan terhadap struktur fasa, konsentrasi kandungan unsur, morfologi, dan persentase massa unsur. Proses sintesis dilakukan dengan memanaskan campuran perak dan asam nitrat pada suhu $T = 85\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam, 2 jam, dan 3 jam, kemudian dilakukan proses evaporasi pada suhu $T = 125\text{ }^\circ\text{C}$ selama 10 menit. Hasil analisis XRF pada sampel AgNO_3 menunjukkan perbedaan persentase konsentrasi Ag, dengan persentase konsentrasi Ag terbesar yang dihasilkan yaitu 98,839% pada variasi waktu pemanasan 2 jam. Unsur pengotor pada hasil XRF sampel AgNO_3 memiliki konsentrasi yang lebih dari 1%, dengan konsentrasi unsur pengotor terbesar yaitu tembaga (Cu). Hal ini yang menyebabkan sampel hasil sintesis berwarna biru. Hasil analisis XRD menunjukkan fasa AgNO_3 memiliki struktur *orthorombic*, dengan persentase fasa AgNO_3 terbesar yang dihasilkan yaitu 27,85% pada variasi waktu pemanasan 2 jam. Hasil analisis SEM-EDS sampel AgNO_3 pada variasi waktu pemanasan selama 2 jam menunjukkan sampel mengalami aglomerasi dengan ukuran butir (21,59-120,1 μm), serta persentase massa 92,68%.

Kata kunci: AgNO_3 , perak, asam nitrat, XRF, XRD, SEM-EDS.

ABSTRACT

EFFECT OF SILVER NITRATE (AgNO₃) SYNTHESIS OF HEATING TIME VARIATION USING CHEMICAL REDUCTION METHOD

By

MUHAMMAD RIZKI

Synthesis of silver nitrate using the chemical reduction method with variations in heating time for 1 hour, 2 hours and 3 hours has been successfully carried out. This study aims to determine the effect of variations in heating time on the phase structure, elemental concentration, morphology, and mass percentage of elements. The synthesis process was carried out by heating a mixture of silver and nitric acid at $T = 85\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 1 hour, 2 hours and 3 hours, then the evaporation process was carried out at $T = 125\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 10 minutes. The results of the XRF analysis on the AgNO₃ samples showed differences in the percentage of Ag concentrations, with the largest percentage of Ag concentrations produced, namely 98.839% at 2 hours of heating time variation. The impurity element in the XRF results of the AgNO₃ sample has a concentration of more than 1%, with the largest concentration of the impurity element, namely copper (Cu). This causes the synthesized sample to turn blue. The results of the XRD analysis showed that the AgNO₃ phase had an orthorhombic structure, with the largest percentage of AgNO₃ produced, namely 27.85% at 2 hours of heating time variation. The results of SEM-EDS analysis of AgNO₃ samples at various heating times for 2 hours showed that the samples experienced agglomeration with grain size (21.59-120.1 μm), and a mass percentage of 92.68%.

Keywords: AgNO₃, silver, nitric acid, XRF, XRD, SEM-EDS.

**PENGARUH VARIASI WAKTU PEMANASAN SINTESIS PERAK
NITRAT (AgNO_3) MENGGUNAKAN METODE REDUKSI KIMIA**

Oleh

MUHAMMAD RIZKI

SKRIPSI

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung**



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023**

Judul Skripsi : Pengaruh Variasi Waktu Pemanasan Sintesis Perak Nitrat (AgNO_3) Menggunakan Metode Reduksi Kimia

Nama Mahasiswa : Muhammad Rizki

Nomor Pokok Mahasiswa : 1917041012

Jurusan : Fisika


Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam




Dr. Junaidi, S.Si., M.Sc.
NIP. 198206182008121001


Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.
NIP. 196107231986031003

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA


Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T.
NIP. 198010102005011002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : Dr. Junaidi, S.Si., M.Sc.

Sekretaris : Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.

**Penguji
Bukan Pembimbing : Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.
NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 18 Juli 2023

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain dan sepengetahuan saya tidak ada karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila ada pernyataan saya yang tidak benar, maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 18 Juli 2023



Muhammad Rizki
NPM. 1917041012

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama Muhammad Rizki, dilahirkan di Bandar Lampung pada tanggal 12 Mei 2001. Penulis merupakan anak kedua dari pasangan Almarhum Bapak Muaddin dan Almarhumah Ibu Yuliana. Penulis menyelesaikan pendidikan di Taman Kanak-Kanak Assalam pada tahun 2007, dilanjutkan Sekolah Dasar Negeri (SDN) 1 Sukabumi Bandar Lampung pada tahun 2013, Sekolah Menengah Pertama Negeri (SMPN) 21 Bandar Lampung pada tahun 2016 dan Sekolah Menengah Atas Negeri (SMAN) 6 Bandar Lampung pada tahun 2019. Penulis terdaftar sebagai mahasiswa di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung melalui jalur SNMPTN tahun 2019.

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif mengikuti beberapa organisasi. Pada tahun 2019 penulis menjadi anggota magang bidang Sosial Masyarakat Himpunan Mahasiswa Fisika (Himafi) dan anggota Amar ROIS FMIPA. Pada tahun 2020 penulis menjadi anggota bidang Sains dan Teknologi Himafi. Pada tahun 2021 penulis menjadi ketua bidang Sains dan Teknologi Himafi. Penulis melaksanakan pengabdian masyarakat dengan mengikuti acara Karya Wisata Ilmiah (KWI) di Desa Tambah Dadi, Kec. Purbolinggo, Kab. Lampung Timur pada tahun 2019 dan Kuliah Kerja Nyata (KKN) Universitas Lampung di Desa Sumber Hadi, Kec. Melinting, Kab. Lampung Timur pada tahun 2022. Penulis juga melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup (DLH) Provinsi Lampung pada tahun 2022.

MOTTO

“Kelak kamu akan ingat kepada apa yang Kukatakan kepada kamu. Dan aku menyerahkan urusanku kepada Allah. Sesungguhnya Allah Maha melihat akan hamba-hamba-Nya”
(Q.S. Al-Mu'min: 44)

“Janganlah kamu berangan-angan (iri hati) terhadap apa yang telah dilebihkan Allah kepada sebagian kamu atas sebagian yang lain. Bagi laki-laki ada bagian dari apa yang mereka usahakan dan bagi perempuan (pun) ada bagian dari apa yang mereka usahakan”
(Q.S. An-Nisa: 32)

“Ketetapan Allah pasti datang, maka janganlah kamu meminta agar dipercepat”
(Q.S. An-Nahl: 1)

“Pada dasarnya takdir Allah itu selalu baik, walau terkadang perlu air mata untuk menerimanya”
(Umar bin Khattab)

“Jika tidak bisa menjadi yang pertama usahakan jangan jadi yang terakhir”
(Muhammad Rizki)

PERSEMBAHAN

Dengan penuh rasa syukur kepada Allah Subhanahu Wa Ta'ala, kupersembahkan karya ini kepada:

Kedua Orang Tuaku yang sudah tenang disurga

Alm. Ayah Muaddin dan Almh. Mamah Yuliana

Sumber kekuatan dalam hidup saya. Terima kasih yang sebesar-besarnya sudah membuat anak-anakmu kuat sampai sekarang, sehingga anakmu bisa menyelesaikan pendidikan S1 ini.

Almamater Tercinta

Universitas Lampung

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengaruh Variasi Waktu Pemanasan Sintesis Perak Nitrat (AgNO_3) Menggunakan Metode Reduksi Kimia”. Tujuan penulisan skripsi ini sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si.) Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak sehingga dapat menjadi perbaikan untuk kekurangan dalam skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat, menambah wawasan literasi keilmuan, serta rujukan untuk mengembangkan riset selanjutnya agar lebih baik dan sempurna.

Bandar Lampung, 18 Juli 2023
Penulis

Muhammad Rizki

SANWACANA

Puji syukur penulis panjatkan atas karunia yang telah dilimpahkan oleh Allah Subhanahu wa ta'ala sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Pengaruh Variasi Waktu Pemanasan Sintesis Perak Nitrat (AgNO_3) Menggunakan Metode Reduksi Kimia”**. Dalam menyelesaikan skripsi ini, penulis telah mendapatkan banyak bantuan dari berbagai pihak. Penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada:

1. Bapak Dr. Junaidi, S.Si., M.Sc. selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan, saran dan motivasi, serta ilmu yang bermanfaat selama penelitian dan penulisan skripsi.
2. Bapak Drs. Pulung Karo Karo, M.Si. selaku pembimbing kedua yang telah memberikan bimbingan, saran dan motivasi, serta ilmu yang bermanfaat kepada penulis.
3. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D. selaku penguji yang senantiasa memberikan kritik dan saran dalam penyelesaian penulisan skripsi.
4. Bapak Donni Kis Apriyanto, S.Si., M.Sc. dan Bapak Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, S.Si., M.Si. selaku pembimbing akademik yang telah banyak memberi nasihat dan juga motivasi selama menempuh pendidikan di Jurusan Fisika.
5. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
6. Seluruh Dosen Jurusan Fisika atas segala ilmu yang telah diberikan selama penulis menjadi mahasiswa di Universitas Lampung, para staff dan karyawan

Jurusan Fisika yang telah membantu memenuhi kebutuhan administrasi penulis.

7. Almarhum dan Almarhumah ayah dan mamah, Muhammad Wayudi dan adikku Muhammad Febriansyah, serta seluruh keluarga besar yang selalu memberi motivasi dan dorongan kepada penulis.
8. Teman seperjuangan Andrean Johandra, Fegi Liani, Hikmah Nurcahayaniati, dan Linda Herviana yang selalu memberikan semangat dan dukungan dalam segala kondisi.
9. Teman penelitian AgNO₃, Daffa Abdul Malik yang selalu memberikan semangat, bantuan, dan kebersamaannya selama ini.
10. Tim penelitian riset *silver nanowire*, itu Indah Pratiwi dan itu Dewi Puspitasari.
11. Teman-teman seperjuangan fisika 2019, dan keluarga besar Himafi yang telah memberi motivasi dan banyak pengalaman kepada penulis.
12. Serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah memberikan doa, motivasi, bantuan moril maupun materil kepada penulis.

Semoga Allah SWT. Senantiasa memberikan balasan atas segala kebaikan yang telah dilakukan oleh semua pihak sehingga skripsi ini dapat selesai.

Bandar Lampung, 18 Juli 2023

Penulis,

Muhammad Rizki

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	ii
ABSTRACT	iii
HALAMAN JUDUL	iv
LEMBAR PENGESAHAN	v
PENGESAHAN	vi
LEMBAR PERNYATAAN	vii
RIWAYAT HIDUP	viii
MOTTO	ix
PERSEMBAHAN	x
KATA PENGANTAR	xi
SANWACANA	xii
DAFTAR ISI	xiv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR TABEL	xviii
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Penelitian Terkait	7
2.2 Teori Dasar	12
2.2.1 Perak Nitrat (AgNO_3)	12
2.2.2 Asam Nitrat (HNO_3)	13
2.2.3 Perak (Ag)	14

2.2.4	Reduksi Kimia	16
2.3	Karakterisasi Material	17
2.3.1	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	17
2.3.2	<i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	23
2.3.3	<i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM) dan EDS	26
III. METODE PENELITIAN		
3.1	Waktu dan Tempat	30
3.2	Alat dan Bahan	30
3.3	Prosedur Penelitian	31
3.3.1	Preparasi Sampel AgNO ₃	31
3.3.2	Sintesis AgNO ₃	32
3.3.3	Evaporasi AgNO ₃	33
3.4	Diagram Alir Penelitian	34
3.5	Karakterisasi Sampel AgNO ₃	35
3.5.1	XRF (<i>X-Ray Fluorescence</i>)	35
3.5.2	XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	35
3.5.3	SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>)	35
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Pengantar	36
4.1.1	Hasil Preparasi Sampel AgNO ₃	36
4.1.2	Hasil Sintesis AgNO ₃	37
4.1.3	Hasil Evaporasi AgNO ₃	38
4.2	Hasil Karakterisasi XRF	39
4.2.1	Hasil XRF Sampel AgNO ₃	39
4.2.2	Hasil XRF Logam Perak	41
4.3	Hasil Karakterisasi XRD Pada Sampel AgNO ₃	43
4.3.1	Analisis Kualitatif XRD	43
4.3.2	Analisis Kuantitatif XRD	46
4.4	Hasil Karakterisasi SEM dan EDS Pada Sampel AgNO ₃	51
V. KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	54
5.2	Saran	55
DAFTAR PUSTAKA		56
LAMPIRAN		61

