

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS
LANTANUM(III)-TARTRAT MENGGUNAKAN METODE
SOLVOTERMAL DENGAN VARIASI JENIS SENYAWA TARTRAT**

SKRIPSI

**Oleh:
SANTI MAGHFIROH
NIM. 18630093**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS
LANTANUM(III)-TARTRAT MENGGUNAKAN METODE
SOLVOTERMAL DENGAN VARIASI JENIS SENYAWA TARTRAT**

SKRIPSI

**Oleh:
SANTI MAGHFIROH
NIM. 18630093**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam Memperoleh Gelar Sarjana
Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS
LANTANUM(III)-TARTRAT MENGGUNAKAN METODE
SOLVOTERMAL DENGAN VARIASI JENIS SENYAWA TARTRAT**

SKRIPSI

**Oleh :
SANTI MAGHFIROH
NIM. 18630093**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 10 April 2023**

Pembimbing 1



**Nur Aini, M.Si
NIP. 19840608201903 2 009**

Pembimbing 2



**Rifatul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068**

Pembimbing 3



**Yuniar Ponco Prananto, PhD
NIP. 19810620 200501 1 002**

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**



**Rachmayati Ningsih, M.Si
NIP. 19810819 200801 2 010**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS
LANTANUM(III)-TARTRAT MENGGUNAKAN METODE
SOLVOTERMAL DENGAN VARIASI JENIS SENYAWA TARTRAT**

SKRIPSI

Oleh:
SANTI MAGHFIROH
NIM. 18630093

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S. Si)
Tanggal: 10 Mei 2023

Penguji Utama : A. Ghanaim Fasya, M. Si
NIP. 19820616 200604 1 002

Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIP. 19851020 201903 2 012

Sekretaris Penguji : Nur Aini, M. Si
NIP. 19840608201903 2 009

Anggota Penguji I : Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068

Anggota Penguji II : Yuniar Ponco Prananto, PhD
NIP. 19810620 200501 1 002

(.....)
Ghanaim Fasya

(.....)
Susi Nurul Khalifah

(.....)
Nur Aini

(.....)
Rif'atul Mahmudah

(.....)
Yuniar Ponco Prananto

Mengetahui,

~~Ketua Program Studi Kimia~~



~~Rachmawati Wingsih, M. Si~~
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Santi Maghfiroh
NIM : 18630093
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Lantanum (III)-Tartrat Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Jenis Senyawa Tartrat

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan, atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 15 Maret 2023
Yang membuat pernyataan


Santi Maghfiroh
NIM. 18630093

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, sujud syukur kupersembahkan kepadaMu Ya Allah, Tuhan Yang Maha Kuasa dan Maha Agung. Atas kehendakMu hamba dapat menyelesaikan rangkaian proses penulisan skripsi ini. Semoga hamba selalu menjadi pribadi yang beriman dan selalu percaya akan jalan terbaikMu, serta dengan selesainya skripsi ini menjadi titik awal kesuksesan hamba dalam meraih Ridhomu.

Dengan ini saya persembahkan karya ini untuk kedua orang tua saya, A.Fuad dan Aisyatur Rodiyah. Terima kasih tak terhingga atas segala bentuk dukungan kepada saya, terkhusus atas segala doa yang telah dan terus dilangitkan untuk saya. Tanpa dukungan dan doa-doa dari beliau berdua, saya belum tentu kuat dalam menjalani proses skripsi ini. Begitu juga untuk kakak (Masyhadil Aini dan Intan Klara) dan adik (A. Rifqi Azmi dan M. EL Zafran Ar-Rasya) saya yang menjadi salah satu alasan saya untuk tidak pernah menyerah. Tak lupa untuk diri saya sendiri, terima kasih telah bertekad untuk selalu ingin belajar apapun yang belum dimengerti, tidak pernah menyerah, dan selalu berusaha menjadi yang terbaik, semoga diri ini mampu terus berjuang hingga selesainya karya ini.

Terima kasih tak terhingga saya ucapkan kepada Ibu Nur Aini, M.Si ; Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si dan Bapak Yuniar Ponco Prananto, PhD yang dengan sabar dan tulus membimbing saya, baik dalam proses penyusunan skripsi maupun dalam membentuk pribadi yang lebih baik. Terima kasih juga kepada Bapak dan Ibu Penguji yang telah memberikan masukan dan saran atas tersusunnya karya ini, kepada Ibu dosen wali, Ibu kaprodi, seluruh dosen, laboran, dan staf Program Studi Kimia yang telah mendukung keberhasilan penelitian ini.

Terima kasih kepada sahabat saya “Sobat Misquen Menuju Rich”, Mpit, Kiki, Arief, Jek, Rofiqur yang telah memberikan dukungan dan warna-warni kehidupan perkuliahan selama 4,5 tahun ini. Terima kasih kepada “Teman Kos Muslimah” yang telah memberikan dukungan serta teruntuk teman seperjuangan “Rear Earth Metal Team”, Tihul, Kinur, Muhyi, Fata, Lintang, Dani telah membersamai proses perjuangan ini dan berbagi canda tawa selama proses bimbingan.

Terima kasih kepada teman-teman “Team *Metal Organic Framework* UB” yang telah membantu dan mendukung serta kebersamai ketika saya menyelesaikan penelitian ini. Terima kasih kepada “Team Light Army Malang” ; “ApoBangpo Indonesia” ; “Bangtan Sonyeondan (BTS)” yang menjadi *support system* terbaik. Teman “PKL Puslitkoka Jember”, Vivin, Mela, Zia, Majidah, Ipit yang selalu memberikan dukungan dan selalu kebersamai setiap proses sampai pada tahap ini, dan tak lupa juga kepada teman-teman “Kripton” Kimia angkatan 2018 atas segala memori yang tak terlupakan selama menjalani proses perkuliahan ini.

MOTTO

Senjata terindah itu bukan mengaku besar seraya mengecilkan orang lain.
Senjata terindah adalah mengalahlah hingga tak seorangpun bisa mengalahkanmu,
Merendahlah hingga tak seorangpun mampu merendahkanmu,
daripada mendongak angkuh menatap mentari, lebih baik bersujud berserah diri,
itu cara terindah berbisik rapat ke arah bumi tetapi didengar oleh penghuni langit

&

Tidak ada seorang yang genius tanpa sebuah pemikiran yang gila
- Aristoteles

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat, hidayah, inayah-Nya yang senantiasa melimpahkan nikmat sehat, serta memberikan kekuatan sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Lantanum(III)-Tartrat Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Jenis Senyawa Tartrat” dengan baik sebagai syarat untuk menyelesaikan tugas akhir skripsi dan untuk memenuhi syarat kelulusan mata kuliah skripsi di Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Skripsi ini tidak dapat terwujud tanpa bantuan, dukungan, dan dorongan dari semua pihak, untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Kedua orangtua beserta keluarga yang telah memberikan do`a dan dukungan penuh selama penyusunan skripsi.
2. Prof. Dr. H. M. Zainuddin, M.A selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Rachmawati Ningsih, M. Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Nur Aini, M.Si, selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan bimbingan, nasehat, motivasi, dan berbagai pengalaman selama proses penyelesaian skripsi ini dengan penuh keikhlasan dan kesabaran.
6. Yuniar Ponco Prananto, PhD selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan bimbingan, nasehat, motivasi, dan berbagai pengalaman selama proses penyelesaian skripsi ini dengan penuh keikhlasan.
7. Rif`atul Mahmudah, M.Si selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan arahan dan perbaikan dalam penulisan skripsi.
8. Dr. Dewi Yuliani, M.Si selaku Dosen wali yang telah memberikan dukungan serta arahan selama masa perkuliahan.

9. Segenap Dosen dan seluruh Staf Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah membantu, membimbing, dan melayani segala administrasi selama proses penyusunan skripsi, sehingga dapat terselesaikan.
10. Semua pihak yang membantu yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah membantu memberikan dukungan dan motivasi.

Semoga segala kebaikan dan pertolongan semuanya mendapat berkah dari Allah SWT. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Untuk itu penulis dengan kerendahan hati mengharapkan saran dan kritik yang sifatnya membangun dari semua pihak demi membangun dan meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut skripsi penelitian ini. Harapan penulis, skripsi ini semoga dapat berguna bagi pihak-pihak yang terkait, lingkungan Program Studi Kimia, lingkungan Fakultas Sains dan Teknologi, maupun lingkungan Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang serta para pembaca pada umumnya. Semoga skripsi ini memberikan manfaat bagi kita semua. Penulis mohon maaf atas segala kesalahan yang pernah dilakukan baik disengaja ataupun tidak.

Malang, 13 Maret 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	v
MOTTO	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR PERSAMAAN.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
ABSTRAK	xvii
ABSTRACT	xviii
مستخلص البحث	xix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	8
1.3 Tujuan Penelitian.....	8
1.4 Batasan Masalah.....	8
1.5 Manfaat Penelitian.....	9
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	10
2.1 Karakteristik Kompleks MOF dengan Ligan-ligan Karboksilat	10
2.2 Kompleks MOF Berbasis Logam Tanah Jarang dengan Ligan Tartrat	14
2.3 Kompleks MOF Lantanum(III) dengan Ligan Tartrat	20
2.4 Sintesis Kompleks MOF dengan Metode Solvotermal	27
BAB III METODE PENELITIAN	30
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	30
3.2 Alat dan Bahan	30
3.2.1 Alat.....	30
3.2.2 Bahan	30
3.3 Rancangan Penelitian	31
3.4 Tahapan Penelitian	32
3.5 Prosedur Kerja.....	33
3.5.1 Sintesis Solvotermal Kompleks Lantanum(III)-Tartrat.....	33
3.5.2 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis	35
3.5.2.1 Karakterisasi Menggunakan FTIR	35
3.5.2.2 Karakterisasi Menggunakan <i>Powder</i> XRD.....	35
3.5.2.3 Karakterisasi Menggunakan SEM	35
3.5.2.4 Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS	36
3.5.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi.....	36

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	39
4.1 Hasil Sintesis Solvotermal Kompleks Lantanum(III)-Tartrat	39
4.2 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis	44
4.2.1 Hasil Karakterisasi Kompleks La(III)-Tartrat Menggunakan FTIR .	44
4.2.2 Hasil Karakterisasi Kompleks La(III)-Tartrat dengan XRD.....	47
4.2.3 Hasil Karakterisasi La(III)-Tartrat Menggunakan SEM	53
4.2.4 Hasil Karakterisasi Kompleks La(III)-Tartrat dengan UV DRS.....	57
4.3 Sintesis Solvotermal Kompleks La(III)-Tartrat dalam Prespektif Islam.....	61
BAB V PENUTUP	64
5.1 Kesimpulan	64
5.2 Saran	65
DAFTAR PUSTAKA	66
LAMPIRAN	70

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Ilustrasi Struktur Kerangka MOF.....	10
Gambar 2.2.	Beberapa Aplikasi MOF.....	11
Gambar 2.3.	Struktur dari beberapa Ligan Karboksilat yang sering digunakan: (a) 2,5-dihydroxybenzene carboxylic acid; (b) Asam tereftalat / benzene-1,4-dicarboxylic acid (BDC); dan (c) Asam trimesat / benzene-1,3,5-tricarboxylic acid (BTC)	12
Gambar 2.4.	Struktur Mg-MOF-74	13
Gambar 2.5.	Struktur MIL-53-Fe	14
Gambar 2.6.	(a) Struktur Ligan Asam Tartrat; dan (b) Struktur Ligan Diamonium Tartrat	15
Gambar 2.7.	Tiga kemungkinan struktur isomer dan konfigurasi dari senyawa asam tartrat.....	16
Gambar 2.8.	Model Pengikatan Ligan Tartrat pada Kompleks MOF (a) μ_2, k^4 , (b) μ_3, k^5 , (c) μ_4, k^6	17
Gambar 2.9.	Struktur dan pola koordinasi dari kompleks $[Dy_2(\text{tar})_3(\text{H}_2\text{O})_2]_n$ berdasarkan data <i>Single Crystal XRD</i>	18
Gambar 2.10.	Sisi koordinasi kompleks MOF (a) $[\text{Ce}_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{D-tar})_3].3\text{H}_2\text{O}$; (b) $[\text{Ce}_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{L-tar})_3].3\text{H}_2\text{O}$; dan (c) $\text{Ce}(\text{H}_2\text{O})(\text{meso-tar})_{1.5}$	19
Gambar 2.11.	Struktur dan pola koordinasi dari kompleks $[\text{La}_2(\text{tar})_2(\text{C}_2\text{O}_4)(\text{H}_2\text{O})_2]_n.4n\text{H}_2\text{O}$	21
Gambar 2.12.	Hasil karakterisasi XRD $[\text{R}_2(\text{tar})_2(\text{C}_2\text{O}_4)(\text{H}_2\text{O})_2]_n.4n\text{H}_2\text{O}$ untuk R adalah (R= Nd, La)	22
Gambar 2.13.	Spektra FTIR dari $(\text{La})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6.5\text{H}_2\text{O}$ murni atau 0% Sr, terdoping 4% Sr, terdoping 10% Sr, dan terdoping 15% Sr	23
Gambar 2.14.	Tauc's plot dari kristal tunggal asam <i>L</i> -tartrat	24
Gambar 2.15.	Pola koordinasi yang terbentuk pada kompleks (a) $[\text{La}(\text{TTA})_{1.5}(\text{H}_2\text{O})].\text{H}_2\text{O}$; dan (b) $\text{La}_2(\text{TTA})_3(\text{H}_2\text{O})_3].2\text{H}_2\text{O}$...	25
Gambar 2.16.	<i>Lanthanum(III) chloride heptahydrate</i>	25
Gambar 2.17.	Pola difraksi pada <i>Lanthanum Strontium Manganite</i>	27
Gambar 2.18.	Sintesis MOF Metode Solvotermal	29
Gambar 3.1	Proses Sintesis Kompleks La(III)-Tartrat	31
Gambar 3.2	Pengaturan suhu sintesis Kompleks La(III)-Tartrat	31
Gambar 4.1	(a) Produk setelah proses solvotermal terbentuk 2 fasa (kiri); (b) Produk setelah kering (kanan)	41
Gambar 4.2	(a) Produk hasil sintesis La(III)-Tartrat dari asam <i>L</i> -Tartrat (AT) (b) Produk hasil sintesis La(III)-Tartrat (DT)	41
Gambar 4.3	Spektra FTIR hasil sintesis; (a) Kompleks La(III)-Tartrat dari AT dan (b) Kompleks La(III)-Tartrat dari DT	45
Gambar 4.4	Difraktogram kompleks La(III)-Tartrat dari asam <i>L</i> -tartrat (bawah) dan dari diamonium tartrat (atas)	48
Gambar 4.5	Puncak difraksi posisi $2\theta(^{\circ})$ tertentu pada (a) kompleks La(III)- Tartrat (AT) dan (b) Kompleks La(III)-Tartrat dari (DT).....	49
Gambar 4.6	Prediksi Struktur 3D Kompleks La(III)-Tartrat (DT)	52
Gambar 4.7	Plot Hasil <i>Refinement</i> kompleks La(III)-Tartrat dari (DT)	52

Gambar 4.8	Mikrogram SEM <i>average area</i> pada: (a) La(III)-Tartrat (AT) dengan perbesaran 5000x; (b) La(III)-Tartrat (DT) dengan perbesaran 500	56
Gambar 4.9	Spektra DRS hubungan % reflektansi (sumbu y) dengan panjang gelombang (sumbu x) pada kompleks La(III)-Tartrat	57
Gambar 4.10	Spektra DRS hubungan panjang gelombang (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y) pada kompleks La(III)-Tartrat	58
Gambar 4.11	Spektra DRS energi celah pita (bandgap energy) kompleks La(III)-Tartrat dari asam <i>L</i> -tartrat dan diamonium tartrat.....	59
Gambar L.3.1	Hasil Karakterisasi kompleks La(III)-Tartrat sebelum proses Solvotermal	74
Gambar L.3.2	Hasil Karakterisasi FTIR Ligan Asam <i>L</i> -Tartrat	75
Gambar L.3.3	Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 1 La(III)-Tartrat (AT).....	76
Gambar L.3.4	Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 2 La(III)-Tartrat (AT).....	77
Gambar L.3.5	Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 3 La(III)-Tartrat (AT).....	78
Gambar L.3.6	Hasil Karakterisasi FTIR Ligan Diamonium Tartrat	79
Gambar L.3.7	Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 1 La(III)-Tartrat (DT)	80
Gambar L.3.8	Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 2 La(III)-Tartrat (DT)	81
Gambar L.3.9	Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 3 La(III)-Tartrat (DT)	82
Gambar L.4.1	<i>Peak</i> tertinggi kompleks La(III)-Tartrat (AT)	83
Gambar L.4.2	<i>Peak</i> tertinggi kompleks La(III)-Tartrat (DT)	83
Gambar L.4.3	Hasil <i>Refinement</i> kompleks La(III)-Tartrat (DT)	84
Gambar L.5.1	<i>Average Area</i> kompleks La(III)-Tartrat (AT) 5000x	86
Gambar L.5.2	<i>Average Area</i> kompleks La(III)-Tartrat (DT) perbesaran 500	86
Gambar L.6.1	Spektra DRS kompleks La(III)-Tartrat (AT).....	88
Gambar L.6.2	Spektra DRS kompleks La(III)-Tartrat (DT).....	89

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Unsur Tanah Jarang.	17
Tabel 2.2. Metode Sintesis	27
Tabel 3.1. Kondisi awal sintesis kompleks La(III)-Tartrat	34
Tabel 4.1. Massa padatan yang La(III)-Tartrat yang diperoleh	42
Tabel 4.2. Data interpretasi spektra FTIR pada kompleks La(III)-Tartrat.....	46
Tabel 4.3 <i>Peak Powder</i> XRD kompleks La(III)-Tartrat (DT)	50
Tabel 4.4 Data Kristalografi kompleks La(III)-Tartrat	51
Tabel 4.5. (a) Mikrograf SEM kompleks La(III)-Tartrat (AT)	
(b) Mikrograf SEM kompleks La(III)-Tartrat (DT).....	54
Tabel 4.6. Nilai Energi Celah Pita Pada Kompleks La(III)-Tartrat	60
Tabel L.4.1 <i>Peak Powder</i> XRD kompleks La(III)-Tartrat (DT).....	84

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Derajat Kristalinitas	37
Persamaan 3.2 <i>Debye-Scherrer</i>	37
Persamaan 3.3 Kubelka-Munk	38

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir	70
L.1.1 Sintesis Kompleks La(III)-Tartrat dari sumber ligan asam <i>L</i> -tartrat	70
L.1.2 Sintesis Kompleks La(III)-Tartrat dari sumber ligan diamonium tartrat.	71
L.1.3 Karakterisasi dan analisis menggunakan UV-Vis DRS.....	71
L.1.4 Karakterisasi dan analisis menggunakan FTIR.....	72
L.1.5 Karakterisasi dan analisis menggunakan <i>Powder XRD</i>	72
L.1.6 Karakterisasi dan analisis menggunakan SEM	72
Lampiran 2. Perhitungan Kimia.....	73
Lampiran 3. Hasil karakterisasi dan analisis menggunakan FTIR.....	74
Lampiran 4. Hasil karakterisasi dan analisis menggunakan <i>Powder XRD</i>	83
Lampiran 5. Hasil karakterisasi dan analisis menggunakan SEM	86
Lampiran 6. Hasil karakterisasi dan analisis menggunakan UV-Vis DRS	88

ABSTRAK

Maghfiroh, S. 2023. **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Lantanum(III)-Tartrat Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Jenis Senyawa Tartrat**. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si, Pembimbing II: Rif'atul Mahmudah, M.Si, Pembimbing III: Yuniar Ponco Prananto, PhD.