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Hasil karakterisasi XRD sampel AgNO_3	8
Gambar 2.2 Kurva perbandingan suhu dan periode kristalisasi	10
Gambar 2.3 Fotomikrograf kristal perak nitrat pada perbesaran 10x,20x,30x.....	12
Gambar 2.4 Bijih perak murni 99,99%.....	15
Gambar 2.5 Peralatan yang terbuat dari perak	16
Gambar 2.6 Metode reduksi kimia AgNO_3	17
Gambar 2.7 Proses difraksi interferensi konstruktif.....	19
Gambar 2.8 Sel unit dari 14 kisi ruang bravais	20
Gambar 2.9 Prinsip kerja XRD.....	21
Gambar 2.10 Grafik XRD dari perak nitrat murni	22
Gambar 2.11 Pola XRD gelatin/ AgNO_3 (A) Ag-NP berbasis gelatin setelah disinari UV selama 24 jam; (B) larutan gelatin (1%)	23
Gambar 2.12 Alat XRF dan bagian-bagiannya	24
Gambar 2.13 Skema SEM	27
Gambar 2.14 Analisis SEM (a) AgNO_3 (b) Nanopartikel perak	28
Gambar 3.1 Preparasi sampel AgNO_3	31
Gambar 3.2 Sintesis AgNO_3	32
Gambar 3.3 Evaporasi sampel AgNO_3	33
Gambar 3.4 Diagram alir sintesis perak nitrat (AgNO_3)	34
Gambar 4.1 a) Perak yang ditimbang; b) Perak yang telah ditimbang; c) larutan HNO_3 yang diukur volumenya; d) Perak yang telah ditambahkan larutan HNO_3	36
Gambar 4.2 a) perak dan asam nitrat yang dipanaskan b); c); d) hasil pemanasan perak nitrat 1 jam, 2 jam, 3 jam e); f); g) kristal perak nitrat dengan pemanasan 1 jam, 2 jam, 3 jam.....	37

Gambar 4.3 a) Penguapan AgNO_3 di dalam oven b) serbuk AgNO_3 hasil pemanasan selama 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.....	38
Gambar 4.4 Difraktogram sampel AgNO_3 1 jam,2 jam,3 jam.....	43
Gambar 4.5 Hasil refinement data XRD sampel AgNO_3 dengan waktu pemanasan selama a) 1 jam; b)2 jam dan c)3 jam.	47
Gambar 4.6 Hasil analisis SEM pada sampel AgNO_3 dengan waktu pemanasan 2 jam dengan perbesaran a)500x; b)1000x; c)1500x; d)2500x	51
Gambar 4.7 Hasil spektrum EDS sampel AgNO_3	53

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Perbandingan massa AgNO_3 percobaan dengan teori.....	8
Tabel 2.2 Hasil kristalisasi dengan perubahan periode kristalisasi	10
Tabel 2.3 Karakteristik AgNO_3	13
Tabel 2.4 Analisis (XRF) dari komponen Tembaga Oksida/Perak dan seng oksida/perak (ZnO/Ag) nanokomposit.....	25
Tabel 4.1 Data uji komposisi unsur pada sampel AgNO_3	39
Tabel 4.2 Data uji komposisi oksida pada sampel AgNO_3	40
Tabel 4.3 Data uji komposisi unsur pada logam perak	42
Tabel 4.4 Ukuran kristal sampel AgNO_3	46
Tabel 4.5 Persentase <i>refinement</i> data XRD sampel AgNO_3	48
Tabel 4.6 Persentase fasa sampel AgNO_3	48
Tabel 4.7 Parameter sel sampel AgNO_3	50
Tabel 4.8 Volume unit sel sampel AgNO_3	50
Tabel 4.9 Komposisi kimia sampel AgNO_3 (2 jam) pada hasil EDS	52

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Salah satu elemen yang terbentuk secara alami pada kerak bumi yaitu logam, diperkirakan banyaknya logam yang ada pada kerak bumi berjumlah 4%, beberapa contoh logam yang dapat ditemui diantaranya rutenium (Ru), rodium (Rh), paladium (Pd), perak (Ag), osmium (Os), iridium (Ir), platina (Pt), emas (Au) dan lain sebagainya. Logam memiliki sifat penghantar panas yang baik, dapat ditempa, kuat, dan tahan korosi sehingga beberapa logam memiliki harga yang cukup mahal (Irwandy, 2013). Diantara beberapa logam yang dapat kita temui, perak adalah logam yang banyak diminati oleh masyarakat. Perak merupakan logam berwarna putih, mengkilap, lembut, dan dapat ditempa dengan antaran listrik dan suhu yang tinggi (Lestari, 2004). Perak memiliki keunggulan dibandingkan dengan logam lain yaitu perak memiliki kapasitas yang baik untuk dileburkan dengan logam lain, bahkan perak digunakan sebagai campuran pengganti timah karena perak tidak menyebabkan polusi lingkungan. Perak memiliki daya resistansi rendah terhadap aliran listrik, sehingga banyak juga digunakan untuk bahan pembuat alat-alat listrik. Perak juga merupakan unsur yang dapat menyerap dan penghantar panas yang baik, perak memiliki warna yang tahan lama, kecuali bila terkena polusi udara. Perak juga memiliki harga yang relatif lebih murah dibandingkan emas dan perak memiliki sifat konduktivitas listrik dan termal yang tinggi dibandingkan logam lain, perak juga lebih mudah ditemukan dibandingkan logam lain (Nuryanto, 2013).

Beberapa bahan kimia yang dapat dibuat dari bahan utama perak seperti perak nitrat (AgNO_3), perak klorida (AgCl), perak sulfida (Ag_2S), dan perak oksida (Ag_2O). Perak nitrat merupakan senyawa yang terbentuk dari perak dan asam nitrat (HNO_3).

Perak nitrat memiliki beberapa keunggulan dibandingkan senyawa lain seperti dapat berguna sebagai prekursor untuk senyawa perak lain. Selain itu, keunggulan dari senyawa perak nitrat yaitu senyawa yang relatif stabil terhadap cahaya dan bisa larut dalam banyak pelarut seperti air, dibandingkan senyawa perak klorida yang memiliki sifat sulit larut dalam air. Senyawa perak nitrat juga lebih tidak sensitif terhadap sinar matahari dibandingkan dengan perak sulfida yang merupakan senyawa hasil penggabungan antara perak dan belerang (S) yang memiliki sifat sensitif terhadap sinar matahari (Yanti dan Astuti, 2018). Selain itu perak nitrat memiliki titik lebur pada suhu 212 °C, sedangkan perak oksida yang merupakan senyawa hasil penggabungan antara perak dan oksigen (O₂) dapat melebur pada suhu di atas 280 °C, sehingga pada penelitian ini perak oksida kurang cocok untuk digunakan, dan perak nitrat lebih cocok digunakan karena memiliki beberapa keunggulan dibandingkan senyawa perak lainnya. Perak nitrat dapat diaplikasikan menjadi, pelapis antibakteri, deteksi kalsium dalam sampel jaringan, lapisan tipis, penghambat aktivitas mikroba dan lainnya (Shiltagh *et al.*, 2020). Perak nitrat dapat dibuat dengan metode reduksi kimia dengan melarutkan perak ke dalam asam nitrat pekat yang dipanaskan, kemudian diuapkan dan dikristalkan sehingga berbentuk kristal (Özmetin *et al.*, 2001).

Metode reduksi kimia merupakan metode yang cukup sederhana, hanya dengan merendam perak dalam asam nitrat, maka akan dihasilkan perak nitrat. Proses pembuatannya dimulai dengan menyiapkan perak, selanjutnya meletakkan labu erlenmeyer di atas *hot plate* yang sudah berisi perak dan asam nitrat kemudian panaskan larutan sampai terlihat perak benar-benar mulai menggelembung. Selama proses ini akan keluar asap hasil pemanasan, yang menyebabkan kesulitan untuk dapat melihat proses yang terjadi. Kecilkan api saat reaksi berlanjut agar larutan tidak mendidih. Tunggu sampai perak benar-benar larut. Proses ini dapat memakan waktu beberapa jam tergantung pada seberapa besar keping perak yang digunakan. Saat perak benar-benar larut, angkat wadah dari *hot plate*. Saat larutan mendingin, perak nitrat akan mengendap dari larutan dan akan terlihat di bagian dasar labu erlenmeyer. Setelah beberapa hari, larutan yang tersisa akan menguap dan akan

meninggalkan kristal perak nitrat. Kristal yang terbentuk adalah AgNO_3 murni dan harus disimpan dalam wadah kedap udara yang jauh dari cahaya (Ruff *et al.*, 2021).

Beberapa peneliti telah melakukan penelitian untuk sintesis perak nitrat, Özmetin *et al.* (2001) telah melakukan penelitian tentang kristalisasi perak nitrat dari larutan perak nitrat jenuh dalam asam nitrat. Pengaruh periode kristalisasi pada kualitas kristal diselidiki dengan variasi waktu pendinginan 60, 120, 180, 240 menit, dan kecepatan pengadukan yang tetap pada 500 rpm. Pada penelitian ini larutan perak nitrat diperoleh dari pemanasan pada suhu $70\text{ }^\circ\text{C}$ dengan penguapan di ruang vakum, dan perak nitrat kemudian dikristalkan dengan pendinginan dalam wadah. Hasil kristal yang diperoleh menunjukkan bahwa yang paling homogen dan paling teratur adalah kristal pada kecepatan pengadukan 500 rpm untuk periode 240 menit.

Addiin dan Yamtinah (2016) telah melakukan penelitian tentang proses pembuatan perak nitrat (AgNO_3) teknis dari limbah penyepuhan perak, proses elektrolisis dilakukan pada tegangan 3 V selama 1 jam. Berdasarkan hasil analisis menggunakan JCPDS diketahui sampel merupakan AgNO_3 yang masih mengandung senyawa Ag_2O dan logam Ag. Adanya senyawa Ag_2O pada sampel dapat disebabkan karena lama waktu proses kristalisasi yang kurang serta konsentrasi dari larutan asam nitrat yang digunakan kurang pekat. Selain itu, sampel yang dikarakterisasi diambil dengan menggunakan spatula sehingga dimungkinkan Ag_2O yang ada pada sampel terbawa saat analisis dilakukan.

Yunchao *et al.* (2013) telah melakukan penelitian untuk membuat perak nitrat dengan kemurnian tinggi, penelitian ini dilakukan dengan mencampurkan perak dengan larutan asam nitrat yang memiliki konsentrasi sebesar 65-68% dengan perbandingan perak dan asam nitrat sebesar 1 : 1,1-1,5, dengan suhu pemanasan yaitu dilakukan pada rentang 80 sampai $90\text{ }^\circ\text{C}$. Proses pemanasan ini dilakukan selama 1 sampai 3 jam, setelah itu proses pemanasan dihentikan kemudian didiamkan pada suhu ruang dan menghilangkan sisa asam nitrat yang tidak perlu. Sebelum ditimbang perak nitrat di oven pada suhu $125\text{ }^\circ\text{C}$ untuk dilakukan

penguapan (Richards, 1907). Kemudian didapatkan perak nitrat dengan kandungan ion logam pengotor dibawah 10 *part per billion* (ppb).

Hennenkamp *et al.* (1997) telah melakukan penelitian untuk memproduksi kristal perak nitrat dengan proses penguapan yang terus menerus pada *crystallizer*, pada penelitian ini dilakukan proses kristalisasi sekitar 1 jam sampai 3 jam, pada proses ini didapatkan hasil kristal yang lebih baik yaitu memiliki ukuran kristal yang lebih kecil, kristal perak nitrat yang dihasilkan memiliki ukuran dalam kisaran 70 μm sampai 1000 μm dan dengan ukuran partikel rata-rata 200 μm sampai 600 μm . Pada penelitian ini dihasilkan kristal perak nitrat yang memiliki ukuran dan morfologi yang lebih teratur serta memiliki struktur yang sesuai dengan perak nitrat yaitu orthorombik .

Berdasarkan uraian diatas, maka akan dilakukan penelitian dengan judul pengaruh variasi waktu pemanasan sintesis perak nitrat menggunakan metode reduksi kimia, penelitian ini akan menggunakan variasi waktu pemanasan yaitu selama 1 jam, 2 jam, dan 3 jam, dan dilakukan pemanasan pada suhu 85 °C. Penelitian ini dilakukan melalui empat tahap yaitu preparasi, sintesis, evaporasi dan karakterisasi perak nitrat. Karakterisasi perak nitrat menggunakan *X-Ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa, struktur kristal dan ukuran kristal, *X-Ray fluorescence* (XRF) untuk mengetahui unsur pada sampel AgNO_3 dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi dan persen massa unsur.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. Bagaimana sintesis perak nitrat menggunakan metode reduksi kimia dengan waktu pemanasan 1 jam, 2 jam dan 3 jam?.
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu pemanasan terhadap komposisi unsur yang terkandung pada sampel AgNO_3 ?
3. Bagaimana pengaruh variasi waktu pemanasan terhadap karakteristik struktur sampel AgNO_3 ?

4. Bagaimana morfologi dan persentase massa unsur yang terkandung pada sampel AgNO_3 ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini sebagai berikut:

1. Mengetahui sintesis perak nitrat menggunakan metode reduksi kimia.
2. Mengetahui pengaruh variasi waktu pemanasan terhadap komposisi unsur yang terkandung pada sampel AgNO_3 .
3. Mengetahui pengaruh variasi waktu pemanasan terhadap karakteristik struktur sampel AgNO_3 .
4. Mengetahui morfologi dan persentase massa unsur yang terkandung pada sampel AgNO_3 .