Kata kunci: Senyawa Kompleks, Logam Tanah Jarang, Senyawa Tartrat, Sintesis Solvotermal, Lantanum(III)-Tartrat

Senyawa dari golongan tanah jarang berpotensi digunakan sebagai material fungsional. Pemanfaatan senyawa tanah jarang juga memberikan perkembangan yang signifikan dalam ilmu material. Penelitian ini bertujuan: (1) mengidentifikasi dan mengkarakterisasi senyawa kompleks dari hasil sintesis kompleks La(III)-Tartrate dengan metode solvotermal, dan; (2) mempelajari pengaruh jenis prekursor tartrat terhadap produk yang diperoleh.

Sintesis solvotermal kompleks Lantanum(III)-tartrat dilakukan pada suhu 160°C selama 6 jam menggunakan pelarut dimetilformamida (C₃H₇NO) dengan rasio mol logam:ligan sebesar 2:3. Bahan yang digunakan lantanum(III) klorida heptahidrat (LaCl₃.7H₂O) dan dua jenis senyawa tartrat, yaitu asam *L*-tartarat (AT) dan diammonium tartrat (DT). Produk yang mengendap dari kedua reaksi tersebut kemudian dikarakterisasi dengan FTIR, *powder* XRD, SEM, dan UV-Vis DRS.

Produk yang diperoleh dari kedua jenis prekursor tartrat berbentuk bubuk putih, dimana reaksi DT memberikan massa yang lebih tinggi dibandingkan dengan reaksi AT. Karakterisasi dengan FTIR menunjukkan bahwa produk yang diperoleh dari kedua prekursor tartrat memiliki gugus fungsi spesifik senyawa tartrat yaitu gugus O-H, C=O dan C-O karboksilat, C-OH, dan C-H *sp*³. Analisis *powder* XRD menunjukkan bahwa penggunaan jenis prekursor tartrat yang berbeda menghasilkan produk dengan fase padatan yang berbeda (berupa kristal untuk DT dan berupa amorf untuk AT), dimana derajat kristalinitas La(III)-tartrat dari reaksi DT adalah 83%. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa rata-rata ukuran partikel La(III)-Tartrate adalah 0,08 μm (AT) dan 2,03 μm (DT). Analisis UV-Vis DRS terhadap La(III)-Tartrat yang diperoleh dari reaksi AT dan DT, berturut-turut menghasilkan energi celah pita sebesar 5,3 dan 5,2 eV dengan panjang gelombang masing-masing 234 dan 238 nm.

ABSTRACT

Maghfiroh, S. 2023. **Synthesis and Characterization of Lanthanum(III)-Tartrate Complex Compounds Using the Solvothermal Method with Variations of Tartrate Compounds**. Bachelor Thesis. Chemistry Department Faculty of Science and Technology - Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Nur Aini, M.Si, Supervisor II: Rif'atul Mahmudah, M.Si, Supervisor III: Yuniar Ponco Prananto, PhD.

Keywords: Complex Compounds, Rare Earth Metals, Tartrate Compounds, Solvothermal Synthesis, Lanthanum(III)-Tartrate

Compounds from the rare earth group have the potential to be used as functional materials. Utilization of rare earth compound also lead to significant developments in materials science. This study aims: (1) to identify and characterised the complex compound resulted from the synthesis of La(III)-Tartrate complex by solvothermal method, and; (2) to study the effect of the type of tartrate precursor on the synthesized product.

The solvothermal synthesis of Lanthanum(III)-tartrate complex was carried out at 160°C for 6 hours using dimethylformamide (C₃H₇NO) solvent with a metal:ligand molar ratio of 2:3. The precursors were lanthanum(III) chloride heptahydrate (LaCl₃·7H₂O) and two types of tartrate compounds, namely L-tartaric acid (AT) and diammonium tartrate (DT). Products that precipitated out from the reaction were then characterised by FTIR, powder XRD, SEM, and UV-Vis DRS.

Products obtained from both type of tartrate percursors were in the form of a white powder, in which the DT reaction give higher yield than that of the AT reaction. Characterization by FTIR shows that products obtained from both tartrate percursors have specific functional groups of tartrate compounds, namely the O-H, C=O and C-O carboxylate, C-OH, and C-H *sp*³ groups. Powder XRD analysis shows that the use of different types of tartrate precursor resulted in solid product in different phase (crystalline for DT and amorphous for AT), in which the degree of crystallinity of La(III)-tartrate from the DT reaction was 83%. SEM characterization results suggest that the average particle sizes of La(III)-Tartrate were 0,08 µm (AT) and 2,03 µm (DT). UV-Vis DRS analysis of the La(III)-Tartrate, obtained from the AT and DT reactions, resulting in bandgap energy of 5,3 and 5,2 eV with wavelengths of 234 and 238 nm, respectively.

مستخلص البحث

مغفرة، س. ٢٠٢٣. تخليق وتوصيف مركب اللانثانوم الثلاثي - طرطرات باستخدام طريقة مذيب **Solvothermal** مع اختلافات في أنواع مركب طرطرات. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: نور عيني، الماجستير. المشرف الثاني: رفعة المحمودة، الماجستير. المشرف الثالث: د. يونيار فونجو فراناتو.

الكلمات الرئيسية: المركبات المعقدة، المعادن الأرضية النادرة، مركب طرطرات، التخليق الحراري، اللانثانوم الثلاثي - طرطرات.

المعادن الأرضية النادرة هي معادن لديها القدرة على إنتاج مواد وظيفية مرشحة. أدى استخدام العناصر الأرضية النادرة إلى تطورات كبيرة في علوم المواد. يهدف هذا البحث إلى التعرف على نتائج تخليق وتوصيف المركبات المعقدة اللانثانوم الثلاثي - طرطرات بطريقة مذيب **solvothermal** ودراسة أثر نوع مركب طرطرات على منتج المركبات المعقدة الناتجة.

تم تخليق المركبات العضوية المعدنية النادرة القائمة على العناصر الأرضية مثل اللانثانوم الثلاثي - طرطرات عند درجة حرارة ١٦٠ درجة مئوية لمدة ٦ ساعات. تشمل السلانف المستخدمة هيبتاهيدرات كلوريد اللانثانوم ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) والاختلافات في أنواع الرباط من مركب طرطرات المشتقة من حمض طرطرات (AT) من اللانثانوم الثلاثي - طرطرات وثنائي الأمونيوم (DT) في المذيب ثنائي ميثيل الفورماميد ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$). تم وزن السلانف بشكل متكافئ مع نسبة الخلد و الرباط من ٢ : ٣.

المواد الصلبة التي تم الحصول عليها هي مساحيق بيضاء، تتميز باستخدام FTIR ومسحوق XRD و SEM و UV-Vis DRS. أظهرت نتائج توصيف FTIR أن المنتجات من جميع الاختلافات لها مجموعات وظيفية محددة من مركبات طرطرات، وهي مجموعات إمتداد O-H، وامتداد C=O، وامتداد C-O، وانحناء C-H. أظهرت نتائج توصيف مسحوق XRD أن استخدام أنواع مختلفة من مركب طرطرات ينتج عنه هياكل معقدة مختلفة، وأظهر مخطط الحيود في مركب (AT) بنية تميل إلى أن تكون غير متبلورة من مركب حمض طرطرات (AT) من اللانثانوم الثلاثي - طرطرات وثنائي الأمونيوم (DT) البلوري. يتم الحصول على أعلى درجة من التبلور من مجمع حمض طرطرات (AT) من اللانثانوم الثلاثي - طرطرات وثنائي الأمونيوم (DT) بنسبة ٨٣%. أظهرت نتائج توصيف SEM أن أحجام الجسيمات عند حمض طرطرات (AT) من اللانثانوم الثلاثي - طرطرات وثنائي الأمونيوم (DT) هي ٠,٠٨ ميكرومتر و ٢,٠٣ ميكرومتر. نتائج توصيف الأشعة المرئية وفوق البنفسجية DRS لمعقدات حمض طرطرات (AT) من اللانثانوم الثلاثي - طرطرات وثنائي الأمونيوم (DT) مما أدى إلى الموجة المتتالية بطول ٢٣٤؛ ٢٣٨ نانومتر وطاقة فجوة النطاق ٥,٣؛ ٥,٢ فولت.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kerangka logam-organik atau biasa dikenal dengan *Metal Organic Framework* (MOF) merupakan material kristalin berpori yang terdiri dari gabungan logam atau atom pusat dan bahan ligan organik yang dihubungkan melalui ikatan kovalen koordinasi antara kluster (logam) dan ligan (organik) untuk membentuk struktur satu, dua, atau tiga dimensi. MOF memiliki berbagai macam aplikasi, di antaranya dalam bidang pemisahan dan penyimpanan gas, penukar ion, sensor kimiawi, material luminesensi dan fluoresensi, material optoelektronik (Uribe-romo, dkk., 2010), enkapsulasi kimiawi dan pemisahan berbasis membran (Karagiari, dkk., 2012), serta dapat diaplikasikan sebagai katalis heterogen, adsorpsi, aplikasi biomedis, dan *drug delivery system* (Sumida dan Arnold, 2011). Keunggulan dari kristal MOF adalah mempunyai porositas yang tinggi, luas permukaan yang besar, stabilitas kimia dan termal yang tinggi, strukturnya yang fleksibel dengan ukuran pori yang dapat disesuaikan, serta kristal MOF mudah untuk diperbaharui atau dilakukan modifikasi (Rocha, dkk., 2011). MOF dapat disintesis dengan variasi yang sangat beragam melalui *design linker*-nya (senyawa organik yang mempunyai pasangan elektron bebas atau PEB di kedua ujungnya) dan dikoordinasikan dengan beberapa pilihan logam atau atom pusatnya sehingga diperoleh ikatan kovalen koordinasi yang cukup kuat (Sun, dkk., 2020).

Penelitian terdahulu yang mengkaji mengenai pengaplikasian MOF pernah dilakukan oleh Horcajada, dkk. (2010) dengan fokus material MOF sebagai *drug delivery system*. Kompleks MOF ini disintesis dengan menggunakan ligan asam mukonat, asam fumarat dan Fe^{3+} sebagai logamnya, menghasilkan MOF dengan

jenis *Material of Institute Lavoisier* (MIL). Kompleks MIL-89 dengan asam mukonat dan MIL-88A dengan asam fumarat yang dihasilkan, diuji kemampuan *loading*-nya untuk beberapa obat antikanker ataupun antivirus seperti busulfan, azidotimidin trifosfat, cidofovir, dan doxorubicin. Baik MIL-89 maupun MIL-88A memiliki sifat fleksibel sehingga mampu menyesuaikan dengan ukuran obat (Horcajada, dkk., 2010). Du, dkk.(2011) juga pernah melaporkan bahwasanya MIL merupakan MOF yang pernah diteliti sebagai fotokatalis untuk degradasi pewarna metilen biru (MB) dan metil *orange* (MO). Fotokatalisis dilakukan dengan tiga jenis MOF yaitu MIL-53-Fe, MIL-53-Al, dan MIL-53-Cr (Du, dkk., 2011).

Selain *drug delivery system* dan fotokatalis, penelitian mengenai pengaplikasian dari MOF yang berhasil dilakukan adalah sebagai material pengontras *Magnetic Resonance Imaging* (MRI). MRI merupakan pemeriksaan organ tubuh yang dilakukan dengan menggunakan teknologi magnet dan gelombang radio. Kompleks Mn^{2+} yang disintesis dengan ligan *benzene-1,4-dicarboxylic acid* (BDC) maupun *benzene-1,3,5-tricarboxylic acid* (BTC) menghasilkan MOF yang berfungsi sebagai pengontras MRI dan pengontras optik. Logam Fe^{3+} dapat berfungsi sebagai pengontras MRI dan pengontras optik bila disintesis dengan dikarboksilat alkena rantai pendek sebagai ligannya (Horcajada, dkk., 2010). Serta kompleks Gd^{3+} yang disintesis dengan BDC maupun BDC terfungsionalisasi dengan gugus amin ($-NH_2$) juga dapat diaplikasikan sebagai material pengontras MRI (Horcajada, dkk., 2006).

Tartrat adalah salah satu ligan organik berbasis karboksilat seperti BDC dan BTC sebagai kandidat yang sangat baik yang digunakan dalam proses sintesis MOF. Penggunaan ligan tartrat dapat bertahan dalam kondisi solvotermal untuk

membentuk ikatan kovalen koordinasi yang kuat dengan ion pusat atau logam, ligan tartrat juga tidak membutuhkan jangkauan biaya yang tinggi. Struktur kimianya memiliki enam sisi koordinasi yang membantu untuk mendapatkan struktur kompleks dimensi tinggi dikarenakan mampu untuk berkoordinasi secara efektif dengan ion logam (Jiang, dkk., 2012). Persenyawaan tartrat dalam bentuk garam anorganiknya dikenal sebagai transduser (dapat mengubah atau mengkonversi suatu energi ke energi lainnya) serta kristal yang dihasilkan umumnya bersifat feroelektrik dan piezoelektrik (Khunur dan Prananto, 2018). Ligan tartrat memiliki konformasi fleksibel dan beragam dalam perilaku yang kompleks dengan struktur yang unik (Wang, dkk., 2010).

Sintesis persenyawaan kompleks dengan menggunakan ligan tartrat dan logam transisi pernah dilaporkan oleh Khunur dan Prananto (2018) menggunakan kobalt ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dengan ligan diamonium tartrat ($(\text{NH}_4)_2(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6)$) dalam pelarut air menghasilkan kompleks $\{[\text{Co}_2(\mu\text{-C}_4\text{H}_4\text{O}_6)(\mu\text{-C}_4\text{H}_4\text{O}_6)(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 3\text{H}_2\text{O}\}_n$ yang mengkristal dalam kisi ortorombik dan *space group* yang diperoleh adalah $P2_12_12_1$. Paloic, dkk. (2015) melakukan sintesis MOF menggunakan logam transisi Seng $[\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ dengan asam *L*-tartrat menggunakan suhu 120°C selama 72 jam mengkristal dalam kisi monoklinik anhidrat dan kompleks MOF yang dihasilkan stabil hingga suhu 330°C dan mampu berperan sebagai material biokompatibilitas. Biokompatibilitas yaitu kemampuan berinteraksinya material dengan sistem metabolisme yang tidak menyebabkan toksisitas dan reaksi imun saat berfungsi pada tempat spesifik (Paloic, dkk., 2015).

Penelitian terdahulu mengenai sintesis MOF berbasis unsur tanah jarang dengan ligan tartrat berhasil dilakukan oleh Qi, dkk. (2014) menggunakan logam

cerium (CeO_2) dengan ligan asam *L*-tartrat suhu 140°C selama 1 hari dan didinginkan hingga suhu kamar. Senyawa 1 $[\text{Ce}_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{D-tar})_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dan senyawa 2 $[\text{Ce}_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{L-tar})_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ yang diperoleh mengandung ligan kiral mengkristal dalam kisi triklinik *space group* $P1$, sementara senyawa 3 $\text{Ce}(\text{H}_2\text{O})(\text{meso-tar})_{1.5}$ yang mengandung meso-tartrat akiral mengkristal dalam *space group* sentrosimetris $P2_1/n$. Persenyawaan MOF 1 dan 2 adalah kandidat potensial untuk material feroelektrik (Qi, dkk., 2014). Sintesis MOF juga pernah dilaporkan Jiang, dkk. (2012) dengan menggunakan lantanum oksida (La_2O_3) dan asam *L*-tartrat dengan suhu 160°C selama 72 jam dan diperoleh kristal tidak berwarna dengan *yield* sebesar 35%, $[\text{La}_2(\text{tar})_2(\text{C}_2\text{O}_4)(\text{H}_2\text{O})_2]_n\cdot 4n\text{H}_2\text{O}$ yang diperoleh bersifat isostruktural dan mengkristal dalam kisi monoklinik *space group* $P2_1/c$ (Jiang, dkk., 2012). Sintesis MOF berbasis unsur tanah jarang juga pernah dilakukan oleh Wang, dkk. (2010) menggunakan La_2O_3 dan ligan asam *L*-tartrat pada 170°C selama 60 jam, hasil yang diperoleh senyawa $[\text{La}(\text{TTA})_{1.5}(\text{H}_2\text{O})]\cdot \text{H}_2\text{O}$ dan senyawa $[\text{La}_2(\text{TTA})_3(\text{H}_2\text{O})_3]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang mengkristal dalam kisi monoklinik *space group* $P2_1/c$ (Wang, dkk., 2010).

Semua fenomena yang terjadi di alam ini sudah pasti atas izin dan kehendak Allah SWT, termasuk juga adanya proses sintesis untuk mendapatkan material buatan yang didesain oleh manusia. Adanya proses sintesis tersebut tetap mengikuti kehendak Allah dan aturan-aturan sunatullah-nya. Jadi, meskipun desain material buatan tersebut sudah bagus sedemikian rupa, jika belum menjadi kehendak Allah, maka tidak akan menjadi suatu produk material sintesis yang bagus. Kehendak dan kuasa Allah di atas segalanya, tidak ada yang menyamainya. Allah juga menciptakan segala sesuatu di alam ini dengan kegunaan dan kebermanfaatannya

masing-masing, karena tidak ada yang diciptakan oleh Allah sia-sia, sebagaimana firman Allah pada surah Ad-Dukhan 38-39:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لِعِبَادٍ ۚ ۳۸ مَا خَلَقْنَاهُمَا إِلَّا بِالْحَقِّ وَلَكِنَّ أَكْثَرَهُمْ لَا يَعْلَمُونَ ۳۹

Artinya: "Dan tidaklah Kami bermain-main menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya. Tidaklah Kami ciptakan keduanya melainkan dengan haq (benar), tetapi kebanyakan mereka tidak mengetahui".