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. Waktu pemanasan sampel AgNO_3 selama 1 jam, 2 jam dan 3 jam.
2. Perak nitrat disintesis dengan suhu pemanasan 85°C .
3. Menggunakan asam nitrat (HNO_3) dengan konsentrasi 68%.
4. Analisis struktur, morfologi dan komposisi unsur melalui karakterisasi XRD, SEM dan XRF.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. Memberikan informasi tentang pengaruh waktu pemanasan sintesis perak nitrat (1 jam, 2 jam dan 3 jam) terhadap karakteristik struktur, morfologi dan komposisi unsur sampel AgNO_3 .
2. Hasil penelitian sintesis perak nitrat dapat dijadikan referensi untuk penelitian selanjutnya dalam upaya pengembangan dan pemanfaatan untuk menghasilkan

perak nitrat dengan kemurnian tinggi dan pengaplikasiannya dibidang nanomaterial.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Penelitian Terkait

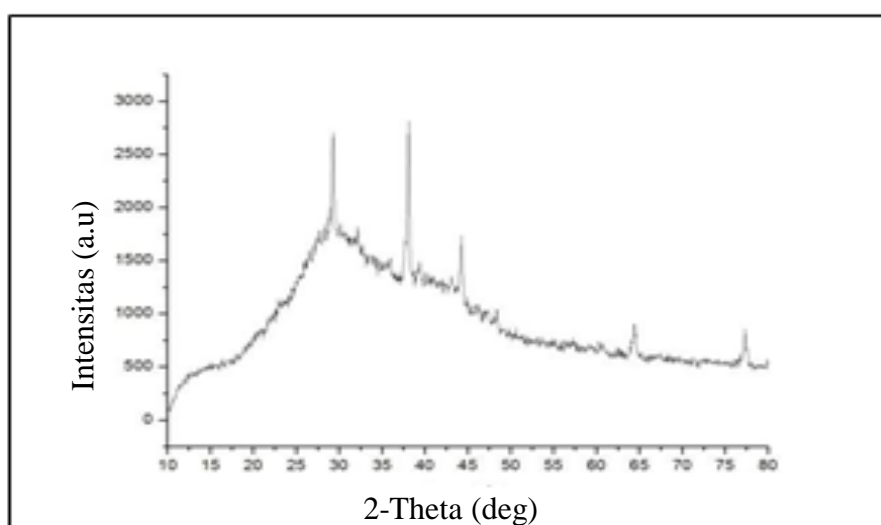
Beberapa peneliti telah melakukan penelitian untuk sintesis perak nitrat (AgNO_3) masing-masing mempunyai karakteristik yang berbeda. Beberapa diantaranya dijadikan sebagai dasar untuk mendukung pelaksanaan penelitian ini.

Addiin dan Yamtinah (2016) telah melakukan penelitian tentang proses pembuatan perak nitrat (AgNO_3) teknis dari limbah penyepuhan perak, penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh luas penampang elektroda yang digunakan saat proses elektrolisis dan mengetahui proses pembuatan AgNO_3 dari limbah penyepuhan perak. Proses pembuatan AgNO_3 teknis dari limbah penyepuhan perak dimulai dari elektrolisis limbah penyepuhan perak dengan variasi luas penampang elektroda yang digunakan yaitu ukuran kecil, sedang, dan besar yang dihubungkan dengan tegangan 3 V selama 1 jam. Logam perak yang terdeposisi direaksikan dengan larutan asam nitrat pekat, selanjutnya dilakukan proses analisis pendahuluan yang dilakukan untuk mengetahui apakah kristal yang diperoleh merupakan senyawa AgNO_3 . Setelah diketahui hasil sementara bahwa senyawa yang terbentuk merupakan AgNO_3 maka dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Setelah dilakukan elektrolisis dan kristalisasi maka didapatkan hasil perbandingan massa AgNO_3 yang terbentuk dari percobaan maupun secara perhitungan teori seperti pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Perbandingan massa AgNO_3 percobaan dengan teori (Addiin dan Yamtinah, 2016).

Elektroda	Massa AgNO_3 (g)		Tingkat kemurnian AgNO_3 (%)	
	Teori	Percobaan	Teori	Percobaan
E _b I	0,4164	0,0652	0,8330	0,1304
E _b II	0,2312	0,0445	0,4624	0,0890
E _S I	0,2941	0,0256	0,5882	0,0512
E _S II	0,1156	0,0297	0,2312	0,0594
E _K I	0,1105	0,0171	0,2210	0,0342
E _K II	0,1020	0,0148	0,2049	0,0360

Dari Tabel 2.1 terdapat perbedaan hasil yang diperoleh dari percobaan dengan teori. Perbedaan hasil tersebut dapat disebabkan oleh beberapa hal yang terjadi saat proses elektrolisis maupun kristalisasi. Pada proses elektrolisis diketahui terdapat pengaruh PH (Basuki *et al.*, 2009) dan konsentrasi elektrolit (Widodo dan Rahmiati, 2009). Selain itu, suhu yang kurang dikontrol pada saat penelitian juga menjadi penyebab bisa terbentuk perak oksida (Ag_2O) yang menjadi salah satu faktor kurang terbentuknya AgNO_3 . Pada penelitian ini, kristalisasi dilakukan dari larutan cair, sehingga pembuatan senyawa AgNO_3 dapat dilakukan pada suhu rendah. Oleh karena itu, kristalisasi dijaga pada suhu yang stabil pada ketiga sampel sehingga tidak terbentuk zat lain yang tidak diinginkan misalnya seperti Ag_2O .



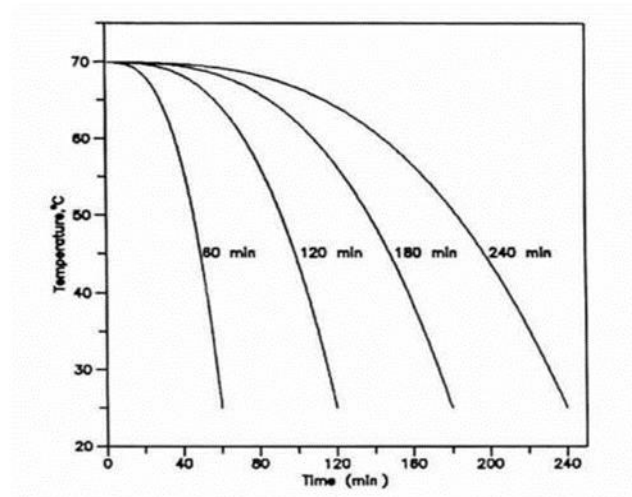
Gambar 2.1 Hasil Karakterisasi XRD Sampel AgNO_3 (Addiin dan Yamtinah, 2016).

Untuk mengetahui apakah hasil yang didapatkan merupakan senyawa AgNO_3 maka dilakukan karakterisasi XRD dengan membandingkan difraktogram XRD seperti pada Gambar 2.1 dengan *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS), diketahui puncak pertama sampel pada sudut $29,3452$ bersesuaian dengan puncak dari senyawa AgNO_3 pada sudut $29,617$. Puncak kedua sampel pada sudut $38,115$ bersesuaian dengan puncak senyawa Ag_2O pada sudut $38,397$ (Aziz, 2016), sedangkan puncak ketiga, keempat, serta kelima sampel secara berturut-turut pada sudut $44,24$; $64,36$; $77,32$ bersesuaian dengan puncak logam perak (Ag) pada sudut $44,56$; $64,76$; $77,7$ (Bungan *et al.*, 2021). Berdasarkan hasil analisis menggunakan JCPDS diketahui sampel merupakan AgNO_3 yang masih mengandung senyawa Ag_2O dan logam Ag. Adanya senyawa Ag_2O pada sampel dapat disebabkan karena lama waktu proses kristalisasi yang kurang serta konsentrasi dari larutan asam nitrat yang digunakan kurang pekat. Selain itu, sampel yang dikarakterisasi diambil dengan menggunakan spatula sehingga dimungkinkan Ag_2O yang ada pada sampel terbawa saat analisis dilakukan.

Ruff *et al.* (2021) telah melakukan penelitian tentang pembuatan AgNO_3 dengan menggunakan metode reduksi kimia, penelitian ini menggunakan asam nitrat pekat (70%), gelas beaker, sepotong perak murni, kawat aluminium, dan *hot plate*. Kemudian meletakkan potongan perak yang diikat dengan kawat aluminium didalam asam nitrat. Setelah semuanya siap, cukup rendam perak dalam asam nitrat. Pada saat direndam, maka akan terlihat beberapa gelembung saat reaksi dimulai, meletakkan gelas piala di atas *hot plate* dan panaskan larutan sampai terlihat perak benar-benar mulai menggelembung. Selama proses ini akan keluar asap hasil pemanasan, yang menyebabkan kesulitan untuk dapat melihat proses yang terjadi. Kecilkan api saat reaksi berlanjut agar larutan tidak mendidih. Tunggu sampai perak benar-benar larut. Proses ini dapat memakan waktu beberapa jam tergantung pada seberapa besar keping perak yang digunakan. Saat perak benar-benar larut, angkat wadah dari *hot plate*. Saat larutan mendingin, perak nitrat akan mengendap dari larutan dan akan terlihat di bagian dasar gelas piala. Setelah beberapa hari, larutan yang tersisa akan menguap dan akan meninggalkan kristal perak nitrat.

Kristal yang terbentuk adalah AgNO_3 murni dan harus disimpan dalam wadah kedap udara yang jauh dari cahaya.

Özmetin *et al.* (2001) telah melakukan penelitian tentang kristalisasi perak nitrat dari larutan perak nitrat jenuh dalam asam nitrat. Pengaruh periode kristalisasi pada kualitas kristal diselidiki dengan variasi waktu pendinginan 60, 120, 180, 240 menit, dan kecepatan pengadukan yang tetap pada 500 rpm. Kurva saat kristalisasi ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Kurva perbandingan suhu dan periode kristalisasi (Özmetin *et al.*, 2001).

Hasil kristalisasi dengan perubahan periode kristalisasi yang menunjukkan bahwa hasil meningkat dengan meningkatnya periode seperti terlihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Hasil kristalisasi dengan perubahan periode kristalisasi (Özmetin *et al.*, 2001)

Periode Kristalisasi (menit)	Kecepatan pengadukan (rpm)	Tingkat Kemurnian AgNO_3 (%)
60	500	91,233
120	500	93,570
180	500	94,978
240	500	96,110

Pada penelitian ini larutan perak nitrat diperoleh dari pemanasan pada suhu 70 °C dengan penguapan di ruang vakum, dan perak nitrat kemudian dikristalkan dengan pendinginan dalam wadah. Hasil kristal yang diperoleh menunjukkan bahwa yang paling homogen dan paling teratur adalah kristal pada kecepatan pengadukan 500 rpm untuk periode 240 menit.

Yunchao *et al.* (2013) telah melakukan penelitian untuk membuat perak nitrat dengan kemurnian tinggi, penelitian ini dilakukan dengan mencampurkan perak dengan larutan asam nitrat yang memiliki konsentrasi sebesar 65-68% dengan perbandingan perak dan asam nitrat sebesar 1 : 1,1-1,5, dengan suhu pemanasan yaitu dilakukan pada rentang 80 sampai 90 °C. Proses pemanasan ini dilakukan selama 1 sampai 3 jam, setelah itu proses pemanasan dihentikan kemudian didiamkan pada suhu ruang dan menghilangkan sisa asam nitrat yang tidak perlu. Sebelum ditimbang perak nitrat di oven pada suhu 125 °C untuk dilakukan penguapan (Richards, 1907). Kemudian didapatkan perak nitrat dengan kandungan ion logam pengotor dibawah 10 ppb.

Hennekamp *et al.* (1997) telah melakukan penelitian untuk memproduksi kristal perak nitrat dengan proses penguapan yang terus menerus pada *crystallizer*, pada penelitian ini dilakukan proses kristalisasi sekitar 1 jam sampai 3 jam, pada proses ini didapatkan hasil kristal yang lebih baik yaitu memiliki ukuran kristal yang lebih kecil, kristal perak nitrat yang dihasilkan memiliki ukuran dalam kisaran 70 µm sampai 1000 µm dan dengan ukuran partikel rata-rata 200 µm sampai 600 µm. Pada penelitian ini dihasilkan kristal perak nitrat yang memiliki ukuran dan morfologi yang lebih teratur serta memiliki struktur yang sesuai dengan perak nitrat yaitu ortorombik seperti pada Gambar 2.3.

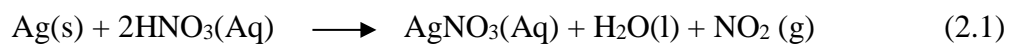


Gambar 2.3 Fotomikrograf kristal perak nitrat pada perbesaran 10x, 20x, dan 30x (Hennenkamp *et al.*, 1997).

2.2 Teori Dasar

2.2.1 Perak Nitrat (AgNO_3)

Perak nitrat (AgNO_3) merupakan bahan kimia yang berguna untuk banyak eksperimen termasuk deteksi halida, presipitasi halogen dan perak cermin. Perak nitrat mempunyai harga yang cukup mahal, tetapi kita dapat membuatnya sendiri di rumah dengan harga lebih murah dengan melarutkan perak ke dalam asam nitrat. Reaksi ini menghasilkan asap yang berbahaya, jadi kita harus berhati-hati dan memakai peralatan pelindung yang tepat selama proses berlangsung (Ruff *et al.*, 2021). AgNO_3 adalah senyawa logam yang berasal dari logam perak (Ag) yang direaksikan dengan larutan asam nitrat pekat (HNO_3) yang bereaksi berdasarkan Persamaan (2.1) (Svehla, 1979).



Perak nitrat adalah hasil reaksi kimia dari perak dan larutan HNO_3 . Perak nitrat dihasilkan dari proses peleburan perak logam melalui proses kristalisasi. Pada perak nitrat dibutuhkan tingkat kemurnian yang tinggi, terutama pada penggunaan reaksi kimia (Özmetin *et al.*, 2001).