Berdasarkan pada surah Ad-Dukhan 38-39, menurut Syaikh Abdurrahman bin Nashir as-Sa'di (2015) menjelaskan bahwasanya Allah memberitahukan tentang kesempurnaan kuasa dan hikmah-Nya, Allah tidak menciptakan langit dan bumi karena sia-sia dan main-main tanpa adanya guna, Allah tidak menciptakan keduanya "melainkan dengan haq". Allah menciptakan keduanya agar mereka semua menyembah-Nya semata, yang tidak ada sekutu bagi-Nya dan agar Allah memerintah, melarang, memberi pahala bagi para hamba-Nya. "Tetapi kebanyakan mereka tidak mengetahui," karena itu mereka tidak mau merenungkan penciptaan langit dan bumi. Hal ini dapat diterjemahkan bahwasanya penciptaan setiap elemen yang ada di muka bumi ini pastilah mengandung kebermanfaatannya lebih, baik diketahui maupun tidak diketahui oleh manusia sebagai makhluk Allah, bergantung pada mau atau tidak mau untuk merenungkan mengenai keseluruhan ciptaan Allah, termasuk juga pada bahan yang menjadi dasar sintesis material kompleks kali ini, yakni Lantanum(III) dan juga ligan-ligan tartrat. Bahan-bahan tersebut nantinya diharapkan ketika direaksikan akan mendapatkan persenyawaan kompleks sebagai kandidat material fungsional pastinya dengan mengikuti kehendak dari Allah.

Meskipun penelitian tentang MOF telah banyak dilakukan selama dekade terakhir (2010-2019), tetapi penggunaan unsur tanah jarang sebagai ion pusat dan modifikasi MOF berbasis unsur tanah jarang (atau LnMOF) masih terbatas. Hal tersebut disebabkan karena ketersediaan yang masih terbatas, sehingga tidak banyak informasi yang dihasilkan dari eksplorasi MOF berbasis unsur tanah jarang. Penelitian mengenai unsur tanah jarang pada akhir-akhir ini menjadi isu global karena peranannya dalam teknologi material untuk menghasilkan produk teknologi tinggi, serta penggunaannya pada berbagai produk yang mempunyai nilai ekonomi yang sangat menentukan dalam persaingan global. Di sisi lain, dari beberapa penelitian yang telah dilakukan diketahui bahwa Indonesia mempunyai potensi besar dalam menghasilkan unsur tanah jarang (Prameswara, dkk., 2019). Kementerian Perindustrian Republik Indonesia menyatakan bahwasanya Indonesia memiliki potensi menghasilkan unsur tanah jarang yang cukup besar yang tersebar di daerah Bangka Belitung, Kalimantan, Sulawesi, dan Papua dengan perkiraan potensi hingga 1,5 miliar ton. Terdapat tiga jenis mineral yang mengandung unsur tanah jarang, yaitu monasit, xenotim, dan zirkon. Masalah yang dihadapi di Indonesia, meskipun potensi dalam menghasilkan unsur tanah jarang cukup besar, namun pengolahannya belum dilakukan. Bahkan senyawa yang mengandung unsur tanah jarang masih dianggap sebagai limbah. Penguasaan teknologi dalam pengolahan unsur tanah jarang di Indonesia masih belum mencapai skala komersial dan sampai saat ini penelitian tentang unsur tanah jarang belum optimal. Hal ini disebabkan karena belum ada penelitian khusus yang menggali potensi dan pemanfaatan unsur tanah jarang. Memperhatikan berbagai macam potensi dan manfaat hasil sintesis berbasis unsur tanah jarang, maka perlu untuk dilakukan

penelitian dan kajian lebih lanjut tentang sintesis kompleks dari unsur tanah jarang untuk memberikan gambaran mengenai pemanfaatan unsur tanah jarang terutama di Indonesia.

Salah satu pemanfaatan yang dapat dilakukan pada bijih unsur tanah jarang lantanum adalah sebagai bahan dasar pembuatan material fungsional berbasis kompleks La(III) dengan ligan tartrat menggunakan metode solvotermal. Pada penelitian ini, sumber ligan tartrat divariasikan yaitu dari asam *L*-tartrat dan diamonium tartrat. Perbedaan sumber tartrat diharapkan akan menghasilkan kompleks La(III)-tartrat yang memiliki sifat berbeda sehingga memperbesar peluang pemanfaatan kompleks tersebut sebagai material fungsional, misalnya sebagai adsorben, fotokatalis, sensor, dan lain-lain. Produk kompleks La(III)-tartrat yang dihasilkan nantinya akan dikarakterisasi menggunakan: (1) FTIR, untuk menganalisa gugus fungsi spesifik dari ligan tartrat di dalam kompleksnya, serta untuk mengetahui apakah masih terdapat sisa-sisa reaktan di produk, (2) *powder* XRD, untuk mengetahui perbedaan sistem kristal dari kompleks yang diperoleh sebagai akibat digunakannya sumber tartrat yang berbeda, (3) SEM, untuk mengamati struktur morfologi permukaan sampel dalam perbesaran yang tinggi dengan menggunakan berkas elektron berenergi tinggi, dan (4) UV-Vis DRS, untuk mengetahui nilai energi celah pita pada produk. Kompleks yang dihasilkan dari penelitian ini juga akan dibandingkan dengan senyawa kompleks La(III)-tartrat yang sudah dilaporkan sebelumnya, untuk memastikan apakah memiliki karakteristik yang sama atautkah berbeda.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah disampaikan, rumusan masalah pada penelitian kali ini adalah:

1. Bagaimanakah hasil sintesis dan karakterisasi senyawa kompleks La(III)-Tartrat dengan metode solvotermal?
2. Bagaimanakah pengaruh jenis senyawa tartrat terhadap produk senyawa kompleks yang dihasilkan?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang telah disampaikan, maka tujuan penelitian kali ini adalah:

1. Untuk mempelajari dan mengidentifikasi hasil sintesis dan karakterisasi senyawa kompleks La(III)-Tartrat dengan metode solvotermal.
2. Untuk mempelajari pengaruh jenis senyawa tartrat terhadap produk senyawa kompleks yang dihasilkan.

1.4 Batasan Masalah

1. Garam La(III) yang digunakan adalah lantanum(III) klorida heptahidrat atau ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$).
2. Sintesis dilakukan dengan menggunakan variasi jenis senyawa tartrat yaitu asam *L*-tartrat (AT) yang berbasis asam dan diamonium tartrat (DT) yang berbasis basa.
3. Pelarut yang digunakan adalah pelarut dimetilformamida (DMF), dengan rasio mol La(III):Tartrat yaitu 2:3 dengan suhu reaksi 160°C selama 6 jam.
4. Karakterisasi produk dilakukan dengan menggunakan instrumentasi FTIR, *powder* XRD, SEM, dan UV-Vis DRS.

1.5 Manfaat Penelitian

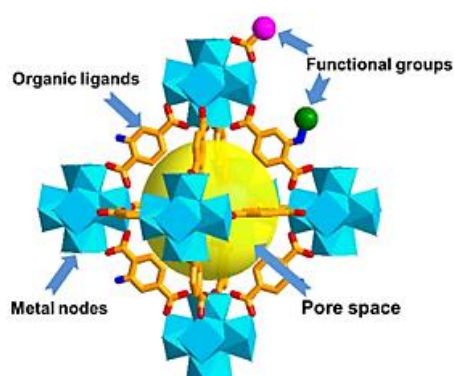
Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah kepada pembaca mengenai proses sintesis senyawa kompleks La(III)-Tartrat melalui metode solvothermal dengan menggunakan variasi jenis senyawa tartrat dan dapat memberikan informasi tentang potensi dari unsur tanah jarang, yang mana ketersediaan informasi unsur tanah jarang masih terbatas dan kurang eksploratif sebagai objek penelitian di Indonesia. Manfaat dari penelitian ini adalah diperoleh senyawa kompleks La(III)-Tartrat yang potensial dapat dimanfaatkan sebagai kandidat material fungsional seperti penyerapan dan pemisahan gas, adsorben, material luminesensi dan fluorosensi, material piezoelektrik dan feroelektrik, serta material yang berpotensi digunakan sebagai bahan dielektrik.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

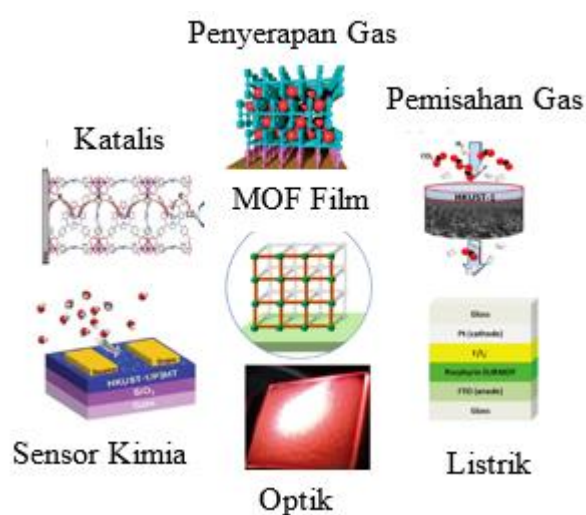
2.1 Karakteristik Kompleks MOF dengan Ligan-ligan Karboksilat

Material berpori dalam bidang sintesis anorganik pada tahun 1990 mengalami beberapa pembaruan strategi sintesis, yakni struktur utamanya disusun dengan menggunakan molekul organik. MOF tersusun dari ion logam dari material anorganik dan jembatan penghubung atau *linker* dari material organik, keduanya dihubungkan melalui ikatan kovalen koordinasi (Qiao dan Huo, 2017). MOF merupakan material anorganik-organik hibrida baru (Liu, dkk., 2013). Ilustrasi struktur kerangka MOF seperti pada Gambar 2.1, terdiri dari ion logam yang berfungsi sebagai titik penghubung, sedangkan ligan organik berfungsi sebagai jembatan molekuler untuk menghubungkan ion logam yang koordinatif membentuk kerangka tiga dimensi. Umumnya, MOF dapat terbentuk melalui ion logam transisi atau golongan B pada sistem periodik unsur dan ligan organik multidentat sebagai penghubung yang mengandung donor O^- atau N^- (Qiao dan Huo, 2017).



Gambar 2.1. Ilustrasi Struktur Kerangka MOF (Jiao, dkk., 2019).

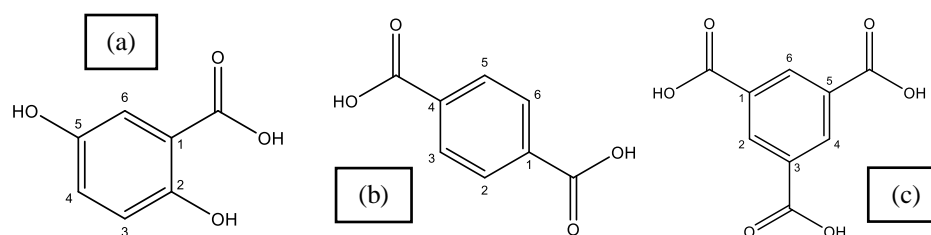
MOF secara ekstensif dipelajari untuk beragam aplikasi termasuk penyerapan dan pemisahan gas (Shi, dkk., 2021), penukar ion, sensor kimiawi, aplikasi biomedis, material luminesensi dan fluoresensi, fotokatalisis, *Drug Delivery System* (DDS), *Magnetic Resonance Imaging* (MRI), dan juga katalisis heterogen seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Jiao, dkk., 2019).



Gambar 2.2. Beberapa Aplikasi MOF (Shi, dkk., 2021).

Senyawa berbasis karboksilat dan turunannya sering digunakan sebagai ligan atau *linker* untuk mendapatkan persenyawaan kompleks termasuk juga MOF. Gugus karboksilat memiliki beberapa kelebihan yakni dapat berkoordinasi secara efektif dengan ion logam dan dapat bertindak sebagai ligan jembatan dalam pembuatan kompleks MOF (asam trimesat, asam tereftalat, tartrat, dan benzenakarboxilat). Penelitian mengenai MOF yang pernah dikaji dengan menggunakan ligan-ligan karboksilat diantaranya menggunakan logam dari golongan alkali tanah seperti kalsium (Ca^{2+}) dan magnesium (Mg^{2+}) dengan *linker*

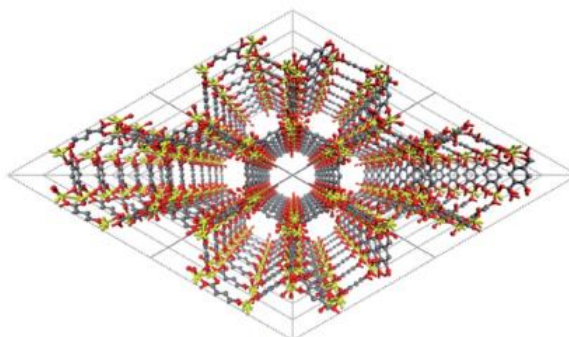
2,5-dihydroxybenzene carboxylic acid menghasilkan MOF yang diaplikasikan sebagai katalis heterogen dan adsorpsi CO₂ (Yang, dkk., 2012). Kompleks MOF dengan logam transisi juga pernah dikaji diantaranya menggunakan kromium (Cr⁶⁺) dengan ligan *benzene-1,3,5-tricarboxylic acid* (BTC) dan *benzene-1,4-dicarboxylic acid* (BDC), besi (Fe³⁺) dengan *linker* asam trimesat (H₃BTC) dan asam tereftalat efektif menghasilkan kristal MOF sebagai sebagai *drug delivery system* (Horcajada, dkk., 2006), sedangkan tembaga (Cu²⁺) dengan *linker* BTC dapat diaplikasikan sebagai penyimpanan dan pemisahan gas H₂ (Martinez Joaristi dkk., 2012) dan zirkonium (Zr⁴⁺) dengan ligan BDC digunakan sebagai penyimpanan gas H₂ dan CO₂ (Abid, dkk., 2012). Ligan-ligan karboksilat yang digunakan pada penelitian di atas mempunyai struktur sesuai dengan yang ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Struktur dari beberapa Ligan Karboksilat yang sering digunakan:
 (a) Asam 2,5-dihidroksibenzoat;
 (b) Asam tereftalat / benzene-1,4-dicarboxylic acid (BDC); dan
 (c) Asam trimesat / benzene-1,3,5-tricarboxylic acid (BTC).

Sintesis kompleks MOF dengan menggunakan logam transisi yang berbasis ligan *2,5-dihydroxybenzene carboxylic acid* seperti yang telah disebutkan pada Gambar 2.3.(a) pernah dilaporkan oleh Yang, dkk. (2012). Kompleks yang diperoleh adalah Mg-MOF-74 yang telah terbukti dapat dimanfaatkan untuk

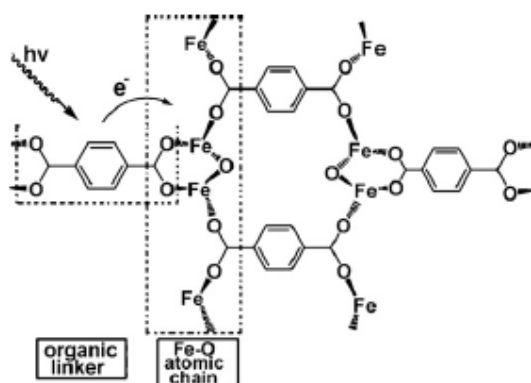
adsorpsi CO₂ yang berkapasitas sangat tinggi di bawah kondisi atmosfer. Pada kompleks ini, garam magnesium yang digunakan adalah Mg(NO₃).6H₂O dan direaksikan dengan ligan *2,5-dihydroxybenzene carboxylic acid*. Ukuran pori pada kompleks MOF-74 berdiameter 1,1 nm (mikropori) memiliki jenis ion logam sebagai simpul segi enam yang dihubungkan oleh *linker* organik membentuk heksagonal seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4. Setiap gugus logam dapat berkoordinasi dengan 6 atom, termasuk 5 atom oksigen dari tereftalat dan gugus hidroksi pada ligan organik dan 1 sisi yang awalnya ditempati oleh pelarut atau molekul air (Yang, dkk., 2012).



Gambar 2.4. Struktur Mg-MOF-74 (Yang, dkk., 2012).

MOF berbasis logam transisi lainnya juga pernah dilaporkan oleh Du, dkk. (2011) dengan produk MIL-53-Fe berstruktur 3 dimensi yang diperoleh dari ikatan antara $(-Fe-O-O-Fe-O-Fe-)$ dengan *linker* bis-bidentat tereftalat (*1,4-benzenedicarboxylate*) seperti yang telah disebutkan sebelumnya pada Gambar 2.3.(b). Produk MOF-MIL-53 diharapkan dapat menjadi material semikonduktor karena mengandung logam transisi sebagai node struktural dengan orbital logam d kosong berikatan dengan LUMO dari *linker* organik yang membentuk pita

konduksi. MIL-53-Fe juga menunjukkan aktivitas fotokatalitik untuk degradasi pewarna Metilen Biru (MB) di bawah sinar UV-Vis. Pada penyinaran cahaya, eksitasi elektron terjadi dengan diikuti oleh transfer elektron seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.5. Oleh karena itu, MOF MIL-53-Fe juga dapat menjadi fotokatalis aktif.



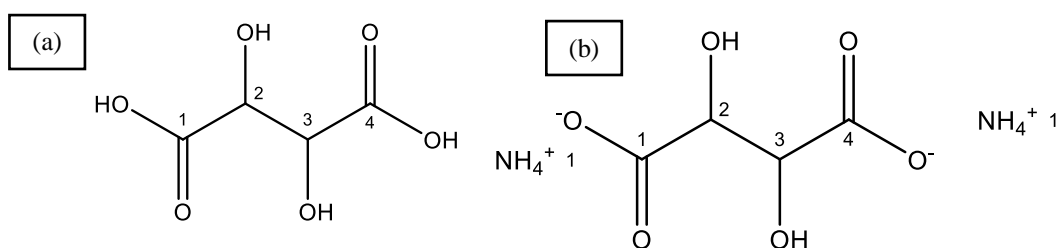
Gambar 2.5. Struktur MIL-53-Fe (Du, dkk., 2011).

Selain ligan-ligan karboksilat yang telah disebutkan di atas, asam *L*-tartrat ($C_4H_6O_6$) juga merupakan ligan organik berbasis karboksilat yang sangat baik digunakan sebagai kandidat ligan karena sisi koordinasinya yang dapat membantu untuk mendapatkan struktur dimensi tinggi. Kompleks MOF dengan menggunakan ligan tartrat pada khususnya banyak dieksplor sejak beberapa dekade terakhir dikarenakan kompleks MOF dari anion tartrat ini merupakan kandidat yang cukup kuat sebagai material multifungsional yang sangat bermanfaat.

2.2 Kompleks MOF Berbasis Logam Tanah Jarang dengan Ligan Tartrat

Ligan tartrat dapat diperoleh dari prekursor asam *L*-tartrat dan juga diamonium tartrat. Sifat fisika dan kimia dari asam *L*-tartrat adalah massa molar 150,09 g/mol,

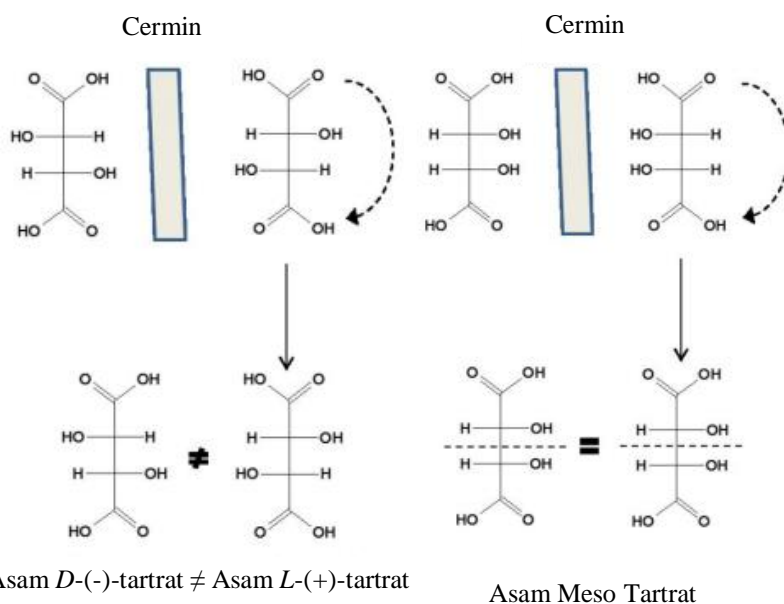
density (D) 1,8 dan titik nyala 210°C, titik leleh 166-169°C, bubuk kristal putih, dan tidak berbau (Goldberg dan Rokem, 2019). Sedangkan sifat fisika dan kimia dari diamonium tartrat adalah memiliki rumus kimia $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ dengan massa molar 184,148 g/mol dan titik didih 399,3°C. Diamonium tartrat bersifat basa dan memiliki nama lain yakni *L-(+)-tartaric acid diammonium salt*, *ammonium tartrate*, *diammonium (2R,3R)-2,3-dihydroxysuccinate*. Diamonium tartrat adalah padatan kristal berwarna putih yang larut di dalam air. Struktur dari asam *L*-tartrat dan diamonium tartrat dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. (a) Struktur Asam *L*-tartrat; dan (b) Struktur Diamonium Tartrat (*ChemDraw* 18.0).

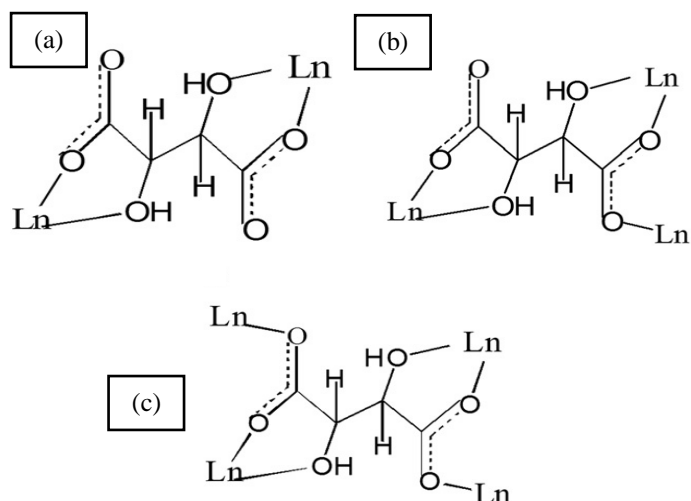
Asam tartrat adalah asam *alpha-hydroxy-carboxylic*, bersifat diprotik dan aldarik dalam karakteristik asam. Asam tartrat memiliki beberapa isomer, yakni asam *L-(+)-tartrat*, asam *(D-(-)-tartrat*, dan asam meso tartrat sesuai yang ditunjukkan pada Gambar 2.7. Isomer adalah suatu senyawa yang memiliki rumus molekul sama, namun rumus strukturnya berbeda. Istilah *L* atau laevorotasi dan *D* atau dekstrorotasi digunakan dalam ilmu kimia fisika untuk menggambarkan rotasi optik dari molekul melalui bidang cahaya yang terpolarisasi dari sudut pandang pengamat. Dekstrorotasi mengacu pada rotasi searah jarum jam (*right-handed rotation*) dan laevorotasi mengacu pada rotasi berlawanan arah jarum jam (*left-*

handed rotation). Perbedaan enantiomer *L-/D-* tersebut ditunjukkan dengan membedakan karbon yang berada di karbon kiral bawah (Corsiglia, 2015).



Gambar 2.7. Tiga kemungkinan struktur isomer dan konfigurasi dari senyawa asam tartrat (Corsiglia, 2015).

Ligan tartrat ketika berikatan dengan unsur tanah jarang sesuai yang dilaporkan oleh Jiang, dkk. (2012) akan menghasilkan tiga pola koordinasi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.8. Kemungkinan model pengikatan tartrat pada kompleks MOF akan membentuk pola koordinasi μ_2, k^4 ; μ_3, k^5 ; dan μ_4, k^6 . Keterangan untuk μ adalah jumlah logam yang terikat pada satu ligan tartrat, sedangkan untuk k adalah jumlah atom oksigen yang terikat pada logam. Keberagaman pola koordinasi dapat menghasilkan senyawa dengan struktur yang beragam pula, sehingga dalam proses sintesis MOF yang telah dilakukan banyak digunakan ligan yang berasal dari ligan tartrat.



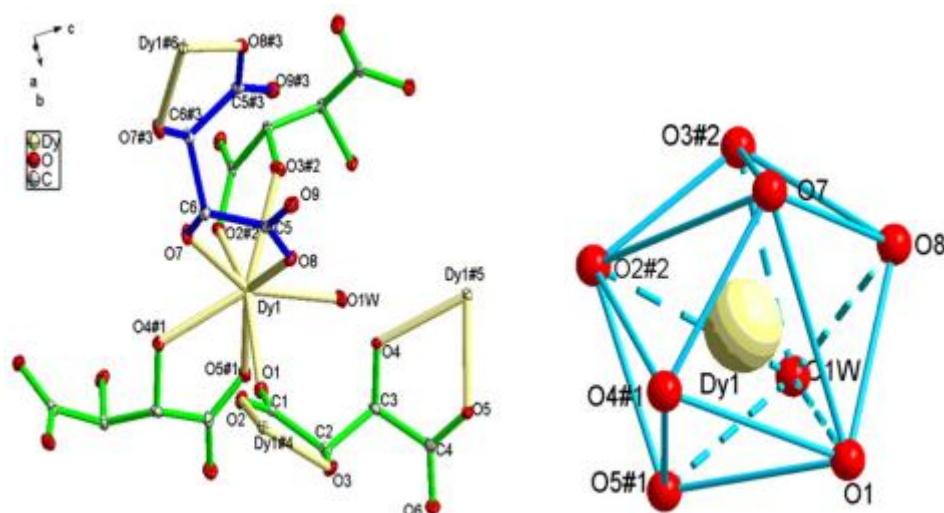
Gambar 2.8. Model Pengikatan Ligan Tartrat pada Kompleks MOF (a) μ_2, k^4 , (b) μ_3, k^5 , (c) μ_4, k^6 (Jiang, dkk., 2012).

Unsur tanah jarang menurut definisi IUPAC sesuai dengan Tabel 2.1. terdiri dari 15 unsur dalam tabel periodik, dari lantanum (La) ke lutetium (Lu) bersama dengan tiga unsur tambahan yakni yttrium (Y), thorium (Th), dan skandium (Sc). Hampir semua unsur tanah jarang sangat stabil dalam keadaan oksidasi trivalen (Ln^{+3}), meskipun ada beberapa unsur tanah jarang yang juga stabil dalam keadaan oksidasi lain (misalnya, Eu^{+2} , Ce^{+4} , Sm^{+2} , Pr^{+4} , Yb^{+2} , dan Tb^{+4}) (Younis, dkk., 2021).

Tabel 2.1. Unsur Tanah Jarang

Simbol	Nama Unsur	No. Atom	Simbol	Nama Unsur	No. Atom
Y	Yttrium	39	Gd	Gadolinium	64
Sc	Scandium	21	Tb	Terbium	65
La	Lanthanum	57	Dy	Dysprosium	66
Ce	Cerium	58	Ho	Holmium	67
Pr	Praseodymium	59	Er	Erbium	68
Nd	Neodymium	60	Tm	Thulium	69
Pm	Promethium	61	Yb	Ytterbium	70
Sm	Samarium	62	Lu	Lutetium	71
Eu	Europium	63	Th	Thorium	90

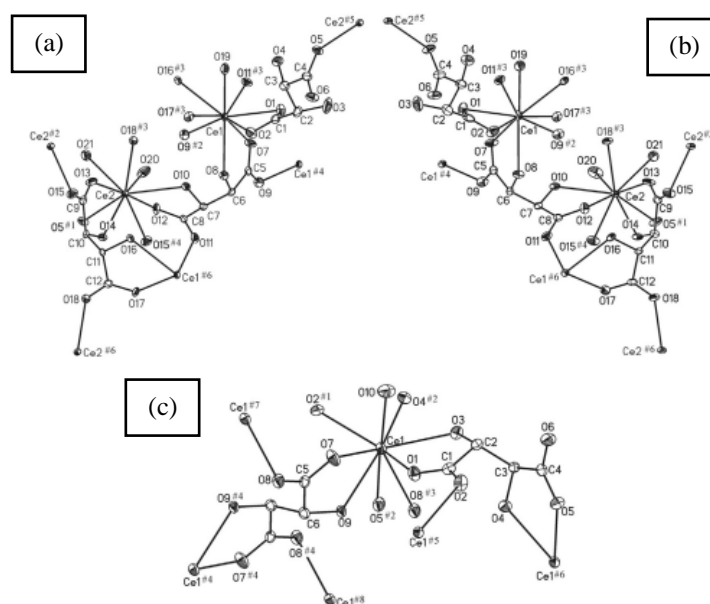
Sintesis kompleks MOF berbasis unsur tanah jarang pernah dilaporkan oleh Jiang, dkk., 2012 dengan menggunakan logam Dy(III) dan ligan tartrat. Kompleks yang diperoleh yakni $[\text{Dy}_2(\text{tar})_3(\text{H}_2\text{O})_2]_n$ yang mengkristal pada kisi ortorombik dengan *space group* $Iba2$. Atom pusat Dy memiliki koordinasi dengan 1 atom O dari ligan H_2O , dan 7 atom O dari 4 gugus karboksil, sedangkan gugus 3 alfa dari asam tartrat memiliki geometri *dodecahedron* terdistorsi. Gambar 2.9 merupakan bentuk pengikatan kompleks antara Dy(III) dan ligan tartrat.



Gambar 2.9 Struktur dan pola koordinasi dari kompleks $[\text{Dy}_2(\text{tar})_3(\text{H}_2\text{O})_2]_n$ berdasarkan data *Single Crystal XRD*

Selain unsur tanah jarang Dy (III), terdapat beberapa unsur tanah jarang lain yang digunakan dalam sintesis MOF berbasis tartrat. Penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Qi, dkk. (2014) berhasil memanfaatkan logam cerium (CeO_2) dan ligan asam *L*-tartrat (*D*-(-)-*tartaric acid*, *L*-(+)-*tartaric acid*, dan meso-(-)-*tartaric acid*). Penggunaan unsur tanah jarang seperti Ce(III) menunjukkan bilangan

koordinasi yang tinggi yang memiliki keunggulan dalam perakitan struktur kompleks dimensi tinggi. Sedangkan empat bentuk isomer asam *L*-tartrat yakni *D*-(-), *L*(+), campuran rasemat dan meso akiral juga dapat berkontribusi terhadap keragaman struktural kompleks MOF yang dihasilkan. Qi, dkk. (2014) melaporkan bahwa ligan tartrat dengan berbagai isomer dapat berperan secara maksimal sebagai *linker* organik yang dapat menghubungkan ion pusat Ce(III) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.10. Pada gambar tersebut dapat dilihat bagaimana sisi koordinasi dari kompleks MOF yang terbentuk ketika menggunakan logam Ce(III) sebagai ion pusat dan *linker* berbasis tartrat sebagai ligan. Terlihat bahwasanya atom pusat Ce(III) memiliki bilangan koordinasi sembilan pada ketiga senyawa Ce(III)-MOF yang terbentuk, bilangan koordinasi kompleks Ce(III) lebih tinggi jika dibandingkan dengan bilangan koordinasi kompleks Dy(III).



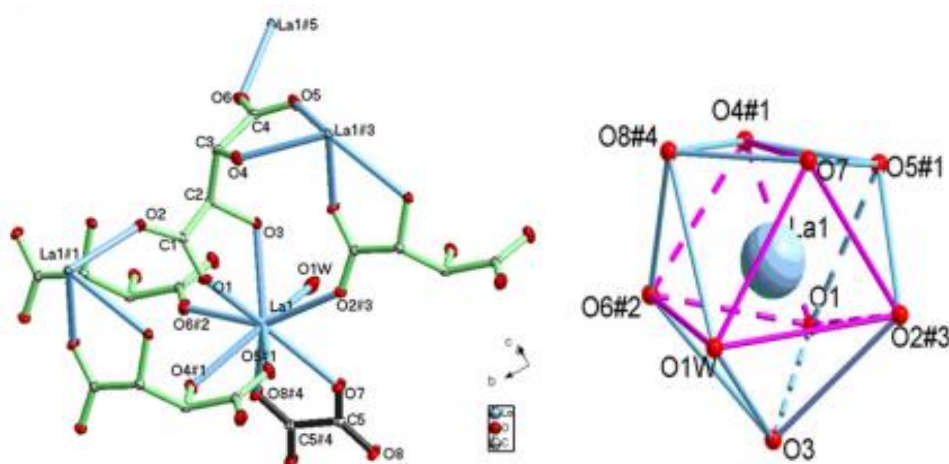
Gambar 2.10. Sisi koordinasi dari kompleks MOF (a) $[\text{Ce}_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{D-tar})_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; (b) $[\text{Ce}_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{L-tar})_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$; dan (c) $\text{Ce}(\text{H}_2\text{O})(\text{meso-tar})_{1.5}$.

Jiang, dkk. (2012) juga melaporkan hasil dari penelitiannya mengenai sintesis dan karakterisasi struktural dari tujuh MOF dengan rumus umum $[R_2(\text{tar})_3(\text{H}_2\text{O})_2]_n$ untuk R adalah *Rare Earth Element* (R= Y, Sm, Eu, Tb, Dy) dan $[R_2(\text{tar})_2(\text{C}_2\text{O}_4)(\text{H}_2\text{O})_2]_n \cdot 4n\text{H}_2\text{O}$ untuk R adalah *Rare Earth Element* (R= Nd, La). Prekursor yang digunakan adalah asam *L*-tartrat (H_2tar) dengan oksida logam tanah jarang (R_2O_3). Struktur yang diperoleh ketika menggunakan (R= Y, Sm, Eu, Tb, Dy) adalah bersifat isostruktural (dari kelima senyawa kompleks MOF yang dihasilkan memiliki kemiripan struktur kimia) dan mengkristal dalam kisi ortorombik *non-centrosymmetric* dan *space group Iba2*. Berbeda dengan struktur yang diperoleh ketika menggunakan jenis unsur tanah jarang lainnya (R= Nd, La).

2.3 Kompleks MOF Lantanum(III) dengan Ligan Tartrat

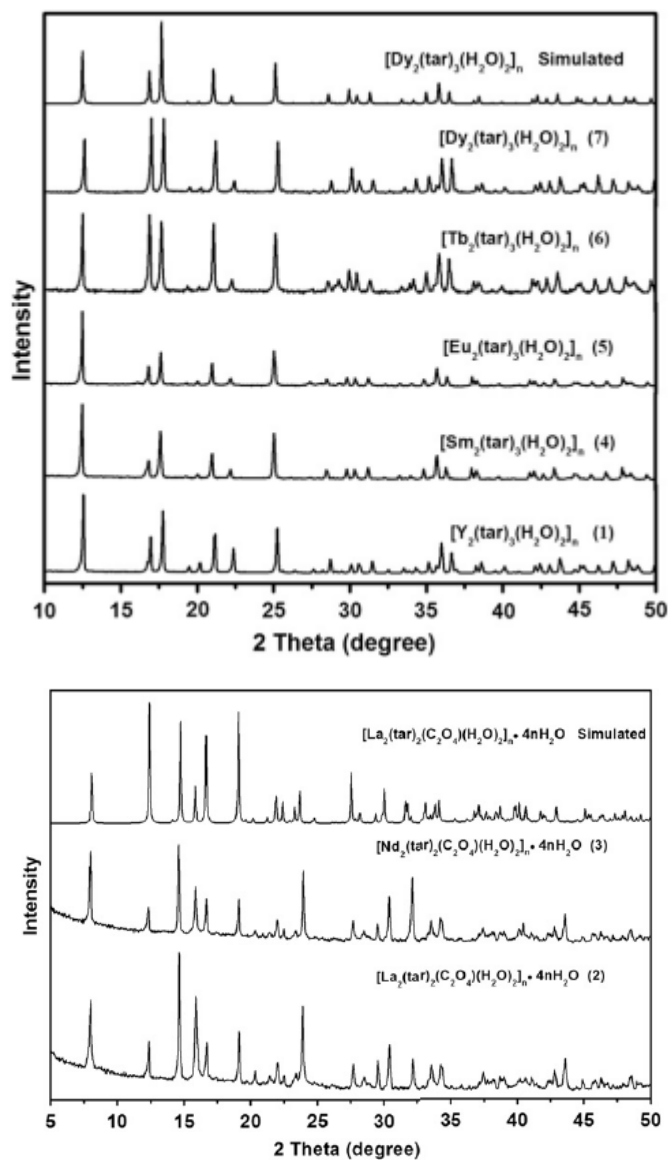
Lantanum merupakan logam yang relatif melimpah di kerak bumi yang umumnya ditemukan bersama dengan serium dan unsur-unsur lain dalam mineral tanah jarang seperti monasit dan bastnasit. Kelimpahan lantanum (La) di dalam series lantanida berada di posisi kedua setelah serium (Ce), yakni di dalam kerak bumi untuk lantanum 39 ppm dan cerium 66,5 ppm. Logam lantanum ditemukan pada tahun 1839 oleh ahli kimia Swedia Carl Mosander sebagai pengotor dalam sampel serium nitrat, yang diperoleh dari proses pemanasan sampel dan kemudian mengencerkannya dalam asam nitrat untuk mendapatkan lantanum oksida (Bunzli dan Eliseeva, 2013). Sintesis MOF yang memanfaatkan logam lantanum sebagai ion pusatnya dan ligan asam *L*-tartrat sebagai *linker* dilaporkan memiliki struktur isomorf dan mengkristal dalam kisi monoklinik dan *space group P2₁/c*. La(III) sebagai atom pusat terkoordinasi dengan 1 atom O dari molekul aquo (H_2O), dua atom oksigen dari satu ion oksalat ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$) dan enam atom oksigen dari empat

gugus karboksil dan dua gugus α -hidroksil dari empat ligan asam tartar sesuai pada Gambar 2.11. Prekursor lantanum yang digunakan pada penelitian Jiang, dkk. (2012) adalah La_2O_3 dengan ligan asam *L*-tartrat suhu 160°C selama 72 jam. Kompleks MOF yang dihasilkan adalah kristal tidak berwarna *yield* sebesar 35% dengan rumus kimia $[\text{La}_2(\text{tar})_2(\text{C}_2\text{O}_4)(\text{H}_2\text{O})_2]_n \cdot 4n\text{H}_2\text{O}$ (Jiang, dkk., 2012).