Perak nitrat (AgNO_3) merupakan butiran yang mempunyai sifat tembus cahaya, mudah larut dalam air, alkohol dan lain sebagainya. Perak nitrat mudah terurai pada

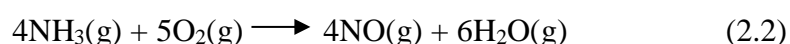
suhu yang cukup tinggi dan dapat dibuat dengan melarutkan perak ke dalam asam nitrat pekat dan dipanaskan, kemudian diuapkan dan dikristalkan sehingga berbentuk kristal. Adapun karakteristik AgNO_3 seperti pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Karakteristik AgNO_3 (Amri *et al.*, 2020).

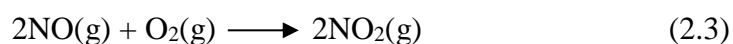
Rumus molekul	AgNO_3
Berat molekul	169,88 gram/mol
Penampilan	Kristal Putih
Bau	Tidak Bau
Massa jenis	4,352 gram/cm ³
Titik lebur	212 °C
Titik didih	444 °C
Sifat karakteristik	Kristal jernih, larut dalam air, korosif

2.2.2 Asam Nitrat (HNO_3)

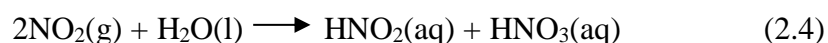
Asam nitrat (HNO_3) adalah salah satu asam anorganik yang paling penting. Asam ini digunakan dalam produksi pupuk, zat warna, obat-obatan dan bahan peledak. Bahan dasar pembuatan asam nitrat adalah amonia dan molekul oksigen yang dipanaskan dan diberi katalis platina-rodium sampai sekitar 800 °C seperti Persamaan (2.2).



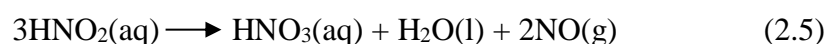
Nitrogen monoksida (NO) yang terbentuk mudah teroksidasi (tanpa katalis) menjadi nitrogen dioksida seperti pada Persamaan (2.3).



Ketika dilarutkan di dalam air, nitrogen dioksida membentuk asam nitrit dan asam nitrat seperti pada Persamaan (2.4).



Ketika dilakukan pemanasan, asam nitrit berubah menjadi asam nitrat seperti pada Persamaan (2.5).



Nitrogen monoksida yang dihasilkan dapat didaur ulang untuk menghasilkan nitrogen dioksida pada tahap selanjutnya (Chang, 2005).

National Fire Protection Association Hazard Identification (2017) menjelaskan bahwa asam nitrat dapat menyebabkan suatu benda menjadi mudah terbakar seperti kayu, kertas, kapas, wol, kain, minyak dan lainnya. Sehingga benda-benda tersebut dapat dengan mudah terbakar jika terkena api. Asam nitrat memiliki konduktivitas listrik yang sangat tinggi. Asam nitrat dapat bereaksi dengan banyak logam, terutama dalam bentuk bubuk, untuk membentuk gas hidrogen yang sangat mudah terbakar. Asam nitrat juga menghasilkan panas ketika dicampur dengan air.

2.2.3 Perak (Ag)

Perak merupakan logam berwarna putih, mengkilap dan dapat ditempa dengan antaran listrik dan suhu yang tinggi. Perak dapat bereaksi dengan sulfur dan hidrogen sulfida (H_2S) yang akan menghitamkan permukaan perak. Perak digunakan sebagai perhiasan dan bahan koin, juga untuk *electroplating*. Perak jenis halida dapat digunakan untuk keperluan fotografi (Lestari, 2004).

Perak tersebar luas di alam, perak secara alami dapat ditemukan di alam dalam bentuk bijih murni. Perak memiliki nomor atom 47 dan berat atom 107,880 Da. Perak memiliki konfigurasi elektron pada keadaan dasar yaitu $4d^{10} 5s^1$. Perak bersifat diamagnetik, unsur perak memiliki konduktivitas listrik tertinggi ($1,59 S m^{-1}$ pada suhu $20\text{ }^{\circ}C$), konduktivitas termal ($429 W m^{-1} K^{-1}$), memiliki reflektifitas optik yang cukup baik daripada logam lain, memiliki resistivitas listrik yang rendah, dan memiliki kalor jenis sebesar $0,23 J kg^{-1} K^{-1}$ pada suhu $25\text{ }^{\circ}C$. Titik leleh dan titik didih perak masing-masing adalah $961,9\text{ }^{\circ}C$ dan $2212\text{ }^{\circ}C$. Panas peleburan perak adalah $11,28 kJ mol^{-1}$, dan tingkat kekerasannya yaitu 2,7 skala Mohs (Li and Bi, 2018).

Logam perak biasanya digunakan sebagai perhiasan, pelapis logam (*coating*) dan mata uang. Penggunaan lainnya untuk membuat campuran logam (*alloy*), campuran keramik, fotografi, industri kimia, obat-obatan, alat listrik.

Sifat-sifat perak antara lain.

- a. Logam perak bersifat lunak, sehingga mudah dibentuk, dapat dicetak dan berwarna mengkilat.
- b. Memiliki berat jenis sebesar $10,5 \text{ Nm}^{-3}$ dan titik cair $960 \text{ }^\circ\text{C}$.
- c. Memiliki daya hantar listrik yang tinggi, dengan hambatan jenis sebesar $0,016 \text{ }\Omega\text{m}$.
- d. Sulit teroksidasi.

Perak adalah logam berwarna putih yang telah dikenal sejak 4000 tahun sebelum masehi. Memiliki simbol kimia yaitu Ag, yang berasal dari nama latin *argentum*, yang berasal dari bahasa Yunani yaitu *argos* yang berarti cerah. Tidak seperti kebanyakan logam, perak kadang-kadang ditemukan sebagai bentuk logam unsur yang ada di alam. Hal ini juga ditemukan pada kombinasi belerang di dalam argentit mineral. Bijih perak murni dapat dilihat seperti pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Bijih perak murni 99,99% (Wajrak and Tim, 1979).

Peralatan yang terbuat dari perak dan memiliki umur yang sudah tua, kemungkinan besar peralatan tersebut telah kehilangan kilauannya dan menyebabkan lapisan hitam yang membuat perak menjadi kusam. Hal ini disebabkan oleh hasil interaksi perak dengan senyawa yang mengandung belerang di atmosfer. Warna hitam yang muncul merupakan perak sulfida (Ag_2S).



Gambar 2.5 Peralatan yang terbuat dari perak (Wajrak *and* Tim, 1979).

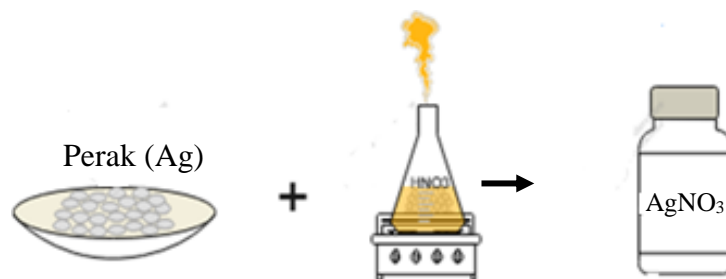
Pada Gambar 2.5 terlihat bahwa peralatan yang terbuat dari perak jika memiliki umur yang sudah tua maka peralatan tersebut akan berubah warna, dan tidak lagi berwarna mengkilap, hal ini disebabkan oleh hasil interaksi perak dengan senyawa yang mengandung belerang di atmosfer.

Perak dapat diaplikasikan dalam bidang medis, seperti digunakan dalam pembalut luka, krim, atau sebagai lapisan antibiotik pada beberapa perangkat medis, bahkan dapat digunakan untuk membersihkan luka pada kulit serta untuk meredakan pendarahan. Perak juga dapat diaplikasikan dalam fotografi, ketika senyawa perak halida terkena cahaya, maka logam perak akan mengalami perubahan menjadi partikel kecil, seiring perkembangan zaman partikel ini dapat dibuat menjadi ukuran yang lebih besar sehingga dapat menyebabkan senyawa menjadi gelap. Dengan demikian, area foto yang terkena cahaya menjadi gelap, membentuk citra yang kemudian akan menghasilkan sebuah gambar (Wajrak *and* Tim, 1979).

2.2.4 Reduksi Kimia

Nanopartikel perak dapat diperoleh dengan beberapa metode, seperti metode reduksi kimia, elektrokimia, fotokimia, dan sonokimia. Metode yang paling sering digunakan yaitu metode reduksi kimia, beberapa faktor yang membuat metode tersebut terkenal adalah karena faktor kemudahan, biaya yang relatif murah dan dimungkinkan untuk dapat diproduksi dalam skala besar. Metode reduksi kimia

untuk memperoleh nanopartikel perak bisa dilakukan menggunakan garam perak oleh natrium sitrat atau natrium borohidrat (Yanti *et al.*, 2021).



Gambar 2.6 Metode reduksi kimia AgNO_3 (Ruff *et al.*, 2021).

Gambar 2.6 merupakan metode reduksi kimia yang cukup sederhana, hanya dengan merendam perak dalam asam nitrat, maka akan dihasilkan perak nitrat. Proses pembuatannya dimulai dengan menyiapkan perak, selanjutnya meletakkan gelas piala di atas *hot plate* yang sudah berisi perak dan asam nitrat kemudian panaskan larutan sampai terlihat perak benar-benar mulai menggelembung. Selama proses ini akan keluar asap hasil pemanasan, yang menyebabkan kesulitan untuk dapat melihat proses yang terjadi. Kecilkan api saat reaksi berlanjut agar larutan tidak mendidih. Tunggu sampai perak benar-benar larut. Proses ini dapat memakan waktu beberapa jam tergantung pada seberapa besar keping perak yang digunakan. Saat perak benar-benar larut, angkat wadah dari *hot plate*. Saat larutan mendingin, perak nitrat akan mengendap dari larutan dan akan terlihat di bagian dasar gelas piala. Setelah beberapa hari, larutan yang tersisa akan menguap dan akan meninggalkan kristal perak nitrat. Kristal yang terbentuk adalah AgNO_3 murni dan harus disimpan dalam wadah kedap udara yang jauh dari cahaya (Ruff *et al.*, 2021).

2.3. Karakterisasi Material

2.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X atau XRD adalah metode analisis yang memanfaatkan interaksi antara sinar-X dengan atom yang tersusun dalam sebuah sistem kristal. Analisis XRD adalah contoh analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan

suatu senyawa dengan mengamati pola pembiasan cahaya oleh berkas cahaya yang dibiaskan oleh material yang memiliki susunan atom pada kisi kristalnya (Setiabudi *et al.*, 2012). Prinsip dasar difraksi adalah terpenuhinya hukum bragg seperti pada Persamaan (2.6).

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (2.6)$$

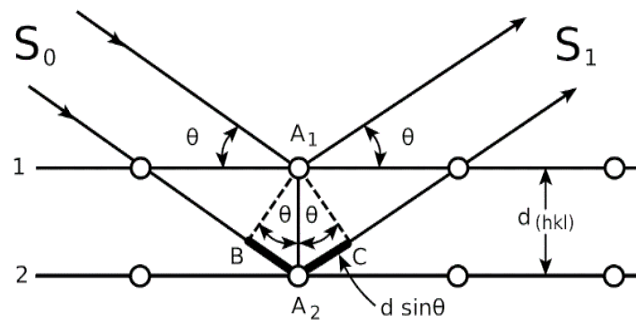
dengan d adalah jarak antar bidang kristal dalam angstrom, θ adalah sudut difraksi dalam derajat dan λ adalah panjang gelombang sinar-X dalam nanometer (Pratapa, 2009).

Dengan melihat puncak pada kurva difraksi masing-masing bidang kristal pada posisi 2θ (rad), kita dapat melihat nilai pelebaran kurva setengah puncak difraksi *full-width half-maximum* (FWHM), kemudian dengan nilai tersebut dimasukkan kedalam persamaan *Scherrer* untuk menentukan besar ukuran suatu kristal seperti pada Persamaan (2.7).

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.7)$$

dengan K adalah tetapan *Scherrer* ($K = 0,9$), λ adalah panjang gelombang sinar-X dalam nanometer, β adalah FWHM dalam radian, L adalah ukuran kristal dalam nanometer. Dipilih puncak-puncak difraksi yang memiliki intensitas tertinggi. Nilai estimasi ukuran kristal dihitung dengan merata-ratakan nilai ukuran kristal setiap bidang kristal yang telah dipilih (Astuti dan Hashim, 2015).

Menurut hukum bragg, jika sinar datang mengenai bidang yang tersusun secara parallel dan berjarak d satu sama lain maka terdapat kemungkinan bahwa sinar yang datang akan dipantulkan kembali oleh bidang dan saling berinterferensi secara konstruktif sehingga menghasilkan penguatan terhadap sinar pantul yang menyebabkan terjadinya difraksi. Panjang gelombang lintasan berkas cahaya $n\lambda_{AB} = 2d \sin\theta$, yang selanjutnya dikenal sebagai hukum bragg, seperti yang terlihat pada Gambar 2.7.

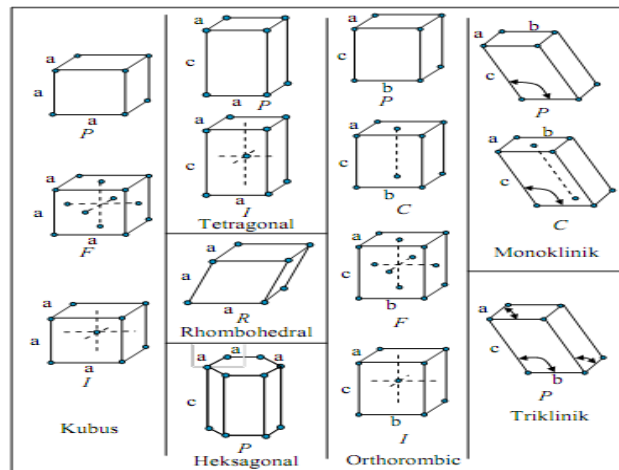


Gambar 2.7 Proses difraksi interferensi konstruktif (Setiabudi *et al.*, 2012).