Gambar 2.11. Struktur dan pola koordinasi dari kompleks $[\text{La}_2(\text{tar})_2(\text{C}_2\text{O}_4)(\text{H}_2\text{O})_2]_n \cdot 4n\text{H}_2\text{O}$

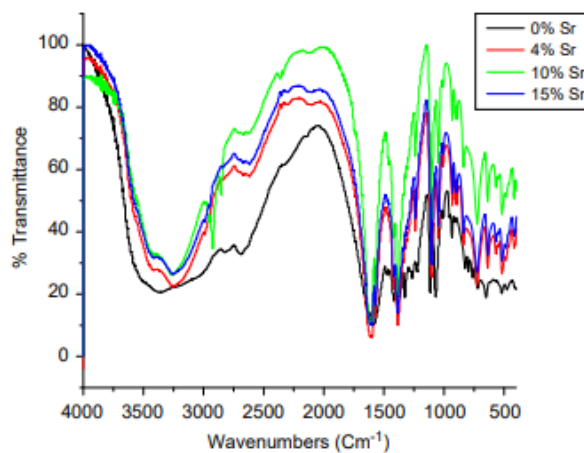
Hasil dari proses karakterisasi menggunakan *powder* XRD untuk senyawa kompleks MOF di atas yang menggunakan unsur tanah jarang La(III) dengan ligan tartrat ditunjukkan pada Gambar 2.12. Difraktogram yang diperoleh dari keseluruhan kompleks yang disintesis menunjukkan pola posisi pada 2θ yang sama antar senyawa dengan perbedaan di ketinggian intensitasnya. Puncak pada difraktogram akan muncul dengan intensitas tertinggi pada posisi $2\theta^\circ$ sekitar 18 untuk kompleks $[\text{La}_2(\text{tar})_2(\text{C}_2\text{O}_4)(\text{H}_2\text{O})_2]_n \cdot 4n\text{H}_2\text{O}$ dan dapat diindikasikan bahwa kristal MOF yang diharapkan telah terbentuk.



Gambar 2.12. Hasil karakterisasi *Powder XRD* $[R_2(\text{tar})_3(\text{H}_2\text{O})_2]_n$ untuk R adalah *Rare Earth Element* ($R = \text{Y, Sm, Eu, Tb, Dy}$) dan $[R_2(\text{tar})_2(\text{C}_2\text{O}_4)(\text{H}_2\text{O})_2]_n \cdot 4n\text{H}_2\text{O}$ untuk R adalah ($R = \text{Nd, La}$) dan (Jiang, dkk., 2012).

Karakterisasi yang digunakan pada penelitian kali ini selain *Powder XRD* adalah UV-Vis DRS, FTIR, dan juga SEM. Sesuai dengan yang dilaporkan oleh Firdous, dkk. (2009) yang melakukan modifikasi komposisi pada senyawa kompleks lantanum tartrat dengan menambahkan doping 4-15% stronsium (Sr),

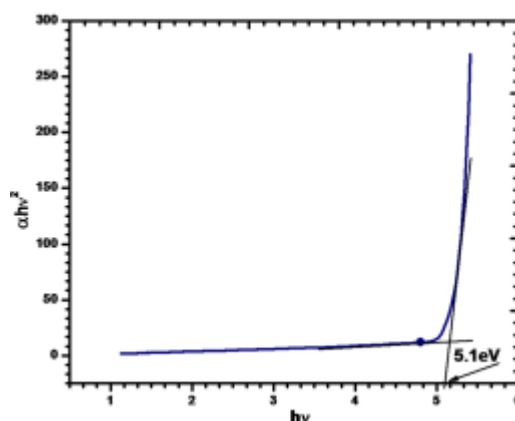
bahwasanya diperoleh hasil spektra FTIR yang akan menunjukkan serapan pada bilangan gelombang tertentu sesuai pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Spektra FTIR dari $(La)C_4H_4O_6 \cdot 5H_2O$ murni atau 0% Sr, terdoping 4% Sr, terdoping 10% Sr, dan terdoping 15% Sr (Firdous, dkk., 2009).

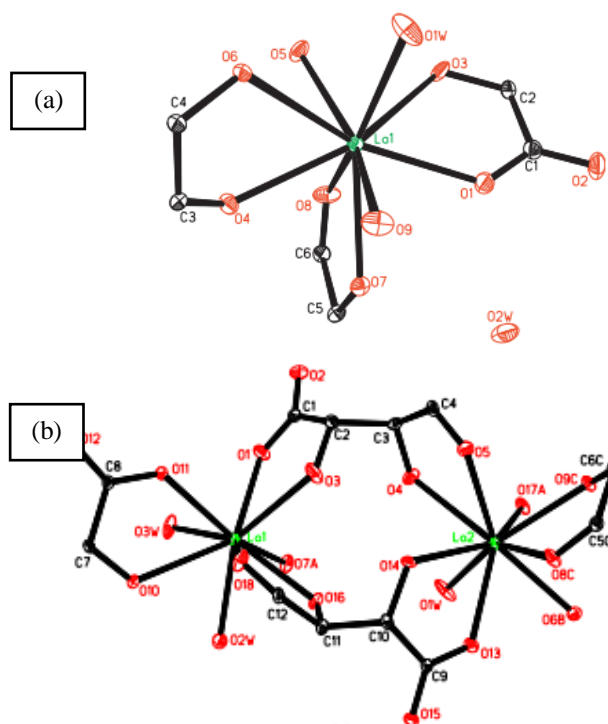
Spektra FTIR dari senyawa kompleks La(III)-Tartrat dapat dilihat pada Gambar 2.13, teridentifikasi pada bilangan gelombang 3129–3470 cm^{-1} terdapat puncak yang menunjukkan ikatan O-H *stretching* atau gugus hidroksil, pada bilangan gelombang 2853–2962 cm^{-1} terdapat puncak menunjukkan ikatan C-H, pada bilangan gelombang 1760 cm^{-1} terdapat puncak yang menunjukkan ikatan C=O karbonil, pada bilangan gelombang 1587 cm^{-1} terdapat puncak yang menunjukkan ikatan COO^- asimetris, pada bilangan gelombang 1392 cm^{-1} terdapat puncak yang menunjukkan ikatan COO^- simetris, pada bilangan gelombang 1223 cm^{-1} terdapat puncak menunjukkan ikatan C-C asimetris, pada bilangan gelombang 1135 cm^{-1} terdapat ikatan C(O-H), pada bilangan gelombang 760 cm^{-1} terdapat puncak yang menunjukkan adanya vibrasi *bending* La-O-H (Firdous, dkk., 2009).

Khan, dkk. (2020) melaporkan tentang pertumbuhan kristal tunggal pada asam *L*-tartrat. Penelitian tersebut menggunakan asam *L*-tartrat dengan kemurnian 98% yang direkristalisasi dengan melarutkannya di dalam pelarut air selama 3-4 jam. Proses panen kristal dilakukan setelah 14 hari sampai menghasilkan kristal tunggal yang mengkristal pada kisi monoklinik. Salah satu karakterisasi yang dilakukan adalah UV-Vis DRS ditunjukkan pada Gambar 2.14 yang menunjukkan nilai energi celah pita sebesar 5,1 eV (Khan, dkk., 2020).



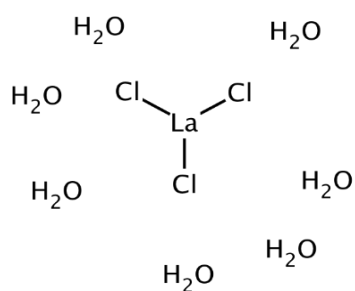
Gambar 2.14 Tauc`s plot dari kristal tunggal asam *L*-tartrat

Sintesis kompleks berbasis Lantanum(III)-Tartrat juga pernah dilakukan oleh Wang, dkk. (2010) menghasilkan dua kompleks yakni $[\text{La}(\text{TTA})_{1.5}(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan $\text{La}_2(\text{TTA})_3(\text{H}_2\text{O})_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ mengkristal pada kisi monoklinik dengan *space group* $P2_1/c$. Lantanum yang digunakan berasal dari La_2O_3 . Suhu sintesis yang digunakan adalah 170°C selama 60 jam. Gambar 2.15 merupakan bentuk pengikatan kompleks antara La(III) dan ligan tartrat. Terlihat bahwasanya atom pusat La(III) memiliki bilangan koordinasi sembilan pada kedua senyawa La(III)-Tartrat yang terbentuk.



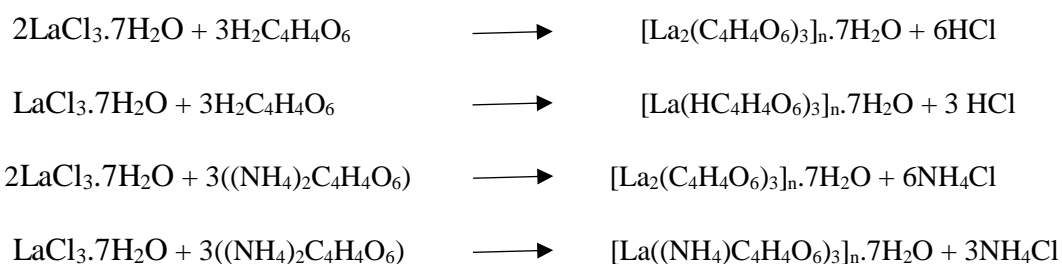
Gambar 2.15. Pola koordinasi yang terbentuk pada kompleks (a) $[\text{La}(\text{TTA})_{1.5}(\text{H}_2\text{O})]\cdot\text{H}_2\text{O}$; dan (b) $\text{La}_2(\text{TTA})_3(\text{H}_2\text{O})_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Garam lantanum yang digunakan pada penelitian kali ini adalah $\text{LaCl}_3\cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Massa molekul relatif sebesar 371,37 gram/mol. Struktur dari $\text{LaCl}_3\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ terdiri dari garam anorganik dari kation logam La(III) dan anion klorida yang ditunjukkan pada Gambar 2.16. Terhitung donor ikatan hidrogen sebanyak 7 dan akseptor ikatan hidrogen sebanyak 10 (Guerreiro, dkk., 2021).

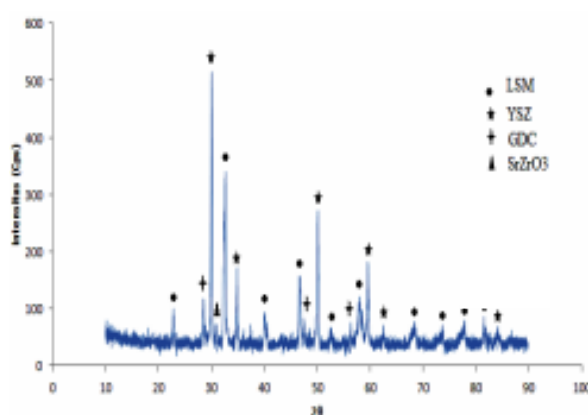


Gambar 2.16. *Lanthanum(III) chloride heptahydrate* (Guerreiro, dkk., 2021).

Reaksi yang terjadi antara logam La(III) yang berasal dari prekursor $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan tartrat yang berbasis asam dalam hal ini adalah asam *L*-tartrat ($\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) dan yang berbasis basa dalam hal ini diamonium tartrat ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) bisa dilihat pada mekanisme reaksi di bawah ini, dari reaksi tersebut bisa dilihat bahwasanya terdapat dua kemungkinan produk yang terbentuk dari setiap jenis senyawa tartrat yang digunakan ketika berikatan dengan logam La(III) (Kotru, dkk., 2010).



Septiani, dkk. (2013) melaporkan mengenai keutamaan penggunaan prekursor $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam melakukan analisis sifat listrik *Lanthanum Strontium Manganite* (LSM). Prekursor $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; $\text{SrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; dan $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dicampur dengan menggunakan asam nitrat dan di larutkan oleh aquades. Pembuatan serbuk LSM tersebut dilakukan dengan metode sol gel dengan suhu kalsinasi 1.000°C selama 4 jam. Pengontrolan pH dilakukan dengan menambahkan NH_4OH sampai mencapai pH 5. Larutan dipanaskan pada suhu 80°C hingga menjadi sol dan dikeringkan pada suhu 200°C . Hasil karakterisasi XRD ditunjukkan pada Gambar 2.17 yang menjelaskan bahwasanya produk mengisi pada sistem kristal monoklinik dan terdapat nilai $2\theta/^\circ$ dengan intensitas tertinggi pada 30.



Gambar 2.17 Pola difraksi pada *Lanthanum Strontium Manganite*

2.4 Sintesis Kompleks MOF dengan Metode Solvotermal

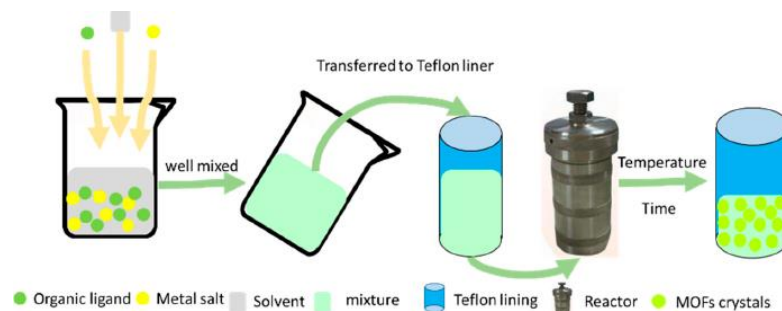
Sintesis material anorganik dapat dilakukan dengan berbagai macam metode seperti metode hidrotermal, metode solvotermal, metode sonokimia, metode elektrokimia, dan lain-lain. Pada umumnya, kompleks La(III)-Tartrat disintesis dengan metode solvotermal (Ramaraj, dkk., 2018). Proses solvotermal merupakan salah satu metode dengan teknik sederhana serta prosesnya tidak memerlukan peralatan khusus yang mahal. Berikut merupakan tabel 2.2 yang menunjukkan ringkasan beberapa metode yang dapat digunakan untuk melakukan sintesis MOF (Chen, dkk., 2020).

Tabel 2.2. Metode Sintesis

Garam logam + Ligan + Pelarut					
	Hidrotermal	Solvotermal	<i>Microwave</i>	Sonokimia	Elektrokimia
Energi	Energi termal	Energi termal	Radiasi gelombang mikro	Radiasi ultrasonik	Energi listrik
Waktu	24 jam sampai 120 jam	4 jam sampai 96 jam	4 menit sampai 4 jam	30 menit sampai 180 menit	10 menit sampai 30 menit
Suhu	373 – 1273 K	353 - 453 K	303 - 373 K	273 - 313 K	273 – 303 K

Sintesis dengan menggunakan metode solvotermal sudah banyak dilakukan dan populer diaplikasikan pada sintesis material anorganik. Solvotermal berasal dari kata solvo berarti pelarut dan termal berarti panas (Wang, dkk., 2018). Metode solvotermal adalah metode yang menggunakan pelarut selain air dan menggunakan energi panas yang dapat mengubah larutan menjadi kristal (Feng dan Li, 2017). Metode solvotermal harus dilakukan pada sistem tertutup untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan diatas titik didihnya. Sintesis solvotermal menjadi salah satu teknik yang banyak diaplikasikan untuk sintesis MOF. Penelitian terdahulu mengenai penggunaan metode solvotermal untuk sintesis MOF dengan berbagai aplikasi berhasil dilakukan oleh Chen, dkk. (2020) menggunakan Fe-MOF, Zr-MOF, Cu-MOF, dan Zn-MOF sebagai objek penelitiannya.

Kelebihan menggunakan metode solvotermal adalah sederhana, mampu menghasilkan kristalinitas dan kemurnian yang tinggi (Fulle, dkk., 2018), kristal dapat terbentuk secara langsung dari larutan dan memiliki kereaktifan tinggi (Peng, dkk., 2018). Kelebihan metode solvotermal pada sintesis Ln-MOF adalah mempermudah mengontrol kompleks yang telah terbentuk (bentuk, ukuran, dan kristalinitas), morfologi struktur kristal yang teratur, dan mampu meminimalkan tingkat kelarutan ligan pada kondisi suhu/tekanan yang tinggi (Younis, dkk., 2021). Kelebihan lain dari metode solvotermal adalah tahapan perlakuan yang dilakukan tidak sulit dilakukan sesuai dengan Gambar 2.18 (Bian, dkk., 2018). Sedangkan untuk kekurangan dari penggunaan metode solvotermal adalah membutuhkan waktu reaksi yang panjang, lebih dari 24 jam (Wang, dkk., 2018).



Gambar 2.18. Sintesis MOF Metode Solvothermal (Bian, dkk., 2018).

Sintesis MOF metode solvothermal melibatkan beberapa tahapan seperti pada Gambar 2.18, diawali proses pencampuran larutan logam dan ligan organik dalam pelarut pada sebuah *teflon lining* sampai homogen. Campuran larutan kemudian ditempatkan dalam reaktor bersuhu tinggi untuk memicu reaksi dalam wadah tertutup yang memungkinkan tekanan dan suhu yang meningkat cepat. Pada proses tersebut harus mempertahankan campuran di suhu tinggi ($> 100^{\circ}\text{C}$) pada waktu tertentu. Setelah reaksi terjadi, reaktor didinginkan sampai suhu kamar dan produk dicuci dengan larutan deionisasi (seperti air) untuk menghilangkan kontaminan. Produk kristal MOF dikeringkan dan kristal MOF murni dapat diperoleh (Bian, dkk., 2018).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Anorganik Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang dan Laboratorium Kimia Dasar Departemen Kimia FMIPA Universitas Brawijaya Malang. Analisa FTIR dilakukan di Departemen Kimia FMIPA Universitas Brawijaya Malang. Karakterisasi *powder* XRD dilakukan di Greenlabs (Glabs) Bandung. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium SEM Departemen Teknik Mesin Institut Teknologi Surabaya, serta karakterisasi UV-Vis DRS dilakukan di Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

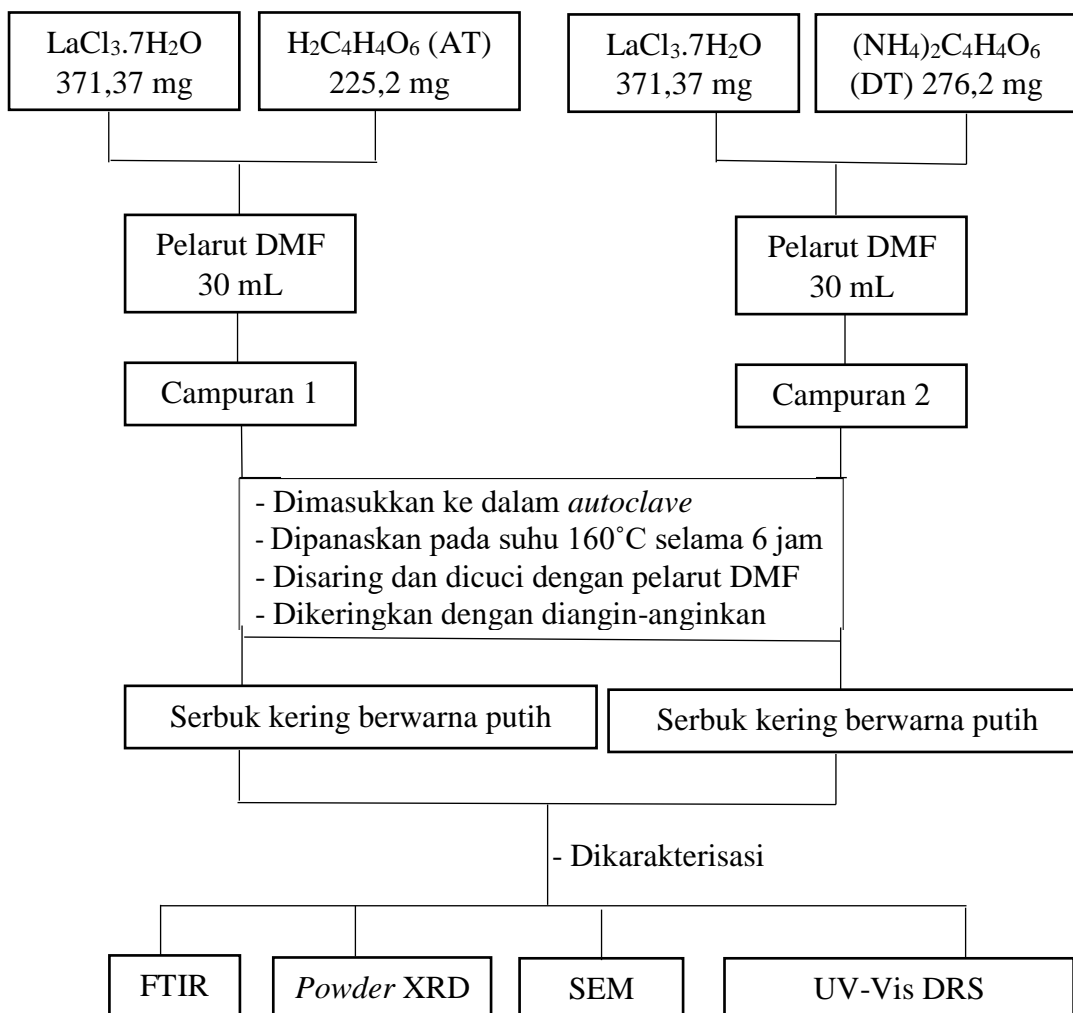
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, gelas arloji, spatula, *beaker glass* 30 mL, *beaker glass* 100 mL, batang pengaduk, corong gelas, erlenmeyer 100 mL, tabung reaksi, kertas saring, *hotplate*, *magnetic stirrer*, 100 ml teflon *lined stainless steel autoclave*, dan oven. Peralatan untuk karakterisasi terdiri dari seperangkat instrumen FTIR (SHIMADZU), seperangkat instrumen *powder* XRD (*Perkin-Elmer* 2400 II), seperangkat instrumen SEM, dan seperangkat instrumen UV-Vis DRS.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Lantanum(III) Klorida Heptahidrat ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), Asam *L*-tartrat (AT) ($\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$), Diamonium Tartrat (DT) ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$), NaOH 0,05 M dan N,N-Dimetilformamida ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$).

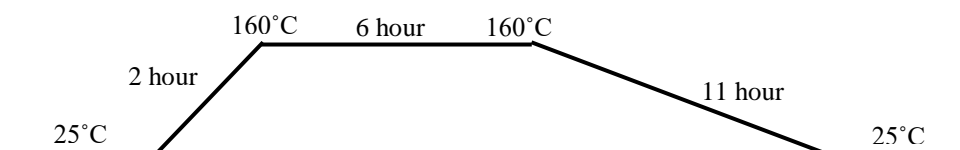
3.3 Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian dari proses sintesis kompleks lantanum(III)-tartrat ini dilakukan sebagaimana yang terdapat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Proses Sintesis Kompleks Lantanum(III)-Tartrat

Pengaturan suhu sintesis kompleks lantanum(III)-tartrat secara solvotermal pada penelitian kali ini dilakukan sebagaimana yang terdapat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Suhu Sintesis Kompleks Lantanum(III)-Tartrat

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:

1. Sintesis Solvotermal Kompleks Lantanum(III)-Tartrat

Proses ini mencakup proses homogenasi antara reaktan dan pelarut yang kemudian dimasukkan ke dalam autoklaf, dilanjutkan dengan proses pemanasan 160°C di dalam oven selama 6 jam, kemudian ditunggu laju penurunan suhu dari 160°C ke suhu ruang 25°C selama ± 11 jam, dilakukan filtrasi antara 2 fase sehingga diperoleh endapan yang kemudian dicuci dengan pelarut yang digunakan yakni DMF. Sampel diangin-anginkan selama 72 jam dan diletakkan pada desikator selama 48 jam sampai sampel siap untuk dikarakterisasi.

2. Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

Proses ini mencakup karakterisasi serta analisa produk menggunakan (a) FTIR untuk menganalisa gugus fungsi spesifik dari ligan tartrat di dalam kompleksnya, serta untuk mengetahui apakah masih terdapat sisa-sisa reaktan di produk, (b) *Powder XRD* untuk mengetahui perbedaan kristalinitas dan karakter struktur kompleks yang diperoleh sebagai akibat digunakannya sumber tartrat yang berbeda, (c) SEM, untuk mengamati struktur morfologi permukaan sampel dalam perbesaran yang tinggi yakni ($500\times - 20.000\times$) dengan menggunakan berkas elektron berenergi tinggi, dan (d) UV-Vis DRS, untuk mengetahui nilai energi celah pita senyawa produk.

3. Analisis Data

Analisis data yang akan dilakukan dalam penelitian kali ini adalah secara deduktif, yang mana setelah data sintesis diperoleh dibandingkan secara empiris dengan literatur dan penelitian terdahulu yang sudah dilaporkan sebelumnya.

Sintesis ini dilakukan untuk membandingkan data hasil karakterisasi kompleks lantanum(III)-tartrat dari kedua sumber ligan yang digunakan, yakni asam *L*-tartrat (AT) maupun diamonium tartrat (DT).

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Sintesis Solvotermal Kompleks Lantanum(III)-Tartrat

Sintesis kompleks La(III)-Tartrat dilakukan dengan mereaksikan prekursor $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (0,5 mmol) dan $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ (AT) (0,75 mmol) dalam 30 mL DMF. Selain itu, kompleks La(III)-Tartrat juga disintesis menggunakan senyawa tartrat yang lain, yakni $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ (DT) (0,75 mmol) dalam 30 mL DMF. Rasio mol yang digunakan antara $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ (AT) dan $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ (DT) adalah 2:3 sesuai pada Lampiran 2. Penggunaan rasio mol tersebut sesuai dengan perhitungan stoikiometri sehingga memiliki kemungkinan untuk menghasilkan produk hasil sintesis dengan kristalinitas tinggi. Proses sintesis keduanya dilakukan dengan perlakuan yang sama yakni dengan metode solvotermal. Sesuai dengan metode yang dilakukan oleh Jiang, dkk. (2012) sintesis kompleks La(III)-Tartrat pada penelitian ini dilakukan pada suhu 160°C selama 6 jam dengan adanya modifikasi pada variasi jenis senyawa tartrat. Penggunaan variasi jenis senyawa tartrat yang berbeda ditujukan untuk mempelajari perbedaan reaktifitas pada senyawa tartrat dalam pembentukan kompleks La(III)-Tartrat. Pengkondisian pH khusus dilakukan pada sintesis yang menggunakan senyawa asam *L*-tartrat (AT) untuk membentuk senyawa AT dalam bentuk ionnya. Pengkondisian pH untuk kompleks La(III)-Tartrat (AT) dilakukan dengan menambahkan 0,05 M NaOH sebanyak 7 tetes. Setelah tahap pengkondisian pH, larutan $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dicampur dengan larutan tartrat, lalu diaduk sampai homogen

di dalam *beaker glass*. Hal tersebut dilakukan bertujuan untuk mengoptimalkan reaksi antara $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan senyawa tartrat untuk membentuk kompleks.

Setelah proses pencampuran berlangsung, apabila diperoleh endapan maka dilakukan proses filtrasi sebelum proses solvotermal, sedangkan apabila tidak diperoleh endapan maka kedua campuran tersebut bisa langsung dimasukkan ke dalam *autoclave* untuk proses solvotermal. Secara lebih rinci beberapa perlakuan kondisi awal sintesis pada kompleks La(III)-Tartrat disajikan pada Tabel 3.1. Setelah proses solvotermal berlangsung terbentuk dua fasa dalam *autoclave* yang kemudian dipisahkan dengan menggunakan kertas saring dan dilakukan pencucian menggunakan DMF sesuai dengan pelarut yang digunakan. Padatan yang sudah terpisah diangin-anginkan pada suhu ruang selama 72 jam dan diletakkan di desikator selama 48 jam untuk menghilangkan kadar air yang masih terdapat pada produk.

Tabel 3.1 Kondisi awal sintesis kompleks La(III)-Tartrat

Sampel Kompleks	Sintesis ke:	+ 0,05 M NaOH	Rasio M:L (mmol)	pH		Suhu/Waktu (°C/Jam)
				Awal	Setting	
La(III)-Tartrat (AT)	1	7 tetes	2:3	2	5	160°C/ 6 jam
	2					
	3					
La(III)-Tartrat (DT)	1	-	2:3	5	5	160°C/ 6 jam
	2					
	3					

3.5.2 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

3.5.2.1 Karakterisasi Menggunakan FTIR

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan untuk menganalisa gugus fungsi spesifik dari lingkungan tartrat hasil sintesis dan untuk mengetahui apakah masih terdapat sisa-sisa reaktan pada produk. Tahapan yang dilakukan yakni kompleks dari La(III)-Tartrat hasil sintesis dicampur ke dalam KBr perbandingan 1:99. Media yang digunakan adalah mortar agat untuk mencampur sampel target dan KBr dengan cara menggerus bersamaan kedua bahan tersebut hingga halus dan tercampur sampai homogen. Kemudian diambil beberapa mg sampel untuk dicetak menjadi pelet. Proses analisis pada karakterisasi FTIR ini adalah dengan menempatkan pelet yang sudah terbentuk pada sampel holder yang telah disiapkan dan menggunakan daerah bilangan gelombang $400-4.000\text{ cm}^{-1}$.

3.5.2.2 Karakterisasi Menggunakan *Powder* XRD

Analisis pola *Powder* XRD dilakukan untuk mengetahui jenis struktur pada target sampel, tingkat kristalinitas serta kemurnian fasa produk. Hasil karakterisasi *Powder* XRD nantinya digunakan juga untuk mengetahui perbedaan kristalinitas dari kompleks yang diperoleh sebagai akibat pada sumber tartrat yang berbeda. Cuplikan sampel dari kompleks La(III)-Tartrat hasil sintesis dihaluskan hingga menjadi serbuk halus, kemudian dipress dengan alat press dan diletakkan pada sampel holder yang telah disediakan. Kemudian sampel disinari dengan sumber sinar Cu $K\alpha$ untuk sinar-X nya, skala 2θ sebesar $5-60^\circ$ ($\lambda = 1.5406^\circ\text{A}$).

3.5.2.3 Karakterisasi Menggunakan SEM

Karakterisasi dengan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan sampel La(III)-Tartrat dengan menggunakan berkas elektron berenergi tinggi.

Karakterisasi SEM memerlukan permukaan yang konduktif, sehingga sebelum dikarakterisasi, lapisan sampel tersebut disalut dengan platina sehingga permukaan sampel menjadi bersifat konduktif. Hasil karakterisasi SEM dipindai dengan perbesaran 5.000x; 7.000x; 10.000x; 15.000x; dan 20.000x untuk kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan 500; 5.000x; 7.000x; 10.000x; dan 15.000x untuk kompleks La(III)-Tartrat (DT).

3.5.2.4 Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi dengan UV-Vis DRS dilakukan untuk mengetahui nilai energi celah pita pada produk hasil sintesis. Sampel yang akan dianalisis ditempatkan pada sample holder, kemudian diukur reflektansinya pada rentang panjang gelombang 200-800 nm.

3.5.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi

a. Analisis Data FTIR

Data spektra yang diperoleh diolah dan dibandingkan dengan standart atau pembanding yang diperoleh dari senyawa tartrat yang digunakan, yakni asam *L*-tartrat dan diamonium tartrat yang diperoleh dari *Spectra Database for Organic Compounds* (SDBS) (<https://sdfs.db.aist.go.jp>). Kemudian keseluruhan data tersebut dilakukan *stecking* dengan menggunakan *software OriginPro*.

b. Analisis Data Powder XRD

Data yang diperoleh dari karakterisasi XRD ini adalah berupa difraktogram yang terdiri dari posisi puncak (2θ), nilai *d-spacing* dan intensitas puncak difraksi, yang kemudian dibandingkan dengan data kompleks dari La(III) dan ligan berbasis tartrat dari jurnal yang telah dilaporkan oleh Wang, dkk. (2010) dengan *space group*

$P2_1/c$, parameter kisi $a = 6,079$; $b = 7,691$; $c = 24,314$ dengan rumus kimia $C_6H_{10}La_1O_{11}$ yang terdapat pada database *software Findit* dan selanjutnya diolah melalui *software OriginPro*. Kemudian data dengan derajat kristalinitas terbaik dilakukan *refinement* dengan bantuan *software Rietica*. Derajat kristalinitas dihitung dengan metode *deconvolution* yang mengasumsikan puncak tajam difraktogram sebagai area kristal sedangkan puncak yang lebar diasumsikan sebagai amorf. Persamaan (3.1) yang digunakan sebagai berikut:

$$\text{Kristalinitas (\%)} = \frac{\text{Fraksi Luas Kristalin}}{\text{Luas Difraktogram}} \times 100 \dots \dots \dots (3.1)$$

Setelah diperoleh derajat kristalinitas pada setiap kompleks yang terbentuk, dilanjutkan dengan menghitung ukuran kristal dengan menggunakan prinsip *Debye-Scherrer* dengan persamaan (3.2), yakni:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \dots \dots \dots (3.2)$$

D adalah ukuran kristal, K adalah konstanta (0,9), λ adalah panjang gelombang radiasi ($1,54056 \text{ \AA}$), β adalah integrasi luas puncak refleksi (FWHM) dan θ adalah sudut difraksi.

c. Analisis Data SEM

Hasil karakterisasi SEM yang sudah diperoleh diolah dengan menggunakan *software image-J* untuk dihitung distribusi ukuran partikel serta untuk mengetahui nilai *R-square* (COD) pada permukaan kompleks La(III)-Tartrat yang dipindai.

d. Analisis Data UV-Vis DRS

Data UV-Vis DRS yang diperoleh berupa data reflektansi yang kemudian dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk dengan persamaan (3.3).

$$F(R) = \left(\frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{K}{S} \right) \dots \dots \dots (3.3)$$

$F(R)$ adalah faktor Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi molar, S adalah koefisien *scattering*, dan R adalah nilai reflektan yang diukur. Nilai energi celah pita ditentukan dari membuat plot antara energi foton ($h\nu$) sebagai sumbu x dan $(F(R).h\nu)^2$ sebagai sumbu y. Energi foton ($h\nu$) dihitung berdasarkan data panjang gelombang yang terukur, dimana $h\nu = hc/\lambda$ dengan c adalah tetapan cahaya dan h adalah tetapan *plank*. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x ($h\nu =$ energi celah pita) ketika y bernilai 0.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini, sintesis senyawa kompleks La(III)-*Tartrat* dilakukan dengan mereaksikan larutan $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan larutan tartrat dalam pelarut N,N-dimetilformamida (DMF). Sintesis dilakukan dengan metode solvotermal pada 160°C selama 6 jam. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi secara *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *X-Ray Diffraction Powder* (Powder XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *UV-Vis Diffuse Reflectance* (UV-Vis DRS).