Kisi ruang pada kristal merupakan susunan titik dalam ruang tiga dimensi yang memiliki bentuk identik antara satu dan lainnya, untuk semua kristal, terdapat tujuh susunan sel unit. Ketujuh sel unit tersebut dinamakan sel unit bravais yang terdiri dari

- Sistem triklinik memiliki 1 jumlah kisi dengan sudut sel konvensional $\alpha \neq \beta \neq \gamma$.
- Sistem monoklinik memiliki 2 jumlah kisi dengan sudut sel konvensional $\alpha = \gamma \neq \beta$.
- Sistem orthorhombik memiliki 4 jumlah kisi dengan sudut sel konvensional $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$.
- Sistem tetragonal memiliki 2 jumlah kisi dengan sudut sel konvensional $\alpha = \beta \neq \gamma = 90^\circ$.
- Sistem kubik (kubus) memiliki 3 jumlah kisi dengan sudut sel konvensional $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$.
- Sistem heksagonal memiliki 1 jumlah kisi dengan sudut sel konvensional $\alpha = \beta = 120^\circ, \gamma = 90^\circ$.
- Sistem rhombohedral memiliki 1 jumlah kisi dengan sudut sel konvensional $\alpha = \beta = \gamma < 120^\circ, \neq 90^\circ$.

Dalam sistem kristal terdapat beberapa jenis kisi, diantaranya *simple*, *body-centered*, *face-centered*, dan *side centered* (Astra, 2015). Beberapa jenis kisi kristal dapat dilihat seperti pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Sel unit dari 14 kisi ruang bravais (Setiabudi *et al.*, 2012).

Prinsip kerja difraksi sinar-X yaitu ketika seberkas sinar yang dihasilkan dalam tabung sinar-X memasuki sampel melalui serangkaian celah pada logam bernomor atom tinggi seperti molibdenum atau tantalum. Celah logam ini digunakan untuk menyelaraskan berkas sinar-X. Setelah difraksi oleh sampel, berkas ini melewati serangkaian celah lain. Celah anti-hambur mengurangi radiasi latar dan meningkatkan rasio puncak dengan latar dengan cara memastikan bahwa detektor hanya dapat menerima sinar-X hanya dari area spesimen. Berkas yang melewati celah penerima akan menjadi konvergen. Konvergensi sinar menentukan lebar berkas yang mencapai detektor. Peningkatan lebar celah akan menyebabkan meningkatnya intensitas pantulan maksimum dari pola difraksi. Puncak difraksi atau refleksi pada pola difraksi sesuai dengan sinar-X yang didifraksikan dari bidang kristal tertentu. Setiap puncak memiliki intensitas atau ketinggian yang berbeda, yang sebanding dengan jumlah foton sinar-X atau energi spesifik yang dihitung oleh detektor pada setiap sudut 2θ . Posisi puncak difraksi tergantung pada struktur kristal bahan sampel, terutama bentuk dan ukuran sampel. Posisi ini juga dapat dipengaruhi oleh panjang gelombang sinar-X yang digunakan. (Warren, 1969). Prinsip kerja XRD dapat dilihat seperti pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Prinsip kerja XRD (Warren, 1969).

Teknik karakterisasi XRD dilakukan untuk memperoleh informasi terkait:

- a. Informasi struktur kristal zat padat termasuk geometri dan konstanta kisi.
- b. Ukuran kristal.
- c. Orientasi kristal tunggal maupun polikristal.
- d. Fasa yang terbentuk baik dari sintesis material maupun reaksi kimia.
- e. Identifikasi material yang belum diketahui.

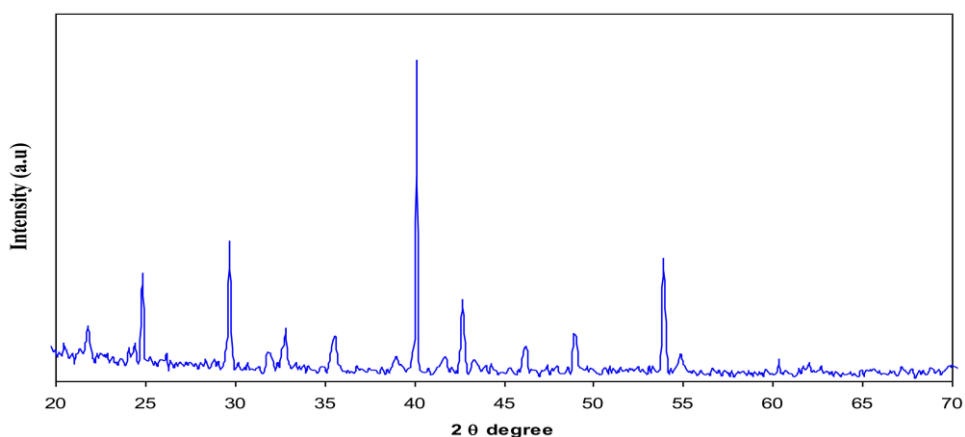
Analisis XRD dapat dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif, analisis secara kualitatif salah satunya dapat dilakukan dengan menggunakan *software Qual-X*, *software Qual-X* merupakan program komputer baru untuk identifikasi fasa menggunakan metode serbuk data difraksi. Pencarian fasa dapat dilakukan dengan melakukan pencarian pada menu *restraints* kemudian memilih unsur yang akan diketahui fasanya. *Software Qual-X* dilengkapi dengan *database* yang berasal dari *Crystallography Open Database (COD)* (Altomare *et al.*, 2008), kemudian dari analisis kualitatif dapat dilakukan analisis lanjutan secara kuantitatif menggunakan *software rietica*, *software rietica* adalah suatu program komputer untuk penghalusan atau perbaikan struktur fasa menggunakan metode *Rietveld* dalam format *windows 95* atau *windows* versi yang lebih tinggi. *Software rietica* memerlukan sebuah input data dalam bentuk (.inp) atau (.dat) yang harus disediakan sebelum melakukan penghalusan (*refinement*). Metode *Rietveld* telah diakui untuk analisis pola difraksi serbuk sinar-X dan neutron. Metode *Rietveld* merupakan sebuah metode untuk perbaikan struktur kristal yang tidak memakai intensitas difraksi serbuk terintegrasi, akan tetapi melakukan langsung intensitas profil yang diperoleh dari pengukuran ulasan step difraktogram. Faktor profil R

dibagi menjadi tiga yaitu R_p , R_{wp} , dan R_{exp} , semakin kecil perbedaan atau selisih antara intensitas data pengamatan dengan data model yang digunakan, maka harga profil R akan semakin baik. Artinya model perhitungan oleh komputer semakin mendekati harga data pengamatan sewaktu mengkoleksi data XRD. Selain faktor profil R terdapat juga *goodness-of-fit* (GoF) yang memiliki rumus seperti pada Persamaan (2.8).

$$\text{GoF} = \left(\frac{R_{wp}}{R_{exp}} \right)^2 \quad (2.8)$$

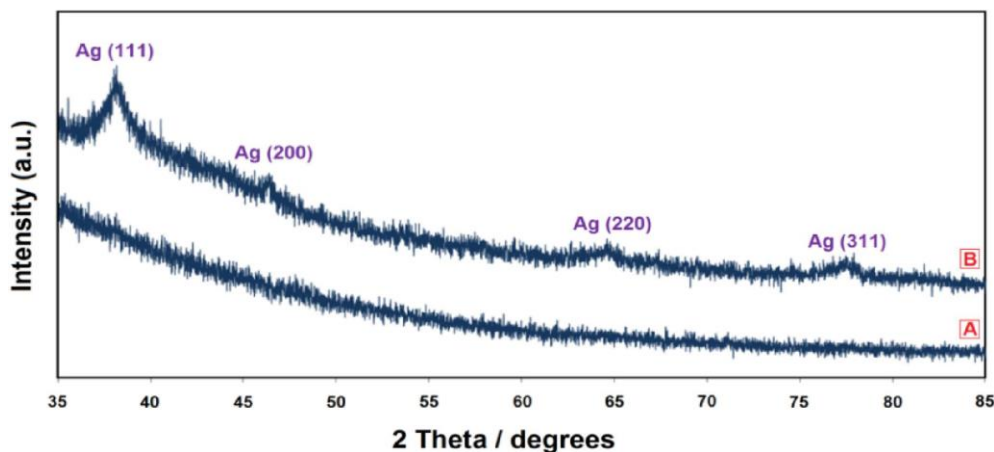
Secara ideal, berdasarkan Persamaan (2.8) harga GoF harusnya adalah 1, hal ini terjadi saat harga faktor terbobot (R_{wp}) dan faktor yang diharapkan (R_p) memberikan angka yang relatif sama, sehingga ketika dikuadratkan akan memberikan angka mendekati satu (Manurung, 2019), tetapi Kisi (1994) menyarankan bahwa harga itu seharusnya lebih kecil dari 4 untuk suatu perhitungan analisis fasa.

Analisis difraktogram menggunakan XRD Perak nitrat murni terlihat seperti pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Grafik XRD dari perak nitrat murni (Aziz *et al.*, 2017).

Pada penelitian yang berkaitan dengan kristal AgNO_3 menunjukkan analisis dari spektrum XRD yang memiliki beberapa puncak kristal yang tajam. Terdapat puncak 2θ pada 29,16 derajat yang merupakan salah satu puncak dari senyawa AgNO_3 .



Gambar 2.11 Pola XRD gelatin/ AgNO_3 (A) Ag-NP berbasis gelatin setelah disinari UV selama 24 jam; (B) larutan gelatin (1%) (Darroudi *et al.*, 2011).

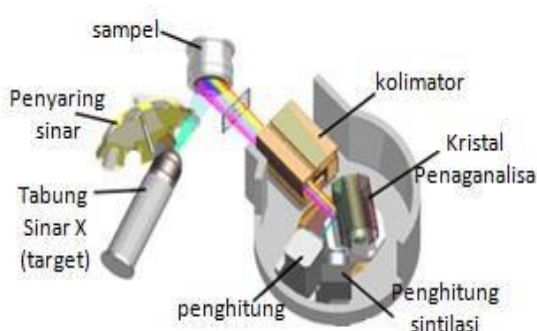
Pada Gambar 2.11 puncak XRD pada sudut 2θ pada kurva menunjukkan nilai 38,1; 46,3; 64,6; 77,5 yang sesuai dengan indeks millernya yaitu (111), (200), (220), dan (311) bidang kristal dari struktur kristal *face center cubic* (FCC) dari logam perak, yang sesuai dengan berkas JCPDS No. 00-004-0783. Semua puncak menunjukkan bahwa sampel terdiri dari Ag-NPs yang sangat murni tanpa pengotor apapun. Ukuran kristal rata-rata dari sampel yang disinari UV selama 24 jam dihitung dari pola XRD menggunakan rumus *debye scherrer* (Darroudi *et al.*, 2011).

2.3.2 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence (XRF) adalah contoh analisis yang didasarkan pada perilaku atom yang terpapar radiasi. Interaksi atom dengan cahaya dapat menimbulkan berbagai fenomena yang dipengaruhi oleh intensitas cahaya yang berinteraksi dengan atom-atom tersebut. Ketika suatu bahan berinteraksi dengan cahaya berenergi tinggi misalnya sinar-X, itu dapat menyebabkan elektron pada tingkat energi terendah dari suatu atom memantul. Akibatnya, atom berada dalam keadaan tidak stabil, sehingga elektron pada tingkat yang lebih tinggi (kulit valensi) mengisi ruang kosong yang ditinggalkan oleh elektron yang memantul. Proses pengisian posisi elektron pada kulit valensi bawah disebut eksitasi. Proses eksitasi ini melibatkan emisi cahaya dengan energi yang lebih rendah dari energi yang

menyebabkan elektron tereksitasi. Energi yang dipancarkan ini disebut radiasi fluoresensi, yang memiliki energi spesifik yang bergantung pada elektron tereksitasi dan tak tereksitasi dari atom yang menyusun materi. Karakteristik unik dari emisi fluoresensi di masing-masing elemen ini memungkinkan analisis kualitatif dibuat untuk mengidentifikasi elemen yang berbeda. Sedangkan analisis kuantitatif dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi unsur yang dianalisis berdasarkan intensitas pancaran fluoresensi (Setiabudi *et al.*, 2012).

Alat XRF terdiri dari dua bagian utama, yaitu sumber utama sinar-X dan peralatan untuk mendeteksi sinar-X yang dipancarkan dari sampel. Bagian bagian lain yang terdapat pada alat XRF sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12 Alat XRF dan bagian-bagiannya (Setiabudi *et al.*, 2012).