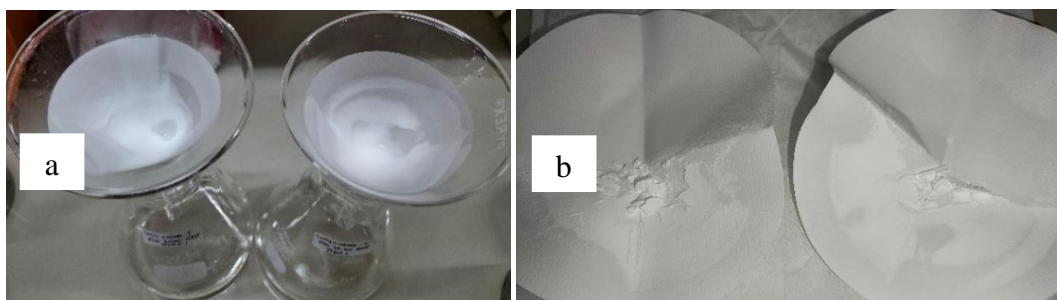
4.1 Hasil Sintesis Solvotermal Kompleks Lantanum(III)-Tartrat

Proses sintesis solvotermal untuk menghasilkan kompleks La(III)-Tartrat memerlukan pengkondisian pH campuran larutan M:L sebelum proses solvotermal. Pengkondisian pH tersebut khusus dilakukan pada sintesis yang menggunakan senyawa asam *L*-tartrat sehingga pH awal reaksi berubah dari 2 menjadi 5. Sementara untuk kompleks dengan ligan diamonium tartrat pH awal reaksi sudah 5, sehingga bisa langsung dilakukan proses solvotermal di dalam oven. Pengkondisian pH dilakukan dengan tujuan untuk menyesuaikan supaya reaksi yang terjadi pada kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan kompleks La(III)-Tartrat (DT) berada pada kondisi pH awal yang sama, perbandingan pH awal yang sama, sehingga kedua kompleks yang dihasilkan nantinya bisa dibandingkan hasilnya. Selain itu pada pH 5 diharapkan senyawa tartrat sudah berada dalam bentuk spesi ionnya $(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6)^{2-}$ karena pH tersebut sudah melebihi nilai pKa yang dimiliki oleh asam *L*-tartrat yakni diketahui $\text{pK}_{a1} = 2,98$ $\text{pK}_{a2} = 4,34$, artinya bahwa ketika pH berada di atas nilai pKa tersebut asam *L*-tartrat mampu untuk melepas proton ke dalam pelarut dalam kondisi setimbang. Spesi senyawa tartrat dalam bentuk

$(C_4H_4O_6)^{2-}$ diharapkan mampu bereaksi dengan logam La^{3+} dan mempercepat reaksi untuk membentuk kompleks La(III)-Tartrat.

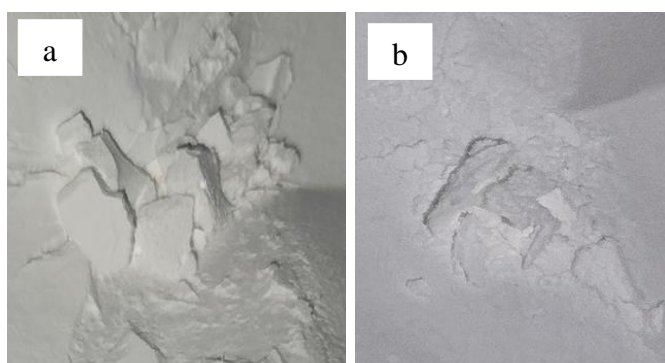
Penelitian Noviandari (2011) dilakukan untuk uji efektifitas tabir surya, ditetapkan rentang pH asam tartrat sebagai sumber *Alpha Hydroxy Acid* (AHA) dari 3,8-5,5. Firdous, dkk. (2009) melakukan modifikasi komposisi pada senyawa kompleks lantanum tartrat dengan menambahkan doping 4-15% stronsium menetapkan pH pada rentang 2,5-6. Selain itu, Herman, dkk. (2010) melaporkan tentang analisis kuantitatif neodimium, praseodimium, serium, dan lantanum dalam monasit dengan kromatografi cair kinerja tinggi pertukaran ion menggunakan asam tartrat sebagai pengompleks dengan variasi pH 3-5. Hasil yang diperoleh pemisahan yang cepat dan sempurna pada pH 5 (Herman dkk., 2010). Berdasarkan keterangan yang sudah dijelaskan di atas, mengindikasikan bahwasanya pada pH 5 reaksi yang terjadi pada senyawa tartrat untuk membentuk kompleks La(III)-Tartrat sudah efisien dan secara maksimal.

Proses sintesis yang dilakukan menggunakan asam *L*-tartrat tidak menghasilkan endapan sehingga tidak memerlukan filtrasi sebelum proses solvotermal, sedangkan proses sintesis dengan menggunakan diamonium tartrat menghasilkan endapan sehingga memerlukan filtrasi sebelum proses solvotermal. Hal tersebut dilakukan untuk membentuk campuran larutan M:L yang tidak keruh atau bening sehingga tidak mengganggu proses solvotermal yang berlangsung. Produk hasil sintesis setelah proses solvotermal berlangsung ditunjukkan pada Gambar 4.1 (a) dan Gambar 4.1 (b). Proses pengeringan produk hanya diangin-anginkan pada suhu ruang selama 72 jam lalu produk distabilkan di dalam desikator selama 48 jam.



Gambar 4.1 (a) Produk setelah proses solvotermal terbentuk 2 fasa;
(b) Produk setelah kering.

Massa padatan yang diperoleh berdasarkan hasil sintesis disajikan pada Tabel 4.1. Pengamatan secara visual diperoleh keseluruhan padatan berbentuk serbuk berwarna putih dan perbedaannya berada pada tekstur. Padatan hasil sintesis dari La(III)-Tartrat (AT) lebih halus tetapi ukuran kurang teratur atau kurang seragam jika dibandingkan dengan padatan hasil sintesis dari La(III)-Tartrat (DT) yang membentuk butiran kasar dan lebih teratur atau lebih seragam sesuai yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 (a) dan (b).



Gambar 4.2 (a) Produk hasil sintesis La(III)-Tartrat dari asam *L*-Tartrat (AT)
(b) Produk hasil sintesis La(III)-Tartrat Diamonium Tartrat (DT)

Tabel 4.1 Massa padatan La(III)-Tartrat yang diperoleh

Sampel	Massa LaCl ₃ .7H ₂ O	Massa H ₂ C ₄ H ₄ O ₆	Massa (NH ₄) ₂ C ₄ H ₄ O ₆	Wujud Produk	Massa Produk
La(III)-Tartrat (AT) 1					0,33 g
La(III)-Tartrat (AT) 2	0,371 g	0,225 g	-	Serbuk Putih	0,359 g
La(III)-Tartrat (AT) 3					0,368 g
rata – rata massa produk					0,352 g
La(III)-Tartrat (DT) 1					0,155 g
La(III)-Tartrat (DT) 2	0,371 g	-	0,276 g	Serbuk Putih	0,153 g
La(III)-Tartrat (DT) 3					0,154 g
rata – rata massa produk					0,154 g

Tabel 4.1 di atas menjelaskan bahwasanya dengan adanya variasi jenis senyawa tartrat yang digunakan, maka massa produk sintesis yang diperoleh akan berbeda. Massa produk dari jenis senyawa tartrat yang sama atau sejenis akan menghasilkan massa yang signifikan, sedangkan massa produk dari jenis senyawa tartrat yang berbeda menghasilkan perbedaan yang signifikan. Hasil sintesis yang dilakukan dari asam *L*-tartrat dan diamonium tartrat masing-masing dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan (triplo) dengan mendapatkan hasil massa rata-rata produk sebanyak 0,352 gram pada kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan sebanyak 0,154 gram pada kompleks La(III)-Tartrat (DT). Perbedaan rata-rata produk dari keduanya didapatkan karena pada saat proses sintesis dengan menggunakan asam *L*-tartrat tidak memerlukan filtrasi karena tidak menghasilkan endapan sebelum proses solvotermal, sedangkan proses sintesis dengan menggunakan diamonium tartrat memerlukan filtrasi karena diperoleh endapan sebelum proses solvotermal. Proses

filtrasi pada sintesis dengan asam *L*-tartrat hanya dilakukan 1 kali setelah proses solvotermal dan sintesis dengan diamonium tartrat dilakukan filtrasi sebanyak 2 kali yakni sebelum dan sesudah solvotermal. Filtrasi sebelum solvotermal yang dilakukan pada proses sintesis kompleks La(III)-Tartrat (DT) mempengaruhi massa awal diamonium tartrat yang digunakan sehingga berdampak pada massa akhir produk yang diperoleh.

Berdasarkan penjelasan di atas mengenai proses sintesis solvotermal kompleks La(III)-Tartrat dengan menggunakan variasi jenis senyawa tartrat, maka diperoleh informasi bahwasanya pelarut yang digunakan yakni DMF mampu melarutkan secara sempurna asam *L*-tartrat sehingga menghasilkan larutan campuran M:L yang homogen, sementara kemampuan DMF dalam melarutkan diamonium tartrat tidak sebaik pada asam *L*-tartrat sehingga tidak menghasilkan larutan campuran M:L yang homogen. Hal tersebut akan mempengaruhi hasil rendemen yang diperoleh dari kedua kompleks La(III)-Tartrat yang terbentuk. Produk hasil sintesis kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan La(III)-Tartrat (DT) setelah diuji kelarutan dengan DMF menghasilkan produk kompleks tidak larut di dalam pelarut DMF, sehingga DMF yang digunakan pada proses pencucian setelah solvotermal tidak mempengaruhi produk hasil sintesis yang diperoleh. Pelarut DMF bersifat polar aprotik (hidrofilik) yang artinya tidak memiliki atom hidrogen yang terikat pada oksigen, nitrogen atau fluor dan tidak mampu mengikat hidrogen sehingga kemungkinan DMF akan bereaksi dengan produk hasil sintesis sangat kecil. Selain itu pada proses sintesis solvotermal kompleks La(III)-Tartrat (AT) perlu dilakukan pengkondisian pH yakni dengan menambahkan 0,05 M NaOH sampai pH 5. Jika kompleks asam *L*-tartrat tidak diubah pH nya dan sesuai di pH awal yakni 2, maka diindikasikan

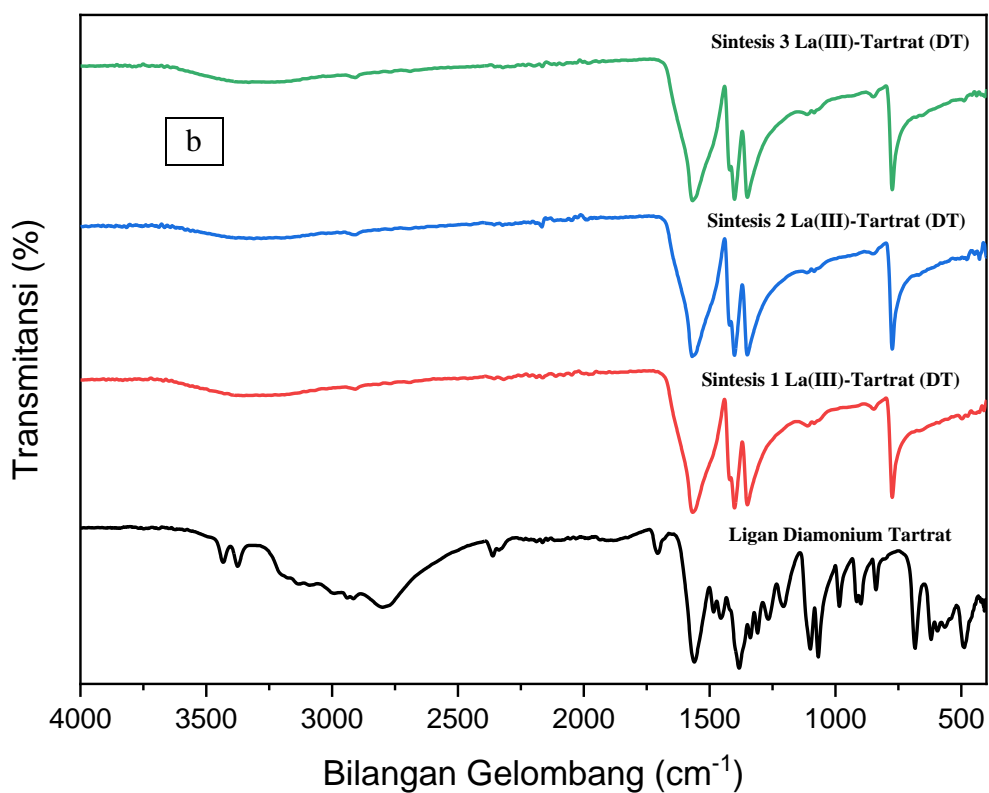
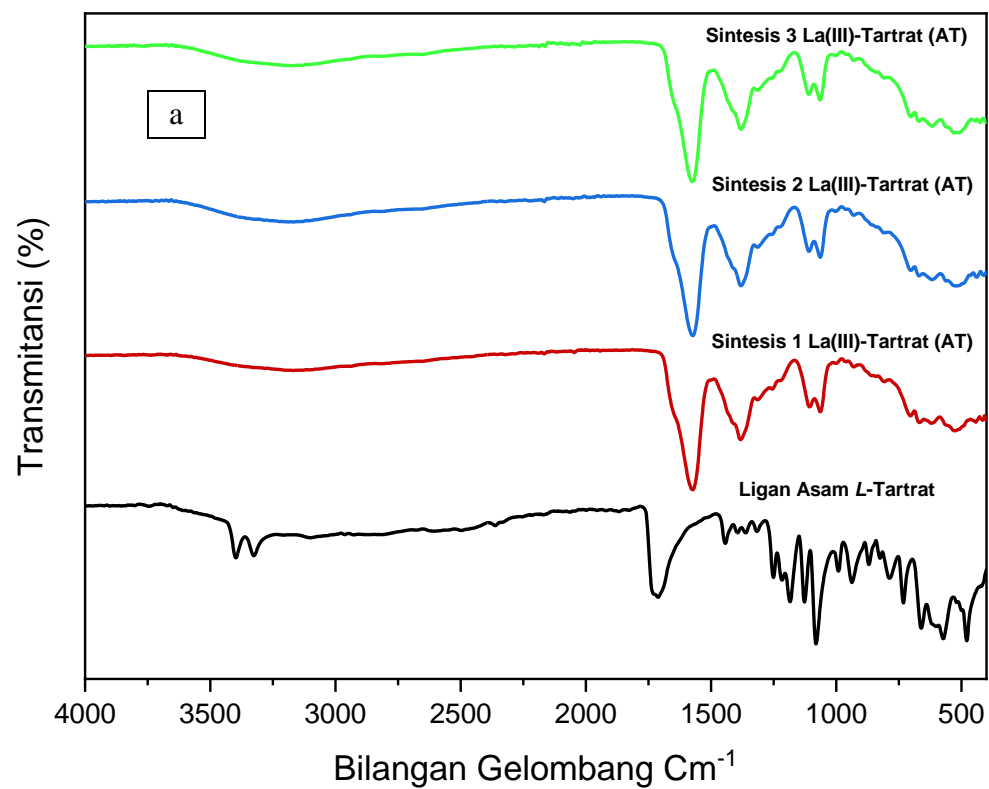
kompleks tidak akan terbentuk karena pH 2 tidak melebihi nilai pK_{a1} sehingga senyawa tartrat masih dalam keadaan netral belum terbentuk spesi ionnya. Sementara pada kompleks dari diamonium tartrat tidak perlu pengkondisian pH di awal reaksi karena nilai pH awal reaksi sudah 5.

4.2 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis

Padatan hasil sintesis akan dikarakterisasi secara *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *X-Ray Diffraction Powder (Powder XRD)*, *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)*.

4.2.1 Hasil Karakterisasi Kompleks La(III)-Tartrat Menggunakan FTIR

Karakterisasi dengan spektrofotometer FTIR dilakukan pada senyawa hasil sintesis dengan tujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari ligan tartrat yang digunakan, serta untuk mengidentifikasi terbentuk tidaknya kompleks La(III)-Tartrat pada produk hasil sintesis. Proses ini penting dilakukan karena setiap senyawa organik akan menghasilkan spektra yang berbeda-beda dan memiliki ciri khas masing-masing dengan puncak struktural yang sesuai dengan gugus fungsi yang menyusun suatu senyawa tersebut. Gugus fungsi yang diharapkan ada dalam senyawa hasil sintesis adalah gugus khas yang dimiliki oleh senyawa tartrat yakni gugus *O-H stretch*, *C=O stretch*, *C-O stretch* dan *C-H bend*. Gugus fungsi tersebut bisa mengalami pergeseran bilangan gelombang dikarenakan reaksi yang sudah terjadi antara logam dengan ligan yang direaksikan secara solvotermal. Adanya gugus yang hilang dan gugus baru yang muncul mengindikasikan ikatan M-O pada produk hasil sintesis sudah terbentuk. Hasil spektra FTIR dari kompleks La(III)-Tartrat disajikan pada Gambar 4.3 dan secara rinci disajikan pada Tabel 4.2.