Tabung sinar-X merupakan sumber produksi sinar-X yang akan digunakan sebagai berkas cahaya untuk mengeksitasi elektron pada sampel, filter yang diletakan diantara tabung sinar-X dengan sampel berfungsi sebagai penyaring berkas sinar yang dipancarkan dari tabung sinar-X, kalimotor berfungsi untuk memperjelas resolusi berkas sinar-X yang dipancarkan dari sampel yang terkena radiasi sehingga mempertajam berkas sinar untuk dianalisis, *analyzer crystal* berfungsi sebagai mengubah berkas cahaya polikromatik yang dipancarkan dari sampel menjadi masing-masing berkas cahaya monokromatik dengan panjang gelombang berbeda sehingga dapat dilakukan analisis kualitatif untuk menentukan kandungan unsur dalam sampel berdasarkan panjang gelombang dari masing-masing berkas cahaya monokromatik tersebut (Setiabudi *et al.*, 2012).

Aplikasi XRF yaitu untuk mengidentifikasi apakah material yang disintesis telah terbentuk sesuai dengan yang diharapkan. Analisis ini memungkinkan untuk dilakukan karena setiap unsur memiliki energi dengan karakteristik masing-masing ketika terjadi transisi elektron. Aplikasi lain dari analisis menggunakan alat XRF adalah untuk mendeteksi kandungan logam berat yang terdapat dalam suatu bahan. Misalnya, XRF dapat digunakan untuk mendeteksi keberadaan timbal yang terkandung dalam mainan anak. Salah satu keuntungan analisis dengan XRF adalah tidak merusak sampel yang dianalisis. Oleh karena itu, alat ini sering digunakan untuk menganalisis kandungan mineral yang terdapat pada batuan (Setiabudi *et al.*, 2012).

Analisis XRF pada sampel nanokomposit CuO/Ag dan ZnO/Ag masing-masing adalah seperti pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Analisis (XRF) dari komponen Tembaga Oksida/Perak (CuO/Ag) dan seng oksida/perak (ZnO/Ag) nanokomposit (Asamoah *et al.*, 2020).

<i>Component</i>	CuO/Ag	ZnO/Ag
Al ₂ O ₃	0,0849	0,105
SiO ₂	0,147	0,257
P ₂ O ₅	0,0146	0,0203
K ₂ O	0,0429	0,0473
CaO	0,0214	0,0216
CuO	99,2	-
ZnO	-	98,8
Ag ₂ O	0,518	0,0547

Empat gram sampel bubuk kering dari jumlah yang sama dari masing-masing nanokomposit menjadi sasaran pengukuran XRF. Unsur yang terdeteksi dari masing-masing sampel dinyatakan sebagai persentase relatif terhadap oksida. Karena itu, perak (Ag) diinformasikan sebagai Ag₂O. Hasil analisis XRF menyatakan bahwa masing-masing nanokomposit terdiri dari oksida logam dan perak. Pada hasil analisis terlihat masih banyak komponen yang mengandung zat pengotor seperti aluminium (Al), fosfor (P), kalium (K) dan kalsium (Ca). Zat pengotor yang timbul ini bisa disebabkan oleh banyak faktor, seperti alat-alat yang digunakan saat preparasi sampel masih kurang bersih, sehingga banyak unsur lain yang ikut terbawa saat karakterisasi. Untuk unsur CuO dan ZnO memiliki nilai yang

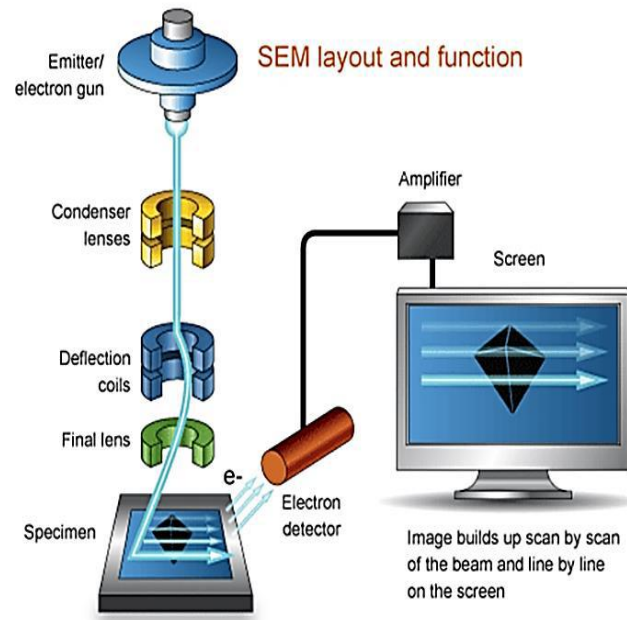
cukup tinggi yaitu 99,2 dan 99,8 dan Ag yang teroksidasi dengan oksigen juga terbentuk menjadi senyawa Ag_2O (Asamoah *et al.*, 2020).

2.3.3 Scanning Electron Microcopy (SEM) dan Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS)

Pada alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM), seberkas elektron ditembakkan ke permukaan sampel, sedangkan gambar diperoleh dengan deteksi elektron yang dihamburkan atau berdasarkan elektron sekunder. Elektron sekunder berasal dari permukaan sampel dan memiliki energi sekitar 5- 50 keV. Sebaliknya, elektron yang tersebar berasal dari bagian yang lebih dalam dari sampel dan memberikan informasi tentang komposisi sampel, karena elektron yang lebih berat menghamburkan lebih banyak berkas cahaya sehingga tampak lebih cerah pada gambar yang dihasilkan (Setiabudi *et al.*, 2012)

Gambar yang dihasilkan dari SEM berwarna hitam putih, hal ini disebabkan karena panjang gelombang yang dihasilkan oleh elektron *probe* (elektron pemindai) tidak berada pada spektrum cahaya tampak. Elektron akan berinteraksi dengan atom-atom yang berada pada sampel. Elektron hasil interaksi akan menghasilkan sinyal yang mengandung informasi tentang topografi permukaan sampel, komposisi, morfologi, dan informasi lainnya yang diterima oleh detektor.

Alat SEM terdiri dari tiga komponen utama, yaitu komponen pemindai, komponen penyajian gambar dan komponen pendukung. Komponen pemindai sampel dan komponen penyajian gambar seperti terlihat pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Skema SEM (Masta, 2020).

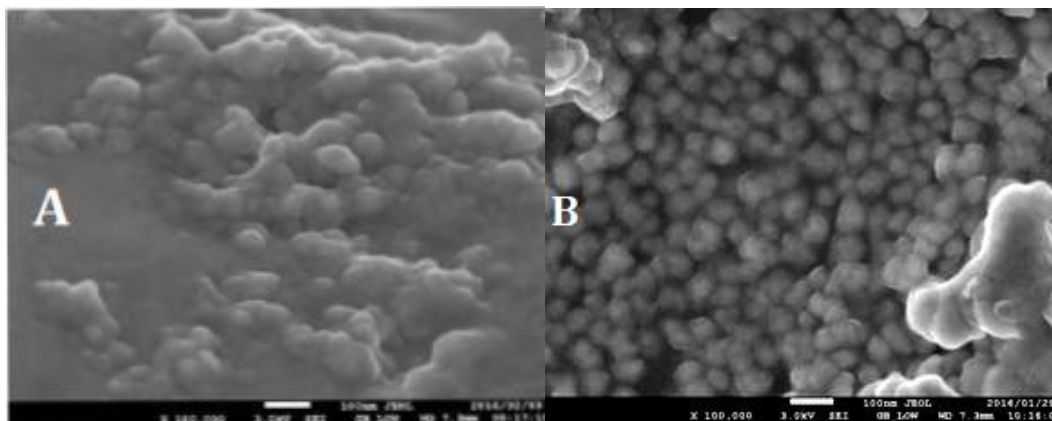
Komponen pemindai adalah komponen yang menghasilkan input berupa sinyal elektron yang dihasilkan dari interaksi antara atom sampel. Interaksi elektron dengan atom ada dua macam, yaitu *secondary electron* dan *backscattered electron*. Komponen pemindai sampel terdiri dari elektron gun, rangkaian lensa magnetik, tempat spesimen, *scanning coils* dan detektor.

Komponen penyaji gambar dan data merupakan perangkat pengolah input sinyal yang diolah menjadi bentuk gambar dan data kuantitatif. Komponen penyaji gambar dan data terdiri atas komponen keras (*hard ware*) berupa *amplifier*, prosesor dan layar. *Amplifier* berfungsi sebagai penguat data, dan prosesor sebagai perangkat untuk mengolah data dan layar yang digunakan untuk menampilkan gambar dan data. Komponen pendukung SEM terdiri dari *power supply*, sistem vakum dan sistem pendingin (Masta, 2020). Cara kerja SEM berdasarkan komponen penyusunnya adalah sebagai berikut.

- a. Berkas elektron dari elektron gun difokuskan oleh serangkaian lensa elektromagnetik, sehingga menghasilkan elektron primer atau elektron *probe*. Elektron *probe* adalah elektron yang memiliki jari-jari sekita $2,4 \text{ \AA}$.
- b. Elektron primer keluar dari lensa akhir (*final lens*) kemudian menumbuk spesimen (sampel).

- c. Elektron primer melakukan penetrasi kedalam permukaan sampel dan kemudian terjadi interaksi antara elektron primer dengan atom-atom penyusun sampel.
- d. Hasil interaksi elektron dengan sampel (ada dua jenis interaksi yaitu tumbukan elastis dan tidak elastis) hasil interaksi ini akan menghasilkan beberapa spektrum elektron dan foton.
- e. Elektron dan foton yang teremisi kemudian dideteksi oleh detektor dan selanjutnya diteruskan ke *amplifier* untuk dikuatkan.
- f. Detektor mengolah sinyal yang diterima dan mengubahnya menjadi gambar dan data kuantitatif.
- g. Gambar dan data ditampilkan di *display*.
- h. Data hasil pemindaian disimpan dalam bentuk digital.

Hasil analisis SEM Sintesis nanopartikel perak dari bahan dasar perak nitrat (AgNO_3) dapat terlihat seperti pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14 Analisis SEM (a) AgNO_3 (b) Nanopartikel perak (Mamuru and Happy, 2018).

Gambar 2.14 menunjukkan mikrograf SEM AgNO_3 dan Ag nanopartikel dengan perbesaran $1000\times$. Pada gambar dengan jelas menunjukkan transformasi AgNO_3 menjadi nanopartikel perak yang berbentuk bulat, tidak beragregasi dan memiliki diameter rata-rata 45 nm. Terlihat ukuran partikel AgNO_3 yang masih cukup besar dan ketika dijadikan nanopartikel perak maka ukuran partikel menjadi butiran-butiran yang lebih kecil (Mamuru and Happy, 2018).

Prinsip kerja EDS (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*) hampir sama seperti prinsip kerja pada SEM dimana pada EDS, *elektron gun* akan memancarkan berkas elektron dan difokuskan oleh kondensor sehingga berkas elektron tersebut mengenai sampel, kemudian berkas elektron tersebut akan berinteraksi dengan atom-atom yang ada pada sampel, elektron tersebut akan berinteraksi dengan elektron pada kulit atom, dimana saat elektron berinteraksi dengan elektron pada kulit atom yang lebih dalam, maka elektron pada kulit atom akan tereksitasi karena ditembak oleh elektron yang berasal dari *elektron gun* dan atom akan menjadi tidak stabil akibat terjadi kekosongan pada kulit atom yang tereksitasi, maka akan terjadi transisi elektron dari kulit terluarnya untuk mengisi kekosongan elektron pada kulit yang lebih dalam. Elektron yang mengalami transisi ini akan menghasilkan energi foton atau sinar-X karakteristik yang akan ditangkap oleh detektor. Hasil inilah yang akan menunjukkan komposisi dari sampel yang dianalisis (Girão, 2017).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian dilakukan pada bulan Desember 2022 sampai Februari 2023 di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung. Karakterisasi XRF dan SEM dilakukan di Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Lampung dan karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di Greenlabs PT. Inovasi Hijau Indonesia, Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Perak (Ag) digunakan sebagai bahan utama pembuatan AgNO_3 .
2. Asam nitrat (HNO_3) digunakan untuk melarutkan perak menjadi perak nitrat.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Gelas ukur digunakan untuk mengukur jumlah volume larutan asam nitrat.
2. Labu erlenmeyer digunakan untuk menampung perak dan asam nitrat.
3. *Hot plate* digunakan untuk memanaskan perak dan asam nitrat.
4. Alumunium foil digunakan untuk menutupi wadah sampel dari paparan cahaya.
5. Neraca analitik digunakan untuk menimbang massa bahan.
6. Cawan petri digunakan sebagai tempat untuk meletakkan sampel AgNO_3 .
7. Tisu digunakan untuk membersihkan sisa-sisa bahan yang menempel.
8. Spatula kaca digunakan untuk mengaduk sampel dan untuk memindahkan sampel.
9. Botol kaca digunakan untuk menyimpan sampel AgNO_3 .

10. Pengukur suhu digunakan untuk mengukur suhu pada saat pemanasan.
11. Oven digunakan untuk mempercepat proses evaporasi sampel AgNO_3 .

Alat yang digunakan pada saat karakterisasi sampel AgNO_3 adalah sebagai berikut:

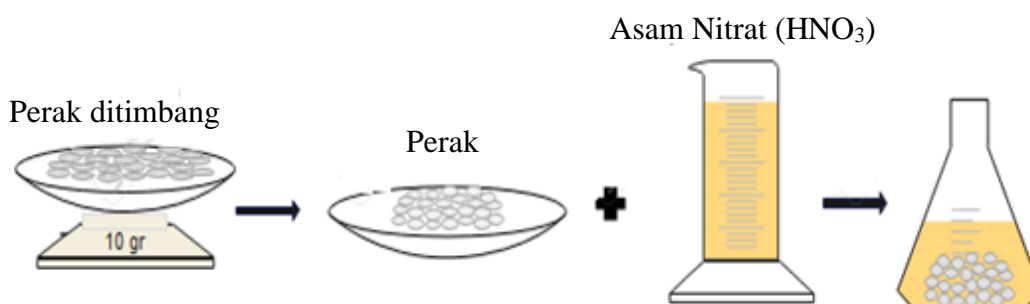
1. XRF *Panalytical Epsilon 3 XLE* digunakan untuk menganalisis komposisi unsur pada sampel AgNO_3 .
2. XRD *MiniFlex HyPix-400* digunakan untuk menganalisis struktur fasa.
3. SEM-EDS *ThermoScientific Quatro S* digunakan untuk menganalisis morfologi dan persentase massa unsur.

3.3 Prosedur Penelitian

Langkah-langkah dalam melakukan sintesis AgNO_3 dilakukan dengan prosedur sebagai berikut:

3.3.1 Preparasi Sampel AgNO_3

Langkah awal untuk melakukan sintesis perak nitrat adalah melakukan tahapan preparasi, tahapan preparasi kristal AgNO_3 dapat dilihat pada Gambar 3.1.



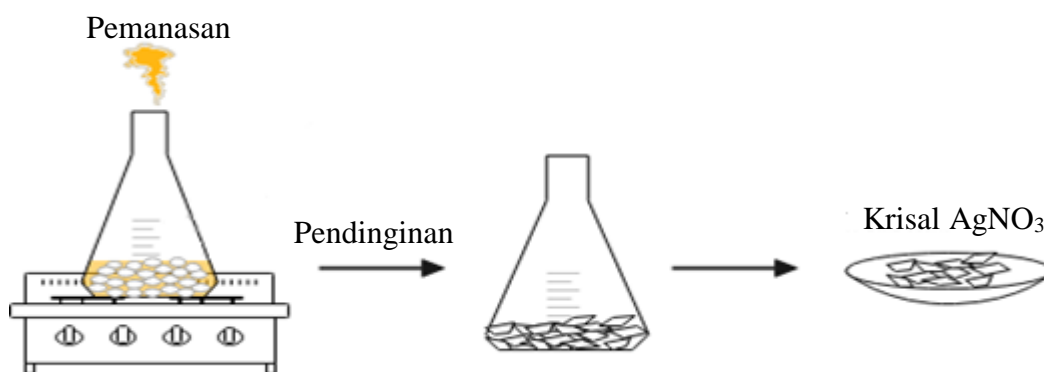
Gambar 3.1 Preparasi sampel AgNO_3 .

Perolehan sampel AgNO_3 menggunakan metode reduksi kimia melalui beberapa tahapan, proses ini dilakukan sebanyak tiga kali dengan variasi waktu pemanasan selama 1 jam, 2 jam, dan 3 jam, tahap pertama yaitu melakukan preparasi sampel AgNO_3 dengan cara menimbang perak menggunakan neraca sebanyak tiga kali pengulangan kemudian hasilnya dirata-ratakan dan didapatkan massa perak,

selanjutnya menyiapkan asam nitrat 68% pada gelas ukur sebanyak 12 ml kemudian dimasukkan kedalam labu erlenmeyer bersama perak yang sudah ditimbang massanya. Setelah itu perak dan asam nitrat yang sudah tercampur didiamkan selama 10 menit pada suhu ruang.

3.3.2 Sintesis AgNO_3

Tahapan kedua setelah melakukan proses preparasi yaitu dengan melakukan sintesis AgNO_3 , tahapan sintesis AgNO_3 menggunakan reduksi kimia dapat dilihat pada Gambar 3.2.

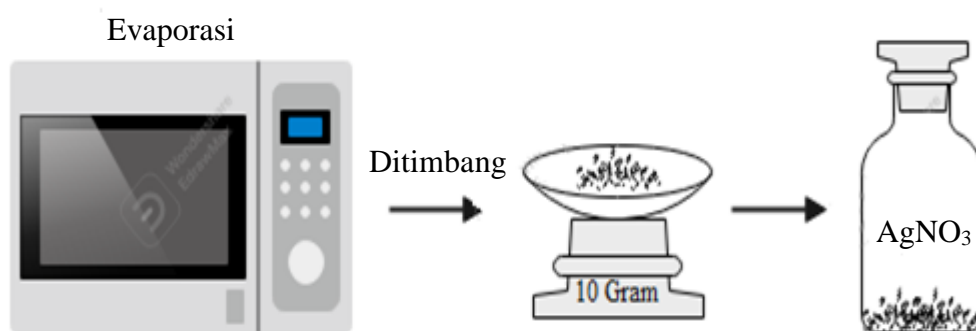


Gambar 3.2 Sintesis AgNO_3 .

Pada tahap ini setelah didiamkan selama 10 menit perak dan asam nitrat dipanaskan menggunakan *hot plate* dengan suhu pemanasan $85\text{ }^\circ\text{C}$. Pemanasan dilakukan selama 1 jam, 2 jam, dan 3 jam, setelah itu hentikan pemanasan, kemudian didiamkan hingga suhu ruang, setelah itu akan terlihat endapan pada dasar labu erlenmeyer, HNO_3 yang masih tersisa dibuang dan didapatkan kristal AgNO_3 , selanjutnya kristal dipindahkan ke cawan petri menggunakan spatula kaca.

3.3.3 Evaporasi AgNO₃

Tahapan ketiga setelah melakukan proses sintesis yaitu dengan melakukan evaporasi sampel AgNO₃, tahap evaporasi sampel AgNO₃ dapat dilihat pada Gambar 3.3.

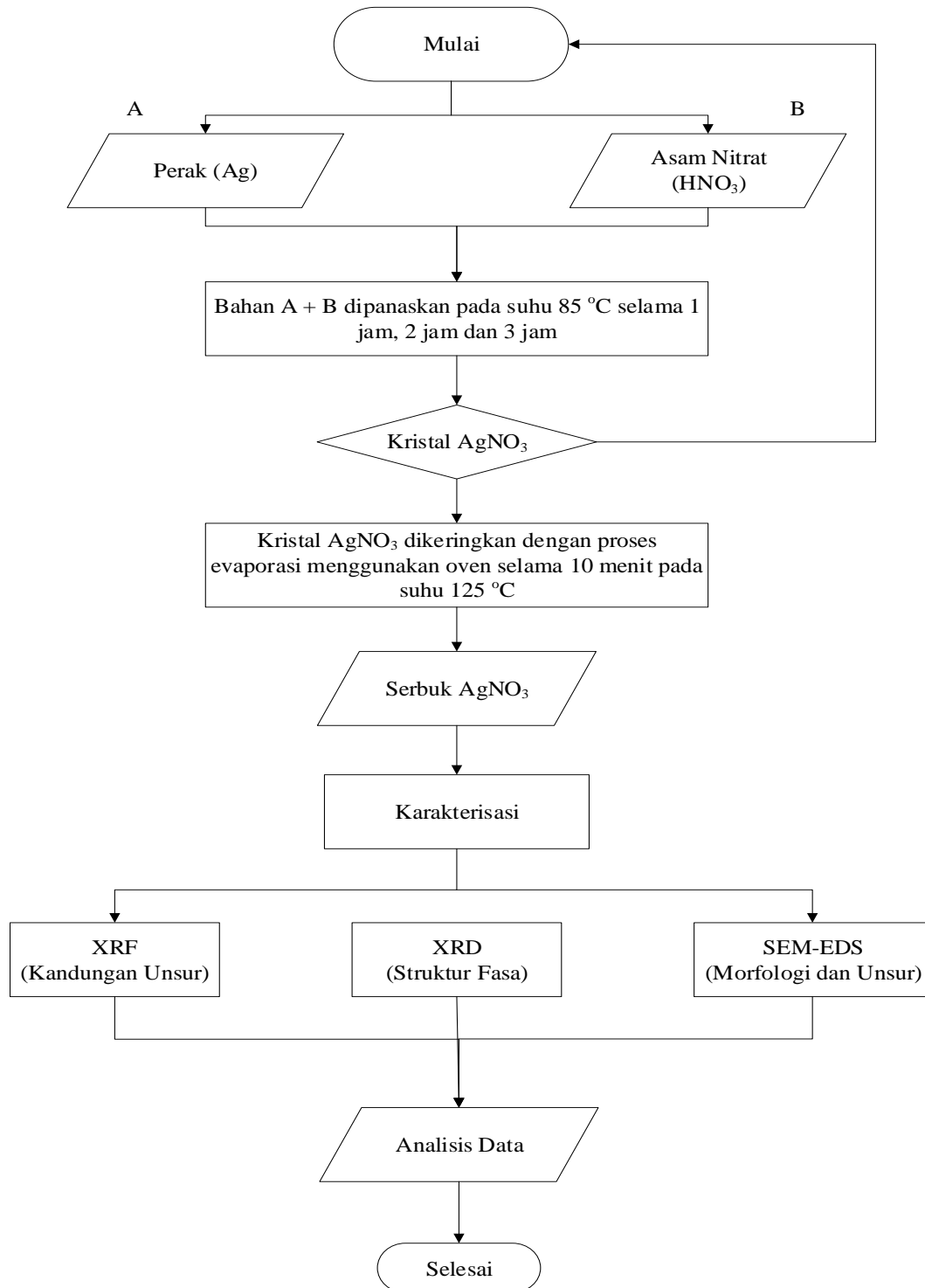


Gambar 3.3 Evaporasi sampel AgNO₃.

Pada tahap ini kristal AgNO₃ diletakkan kedalam oven selama 10 menit dengan suhu 125 °C untuk dilakukan proses evaporasi untuk mengurangi sisa air pada sampel AgNO₃, setelah itu akan dihasilkan serbuk AgNO₃, kemudian serbuk AgNO₃ dipindahkan ke cawan petri, selanjutnya serbuk AgNO₃ ditimbang menggunakan neraca untuk diketahui massanya, setelah itu serbuk AgNO₃ dimasukkan kedalam wadah yang ditutupi dengan alumunim foil agar tidak terkena paparan cahaya dan disimpan ditempat yang jauh dari paparan cahaya matahari.

3.4. Diagram Alir Penelitian

Diagram alir sintesis perak nitrat (AgNO_3) dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Diagram alir sintesis perak nitrat (AgNO_3).

3.5 Karakterisasi Sampel AgNO₃

3.5.1 XRF (*X-Ray fluorescence*)

XRF merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur yang terkandung didalam suatu sampel dengan menggunakan prinsip sinar-X. Pengukuran yang dilakukan pada sampel AgNO₃ menggunakan XRF merk *panalytical epsilon 3 XLE*, berat sampel uji minimal 3 gram dengan ukuran sampel lolos 270 mesh, sampel dalam keadaan kering dan memiliki PH > 3.

3.5.2 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Struktur fasa sampel AgNO₃ dianalisis menggunakan XRD dengan target Cu K α ($\lambda = 0,1541$ nm) dan sudut 2θ rentang 10° sampai 90°, alat yang digunakan untuk menganalisis sampel yaitu XRD tipe *MiniFlex* yang dilengkapi dengan detektor *HyPix-400 MF (2D HPAD)*, detektor yang mampu memberikan kualitas data difraksi premium dibandingkan dengan detektor XRD konvensional. Struktur fasa dianalisis menggunakan metode *search and match* dengan aplikasi *Qual-X* yang digunakan untuk analisis data kualitatif difraksi, dan untuk analisis data kuantitatif menggunakan aplikasi *Rietica*.

3.5.3 SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan EDS

Karakterisasi SEM-EDS dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur (morfologi), komposisi unsur dan persen massa unsur yang terkandung pada perak nitrat. Menggunakan alat SEM merk *ThermoScientific Quattro S*, analisis SEM EDS dilakukan dengan perbesaran 500x, 1000x, 1500x dan 2500x.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Simpulan dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. Sintesis perak nitrat menggunakan metode reduksi kimia telah berhasil dilakukan melalui tahapan preparasi, sintesis dan evaporasi sampel AgNO_3 dengan menghasilkan serbuk sebanyak 10-12 gram berwarna biru.
2. Pengaruh variasi waktu pemanasan ditunjukkan dengan terjadinya perubahan konsentrasi komposisi unsur pada sampel AgNO_3 , waktu pemanasan selama 1 jam didapatkan konsentrasi Ag sebesar 98,750%, pada waktu pemanasan selama 2 jam diperoleh konsentrasi Ag yang lebih besar yaitu 98,839%, sedangkan pada waktu pemanasan selama 3 jam diperoleh konsentrasi Ag yang menurun yaitu sebesar 98,274%.
3. Pengaruh variasi waktu pemanasan menunjukkan perubahan terhadap karakteristik struktur sampel AgNO_3 , ditunjukkan dengan terjadinya perubahan struktur fasa kristalin menjadi amorf dan berkurangnya tingkat kristalinitas sampel akibat waktu pemanasan selama 3 jam, semakin bertambahnya waktu pemanasan sampel AgNO_3 ukuran kristal yang didapat semakin besar, didapatkan perubahan persentase fasa AgNO_3 akibat variasi waktu pemanasan dengan fasa AgNO_3 terbesar didapatkan pada waktu pemanasan selama 2 jam, dan terjadi perubahan nilai parameter sel yang berarti terjadi perubahan volume dari unit selnya.
4. Morfologi sampel AgNO_3 berbentuk butiran yang menggumpal dengan ukuran butir yang bervariasi (21,59-120,1 μm), dan memiliki persentase massa unsur Ag sebesar 63,5%, N sebesar 8,23% dan O sebesar 28,23%.

5.2 Saran

Diperlukan penelitian lebih lanjut untuk sintesis perak nitrat dengan menggunakan bahan perak yang memiliki kemurnian 99,99% dan melakukan proses uji kemurnian bahan raw material sebelum melakukan sintesis perak nitrat. Hal ini bertujuan agar sintesis perak nitrat dapat menghasilkan kandungan perak nitrat dengan kemurnian tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Addiin, I., dan Yamtinah, S. 2016. Pembuatan Perak Nitrat (AgNO_3) Teknis dari Limbah Penyepuhan Perak. *Prosiding Seminar Nasional Pendidikan Sains (SNPS)*, 3(2), 429–438.
- Ahmad, N., Ang, B. C., Amalina, M. A., and Bong, C. W. 2018. Influence of Precursor Concentration and Temperature on The Formation of Nanosilver in Chemical Reduction Method. *Sains Malaysiana*, 47(1), 157–168.
- Altomare, A., Cuocci, C., Giacobuzzo, C., Moliterni, A., and Rizzi, R. 2008. A Computer Program for Qualitative Analysis using Powder Diffraction Data. *Journal of Applied Crystallography*, 1(41), 815-817.
- Amer, A. A., El-Didamony, H., El-Sokkary, T. M., and Wahdan, M. I. 2020. Synthesis and Characterization of Some Calcium Aluminate Phases from Nano-Size Starting Materials. *Boletin de la Sociedad Espanola de Ceramica y Vidrio*, 61(2), 98–106.
- Amri, I. A., Hendrasmara, M. F., Qosimah, D., Aeka, A., Rickyawan, N., Purwatiningsih, W., dan Dameanti, F. N. A. E. P. 2020. Toksisitas Larutan Perak Nitrat (AgNO_3) pada Mencit Balb-c Berdasarkan Kadar SGPT dan SGOT. *Jurnal Medik Veteriner*, 3(2), 251-257.
- Asamoah, R. B., Yaya, A., Nbelayim, P., Annan, E., and Agyeman, B. O. 2020. Development and Characterization of Clay–Nanocomposites for Water Purification. *Materials Journal*, 13(1), 1–29.
- Astra, I. M. 2015. *Pengantar Fisika Zat Padat*. Universitas Terbuka. Jakarta.
- Astuti, B., dan Hashim, A. 2015. Pengaruh Temperatur Deposisi pada Penumbuhan Film Tipis Silikon Karbida dengan Metode Homemade Hot-Mesh Chemical Vapor Deposition. *Jurnal MIPA*, 38(1), 31–37.
- Aziz, I. T. A. 2016. Material Bentonit (Ag_2O) Sebagai Antibakteri Escherichia coli. *Skripsi*. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta.
- Aziz, S. B., Abdulwahid, R. T., Rasheed, M., Abdullah, O. G., and Ahmed, H. M. 2017. Polymer Blending as a Novel Approach for Tuning. *Polymers Journal*,

9(1), 1–12.

- Basuki, K. T., AW, M., dan Sudiby. 2009. Pengaruh pH dan Tegangan pada Pembuatan Serbuk Itrium dari Konsentrat Itrium Hasil Proses Pasir Senotim dengan Elektrolisis. *Prosiding Seminar Nasional*, 5(1), 543–548.
- Bungan, G. K., Aritonang, H. F., dan Wuntu, A. D. 2021. Pembuatan Nanokomposit Kitosan/TiO₂/Ag dan Analisis Aktivitasnya Sebagai Antibakteri. *Chemistry Progress Journal*, 14(1), 32–39.
- Chang, R. 2005. *Kimia Dasar*. Erlangga. Jakarta.
- Chen, B., Jin, B., Peng, R., Zhao, F., Yi, J., Guan, H., Bu, X., Zhao, J., and Chu, S. 2016. The Thermal Decomposition of Silver Dinitramide AgN(NO₂)₂. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 126(3), 1491–1498.
- Cranwell, P. B., and Page, E.M. 2021. *Foundation of Chemistry*. Wiley Publishing. Inggris.
- Darroudi, M., Ahmad, M. B., Zak, A. K., Zamiri, R., and Hakimi, M. 2011. Fabrication and Characterization of Gelatin Stabilized Silver Nanoparticles under UV-Light. *Molecular Sciences*, 12(1), 6346–6356.
- Datasheet. 2017. *Safety Data Sheet (SDS) Nitric Acid 65-70 %*. Available at: https://www.seastarchemicals.com/wp-content/uploads/2015/03/01Nitric6570PercentSDS_Rev201706_SSNSSE_EN.pdf (Accessed: 20 November 2022).
- Efridahniar, Y. 2023. Analisis Struktur Fasa, Sifat Termal, dan Energi Band Gap Nanomaterial Perak Silika (Ag/SiO₂) yang Disintesis Menggunakan Metode Sol Gel Pada Suhu Sintering 850 °C. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Faradiba. 2020. *Buku Materi Pembelajaran Metode Pengukuran Fisika*. Universitas Kristen Indonesia. Jakarta.
- Girão, A. V., Caputo, G., and Ferro, M. C. 2017. Application of Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS). *Comprehensive Analytical Chemistry*, 75(5), 153–168.
- Hamdiani, S., and Shih, Y. F. 2021. A Green Method for Synthesis of Silver-Nanoparticles-Diatomite (Agnps-d) Composite from Pineapple (anas comosus) Leaf Extract. *Indonesian Journal of Chemistry*, 21(3), 740–752.
- Hennenkamp, R. J., Logsdon, Michael, K., Simpson, and Leigh, B. 1997. Silver Nitrate Produced by a Continous Evaporative Cristallization Process. *European Nitrate Produced by a Continous Evaporative Cristallization Process. European Patent Specification*. European Patent Office.

- Irwandy. 2014. *Ilmu Logam*. IPB Press. Bogor.
- Janariah, J., Sari, J. O., Sembiring, S., dan Junaidi, J. 2022. Studi Pendahuluan Pembentukan Struktur Komposit Perak Silika (Ag/SiO₂) Berbasis Sekam Padi. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, 10(1), 25–30.
- Kisi, E. 1994. Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns. *Material Forum*, 18, 135-153.
- Krishnamurthy, S., Agarwal, J. P., and Biswas. S. K. 1978. *Specification for Silver Nitrate, Pure, And Analytical Reagent*. Indian Standards Institution. New Delhi.
- Kurniati, T., Mukhtar, A., dan Yanti, P. H. 2015. Sintesis Tembaga Oksida (CuO) Serta Uji Degradasi Terhadap Metanil Kuning. *Jurnal Online Mahasiswa FMIPA*, 2(2), 1–6.
- Lestari, S. 2004. *Mengurai Susunan Periodik Unsur Kimia*. PT Kawan Pustaka. Jakarta Selatan.
- Li, C. J., and Bi, X. 2018. *Silver Catalysis in Organic Synthesis*. Wiley-VCH. Changchun.
- Mamuru, S. A., and Happy, M. 2018. Interrogating the Electrochemical Potential of *Senna obtusifolia* Mediated Biosynthesized Silver Nanoparticles. *Journal of Nanoscience and Technology*, 4(4), 427–430.
- Manurung, P. 2018. *Nanomaterial Tinjauan Ilmu Masa Kini*. Andi. Yogyakarta.
- Manurung, P. 2019. *Analisis Data Difraksi Sinar-X*. Aura. Bandar Lampung.
- Masta, N. 2020. *Buku Materi Pembelajaran Scanning Electron Microscopy*. Universitas Kristen Indonesia. Jakarta.
- Newbury, D. E., and Nicholas W.M. 2016. Electron-Excited X-Ray Microanalysis at Low Beam Energy. *Journal and Microanalysis*, 22(4), 735– 753.
- Nuryanto. 2013. *Cara Cepat Menguasai Kimia*. Bumi Aksara. Jakarta.
- Nuryanto, E., dan Ellen. 2017. Analisis Kandungan Hara Makro di Dalam Tanah dengan Metode Near Infra Red (NIR). *Jurnal Penelitian Kelapa Sawit*, 25(2), 85–94.
- Özmetin, C., Çopur, M., Kocakerim, M. M., and Yapici, S. 2001. Crystallization of Silver Nitrate from Saturated Silver Nitrate Solution in Nitric Acid. *Indian Journal of Chemical Technology*, 8(1), 112–119.

- Phiwdang, K., Suphankij, S., Mekprasart, W., and Pecharapa, W. 2013. Synthesis of CuO Nanoparticles by Precipitation Method Using Different Precursors. *Energy Procedia*, 34(1), 740–745.
- Pratapa, S. 2009. Difraksi Sinar-X untuk Sidikjari dalam Analisis Nanostruktur. *Prosiding Seminar Nasional*, 7(1), 1–5.
- Pratiwi, S. W. 2022. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Perak Fosfat (Ag_3PO_4) Menggunakan Metode Kopresipitasi dan Aktivitas Degradasi Zat Warna Methylene Blue (MB). *Skripsi*. Universitas Islam Indonesia. Yogyakarta.
- Reed, S. J. B. 2005. *Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology*. Cambridge University Press. New York.
- Richards, T. W., and Forbes, G. S. 1907. The Quantitative Synthesis of Silver Nitrate and The Atomic Weights of Nitrogen and Silver. *Journal of the American Chemical Society*, 29(6), 808–826.
- Rodríguez-Serrano, C., Guzmán-Moreno, J., Ángeles-Chávez, C., Rodríguez-González, V., Juan Ortega-Sigala, J., Ramírez-Santoyo, R. M., and Vidales-Rodríguez, L. E. 2020. Biosynthesis of Silver Nanoparticles by *Fusarium Scirpi* and Its Potential as Antimicrobial Agent Against Uropathogenic *Escherichia Coli* Biofilms. *Plos One*, 15(3), 1–20.
- Ruff, B., Gryph, Herrick, J., Glutted, Wikbunny, and Daisy. 2021. How To Make Silver Nitrate. *Article of Chemistry*, University of California. Los Angeles.
- Santhiarsa, N., Pratikto, Sonief, dan Marsyahyo. 2015. Pengujian Kandungan Unsur Logam Serat Ijuk dengan X-Ray Fluorescence Testing. *Prosiding Seminar Nasional Tahunan Teknik Mesin XIV (SNTTM XIV)*, 2(16), 4–8.
- Sastry, P. U., Krishna, P. S. R., Panicker, L., and Shinde, A. B. 2008. Structural Behaviour of AgNO_3 at Low Temperatures by Neutron Diffraction. *Journal of Physics*, 71(5), 929–933.
- Selly, R., Rahmah, S., Nasution, H. I., Syahputra, R. A., and Zubir, M. 2020. Electroplating Method on Copper (Cu) Substrate with Silver (Ag) Coating Applied. *Indonesian Journal of Chemical Science and Technology (IJCST)*, 3(2), 38–41.
- Setiabudi, A., Hardian, R., dan Mudzkir, A. 2012. *Karakterisasi Material Prinsip dan Aplikasinya Dalam Penelitian Kimia*. UPI Press. Bandung.
- Shiltagh, N. M., Ridha, N. J., Hindawi, A. M. Al, Tahir, K. J., Madlol, R. A., Alesary, H. F., Luna, L. G. M., and Watkins, M. J. 2020. Studying the Optical Properties of Silver Nitrates using a Pulsed Laser Deposition Technique. *International Conference on Applied Science and Technology (ICAST)*, 8(1), 1–12.

- Shume, W. M., Murthy, H. C. A., and Zereffa, E. A. 2020. A Review on Synthesis and Characterization of Ag₂O Nanoparticles for Photocatalytic Applications. *Journal of Chemistry*, 2(1), 1–15.
- Suarsa, I. W. 2017. *Teori Tumbukan Pada Laju Reaksi Kimia*. Universitas Udayana. Denpasar.
- Svehla, G. 1979. *Vogels Textbook Of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*. Longman Group Limited. London.
- Wajrak, M., and Tim, H. 2021. *Chemical Demonstrations Booklet*. University of Bristol. Inggris.
- Warren, B. E. 1969. *X-Ray Diffraction*. Wesley Publishing. Inggris.
- Widodo, G., dan Rahmiati. 2009. Pengaruh Konsentrasi Elektrolit, Tegangan dan Waktu Terhadap Kadar Uranium pada Elektrolisis PEB U₃Si₂-Al. *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, 5(2), 64–70.
- Yanti, S., Arif, M. S., dan Yusuf, B. 2021. Sintesis dan Stabilitas Nanopartikel Perak (AgNPs) Menggunakan Trinatrium Sitrat. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*, 5(1), 142–146.
- Yanti, W. R. O., dan Astuti. 2018. Sintesis Nanokristal Perak Menggunakan Ekstrak Kulit Buah Manggis (*Garcinia mangostana* L.) *Jurnal Fisika Unand*. 7(3), 286–291.
- Yousefzadi, M., Rahimi, Z., and Ghafari, V. 2014. The Green Synthesis, Characterization and Antimicrobial Activities of Silver Nanoparticles Synthesized from Green Alga *Enteromorpha Flexuosa* (Wulfen) J. Agardh. *Journal of Materials*, 10(16), 60–66.
- Yunchao, Y., Yu, Z., Fanmin, C., Jinrong, L., Li, Z., Anli, Z., and Weibo, L. 2013. High Purity Silver Nitrate Preparation Method. *Xilong Chemical*, 4(9), 1-6.