Gambar 4.3 Spektra FTIR hasil sintesis: (a) kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan (b) kompleks La(III)-Tartrat (DT)

Tabel 4.2 Data dan interpretasi spektra FTIR pada kompleks La(III)-Tartrat

Gugus Fungsi Terkait	Bilangan Gelombang Asam <i>L</i> -tartrat (cm ⁻¹)	Bilangan Gelombang La(III)-Tartrat (AT) yang teramati pada sampel (cm ⁻¹)		
		Sintesis 1	Sintesis 2	Sintesis 3
O-H <i>stretch</i>	3106,29	3166,19	3169,04	3174,75
C=O <i>stretch</i>	1715,73	-	-	-
C-O <i>stretch asymmetric</i>	1444,75 ;	1573,11 ;	1573,11 ;	1574,54 ;
	1317,82 ;	1382 ;	1380,57 ;	1380,57 ;
	1252,21 ;	1313,54 ;	1314,97 ;	1314,97 ;
	1220,84 ;	1255,07 ;	1257,92 ;	1226,54 ;
C-O <i>stretch symmetric</i>	1129,56 ;	1106,74 ;	1109,59 ;	1109,59 ;
	1083,92 ;	1063,95 ;	1063,95 ;	1063,95 ;
C-H <i>bend</i>	939,87 ;	929,89	929,89	929,89
M-O	-	703,12	701,70	701,70
Gugus Fungsi Terkait	Bilangan Gelombang Diamonium Tartrat (cm ⁻¹)	Bilangan Gelombang La(III)-Tartrat (DT) yang teramati pada sampel (cm ⁻¹)		
		Sintesis 1	Sintesis 2	Sintesis 3
N-H <i>stretch</i>	3432,89 ;	-	-	-
	3375,84 ;	-	-	-
O-H <i>Stretch</i>	3131,96	3320,22	3281,71	3300,25
C-H <i>stretch</i>	2915,18	2908,05	2909,47	2908,05
C=O <i>stretch</i>	1707,18	-	-	-
C-N	1560,28	1567,41	1568,83	1567,41
C-O <i>stretch asymmetric</i>	1484,69 ;	1420,51 ;	1420,51 ;	1420,51 ;
	1456,16 ;	1400,54 ;	1400,54 ;	1400,54 ;
C-O <i>stretch symmetric</i>	1099,61 ;	1111,02 ;	1112,45 ;	1112,45 ;
	1068,23 ;	1083,92 ;	1083,92 ;	1083,92 ;
C-H <i>bend</i>	898,51	848,60	851,45	850,02
M-O	-	774,43	774,43	774,43
O-H <i>bend</i>	683,16	667,47	670,32	658,91

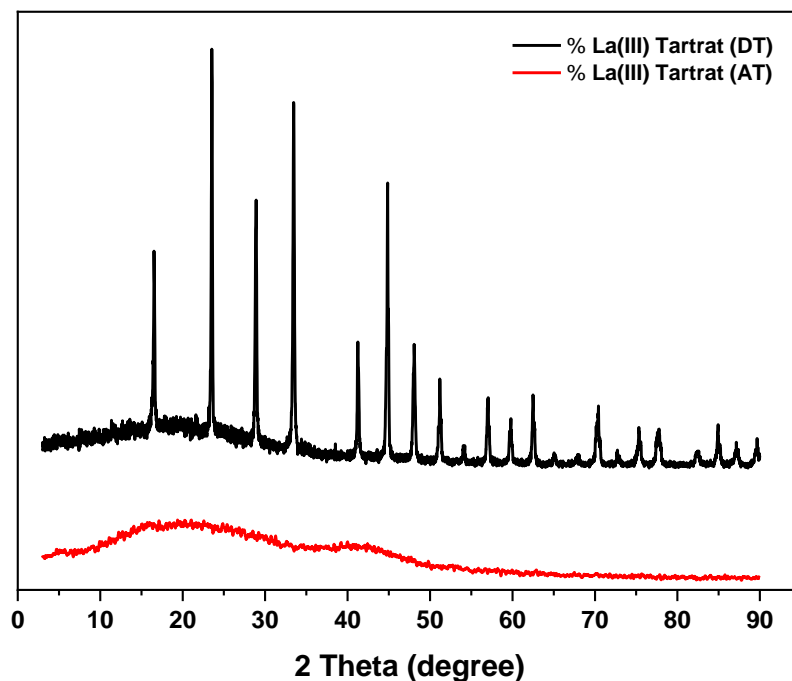
Pada spektra di daerah bilangan gelombang 3300-3100 cm⁻¹ terdapat pita serapan vibrasi regangan dari gugus O-H. Pita serapan khas juga muncul pada daerah bilangan gelombang 1773 cm⁻¹ dari vibrasi regangan gugus karbonil (C=O). Vibrasi regangan dari gugus C-H alkil juga ditunjukkan pada daerah bilangan

gelombang 2908 cm^{-1} . Sedangkan pada bilangan gelombang $1060\text{-}2063\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus C-O dari tartrat. Gugus N-H terdeteksi pada bilangan gelombang $3500\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi tekuk gugus C-H juga teridentifikasi pada bilangan gelombang $929\text{-}851\text{ cm}^{-1}$ dan teridentifikasi pita serapan pada daerah panjang gelombang 760 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi M-O (Metal-Oksigen), sebagaimana dilaporkan oleh Firdous, dkk. (2009). Pada kompleks La(III)-Tartrat (AT) M-O terdeteksi pada bilangan gelombang $703,12\text{ cm}^{-1}$ dan untuk kompleks La(III)-Tartrat (DT) M-O terdeteksi pada bilangan gelombang $774,43\text{ cm}^{-1}$ yang mana terbentuk ikatan baru yang tidak muncul pada prekursor AT dan DT.

Bilangan gelombang yang dihasilkan sintesis 1 sampai 3 pada kompleks La(III)-Tartrat (AT) tidak terdapat perbedaan signifikan sehingga diindikasikan bahwasanya senyawa kompleks La(III)-Tartrat yang diperoleh memiliki kandungan senyawa dan struktur yang sama, begitu juga dengan kompleks La(III)-Tartrat (DT). Berdasarkan penjelasan di atas dapat dikonfirmasi bahwasanya produk yang dihasilkan kompleks asam *L*-tartart dan diamonium tartrat mengandung tartrat dan membentuk senyawa kompleks tartrat.

4.2.2 Hasil Karakterisasi Kompleks La(III)-Tartrat Menggunakan XRD

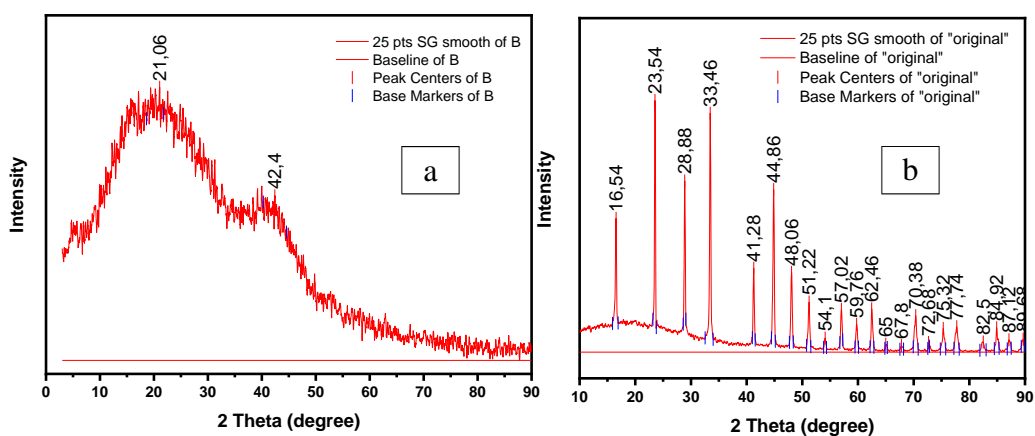
Karakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X dilakukan untuk menganalisis perbedaan karakter struktur dan juga tingkat kristalinitas akibat digunakannya sumber tartrat yang berbeda. Berdasarkan hasil karakterisasi *Powder XRD* dari kompleks La(III)-Tartrat dapat diasumsikan bahwasanya penggunaan ligan dari jenis senyawa tartrat yang berbeda akan menghasilkan kompleks dengan tingkat kristalinitas yang berbeda. Difraktogram hasil karakterisasi *Powder XRD* ditampilkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Difraktogram kompleks La(III)-Tartrat dari asam *L*-tartrat (bawah) dan dari diamonium tartrat (atas)

Berdasarkan Gambar 4.4 diperoleh produk hasil sintesis dari kompleks La(III)-Tartrat yang berbeda, ditunjukkan dengan difraktogram tersebut bahwasanya kompleks La(III)-Tartrat yang berasal dari ligan asam *L*-tartrat memiliki struktur amorf dengan terindikasi banyaknya nois yang muncul dan tidak terdapat serapan puncak-puncak yang tajam, sedangkan untuk kompleks La(III)-Tartrat yang berasal dari ligan diamonium tartrat memiliki struktur kristal dengan ditunjukkan adanya serapan puncak-puncak yang tajam. Kristalinitas dari kedua kompleks yang dihasilkan berbeda dikarenakan adanya pengaruh dari faktor waktu lama proses sintesis. Indikasi kurang lamanya proses sintesis solvotermal khususnya pada kompleks La(III)-Tartrat (AT) adalah penyebab kristalinitas kompleks menjadi rendah bahkan dari difraktogram yang diperoleh berbentuk amorf. Pada penelitian yang dilakukan oleh Wang, dkk. (2010) dengan

menggunakan prekursor La_2O_3 dan asam *L*-Tartrat sebagai ligan membutuhkan waktu 60 jam. Proses sintesis solvotermal yang dilakukan untuk memperbesar diperolehnya produk kristalin pada kompleks La(III)-Tartrat perlu dipertimbangkan adanya penambahan lama waktu sintesis dan adanya penggunaan laju penurunan kecepatan suhu solvotermal (*degrees in rate*). Penelitian kali ini karena terdapat keterbatasan dari alat oven yang digunakan sehingga tidak bisa dilakukan pengaturan pada laju penurunan suhu dan hanya terhitung sekitar 11 jam dari suhu konstan menuju suhu ruang sehingga mempengaruhi produk hasil sintesis yang diperoleh. Puncak difraksi pada kompleks La(III)-Tartrat yang diperoleh ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Puncak difraksi pada posisi $2\theta(^{\circ})$ tertentu pada (a) kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan (b) kompleks La(III)-Tartrat (DT)

Seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.5 kedua sampel menunjukkan pola difraksi yang berbeda secara signifikan. Beberapa puncak difraksi yang diperoleh dari kompleks La(III)-Tartrat yang berasal dari ligan asam *L*-tartrat terdeteksi di sekitar sudut $2\theta = 21,06$ dan $42,4$. Sedangkan data puncak difraksi yang terdeteksi

pada kompleks La(III)-Tartrat yang berasal dari ligan diamonium tartrat ditampilkan pada Tabel 4.3 secara lebih detail. Derajat kristalinitas dari kedua produk menunjukkan perbedaan yang signifikan, yakni 83% untuk La(III)-Tartrat (DT) dan 0,94% untuk La(III)-Tartrat (AT). Kemudian ukuran kristal yang dihitung berdasarkan perhitungan *Debye-Scherrer* mendapatkan hasil sebesar 6,71 nm pada sudut difraksi 23,54 pada kompleks La(III)-Tartrat (DT).

Tabel 4.3 *Peak Powder XRD* kompleks La(III)-Tartrat (DT)

Posisi [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	Rel.Int.
16,54	278.252,263	0,27984	448,046
23,54	523.908,685	0,22544	512,849
28,88	356.182,686	0,24934	352,578
33,46	497.367,483	0,24933	640,791
41,28	174.490,283	0,26217	181,324
44,86	338.411,211	0,27995	408,951
48,06	165.923,649	0,32152	215,906
51,22	104.045,894	0,31387	145,175
54,1	29.257,704	0,37887	0,38207
57,02	89.111,111	0,33658	109,325
59,76	57.816,092	0,36562	0,81169
62,46	89.832,195	0,33189	119,986
65	16.389,444	0,4	0,20419
67,8	13.548,531	0,59646	0,24425
70,38	75.862,846	0,48365	137,485
72,68	19.890,055	0,24465	0,16304
75,32	49.193,126	0,43319	0,86404
77,74	52.696,346	0,57549	108,017
82,5	2.093,928	0,56946	0,49793
84,92	50.617,136	0,42817	0,78831
87,12	25.532,512	0,56709	0,49094
89,68	26.855,378	0,51103	0,43851

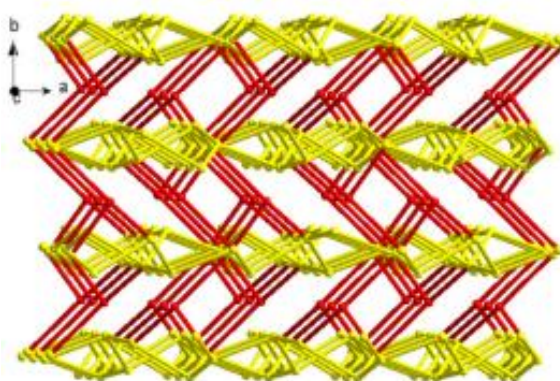
Difraktogram senyawa kompleks La(III)-Tartrat yang memiliki derajat kristalinitas lebih tinggi yakni kompleks La(III)-Tartrat (DT) selanjutnya dilakukan *refinement* dengan metode Le-Bail untuk mendapatkan data kristalografi. Proses *refinement* menggunakan data standar dari kompleks hasil sintesis yang dilakukan oleh Wang, dkk. (2010) yakni $[\text{La}(\text{TTA})_{1.5}(\text{H}_2\text{O})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan rumus empiris $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{La}_1\text{O}_{11}$. Data kristalografi standar yang berasal dari Wang, dkk. (2010) memiliki sistem kristal monoklinik dengan *space group* $P2_1/c$, parameter kisi $a = 6,079$; $b = 7,691$; $c = 24,314$, nilai $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\neq \beta$. Hasil *refinement* kompleks La(III)-Tartrat (DT) disajikan pada Tabel 4.4 dan Hasil plot *refinement* ditampilkan pada Gambar 4.7.

Tabel 4.4 Data kristalografi kompleks La(III)-Tartrat (DT)

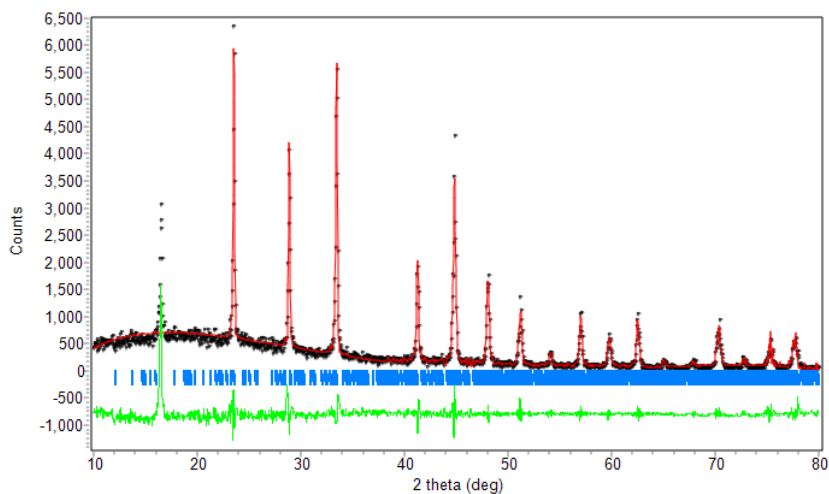
Parameter	La(III)-Tartrat (DT)
Sistem Kristal	Monoklinik
<i>Space Group</i>	$P2_1/c$
Satuan Azimetrik (Z)	4
Panjang a (Å)	6,017(4)
Panjang b (Å)	7,654(6)
Panjang c (Å)	24,418(14)
Volume Sel (Å ³)	1107.5
R_p (%)	13,88
R_{wp} (%)	27,07
GoF	50,85

Parameter kecocokan antara kompleks La(III)-Tartrat (DT) dengan data standar ditunjukkan oleh nilai residu profil (R_p) dan residu profil berbobot (R_{wp}). Nilai R_p dan R_{wp} yang dihasilkan masing-masing bernilai 13,88% dan 27,07%. Semakin kecil nilai R_p dan R_{wp} mengindikasikan bahwa kompleks La(III)-Tartrat yang disintesis dengan menggunakan diamonium tartrat memiliki kecocokan yang

tinggi dengan data standar yang digunakan. Produk hasil sintesis kompleks La(III)-Tartrat (DT) berdasarkan data kristalografi yang sudah diperoleh memiliki sistem kristal monoklinik grup ruang $P2_1/c$, yang mana data tersebut sesuai dengan data standar kompleks yang digunakan pada penelitian yang dilakukan oleh Wang, dkk. (2010). Struktur 3D pada produk hasil sintesis La(III)-Tartrat (DT) diindikasikan mengadopsi struktur sesuai pada Gambar 4.6 dengan bilangan koordinasi tinggi yakni sembilan (2 mengikat gugus pelarut dan sisanya mengikat gugus dari ligan tartrat baik yang berasal dari karbonil dan hidroksil) dan porositas yang tinggi, sehingga bisa dijadikan kandidat material fungsional sebagai adsorben.



Gambar 4.6 Prediksi Struktur Kompleks La(III)-Tartrat (DT) (Wang, dkk.,2010).

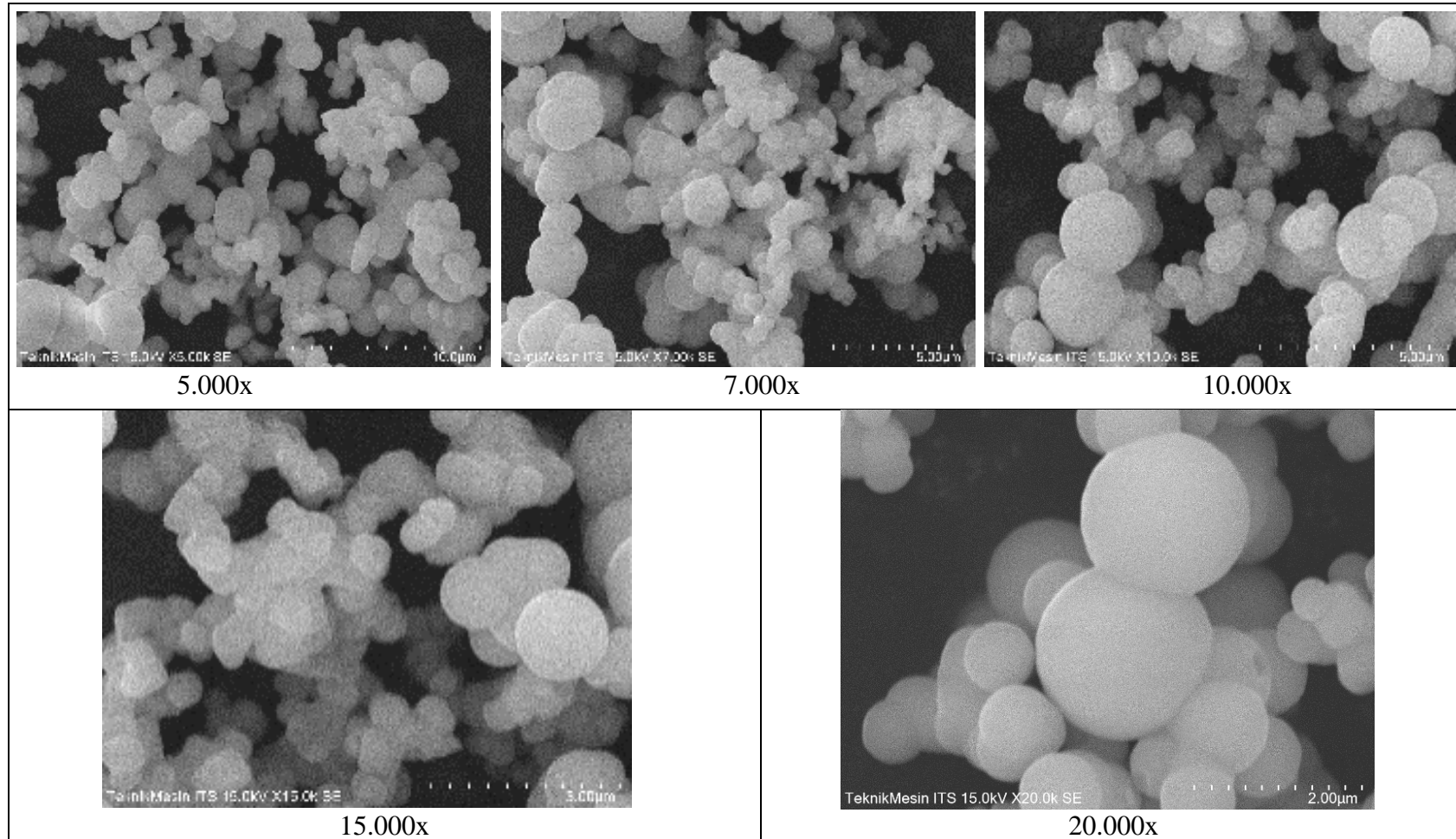


Gambar 4.7 Plot hasil *refinement* kompleks La(III)-Tartrat (DT)

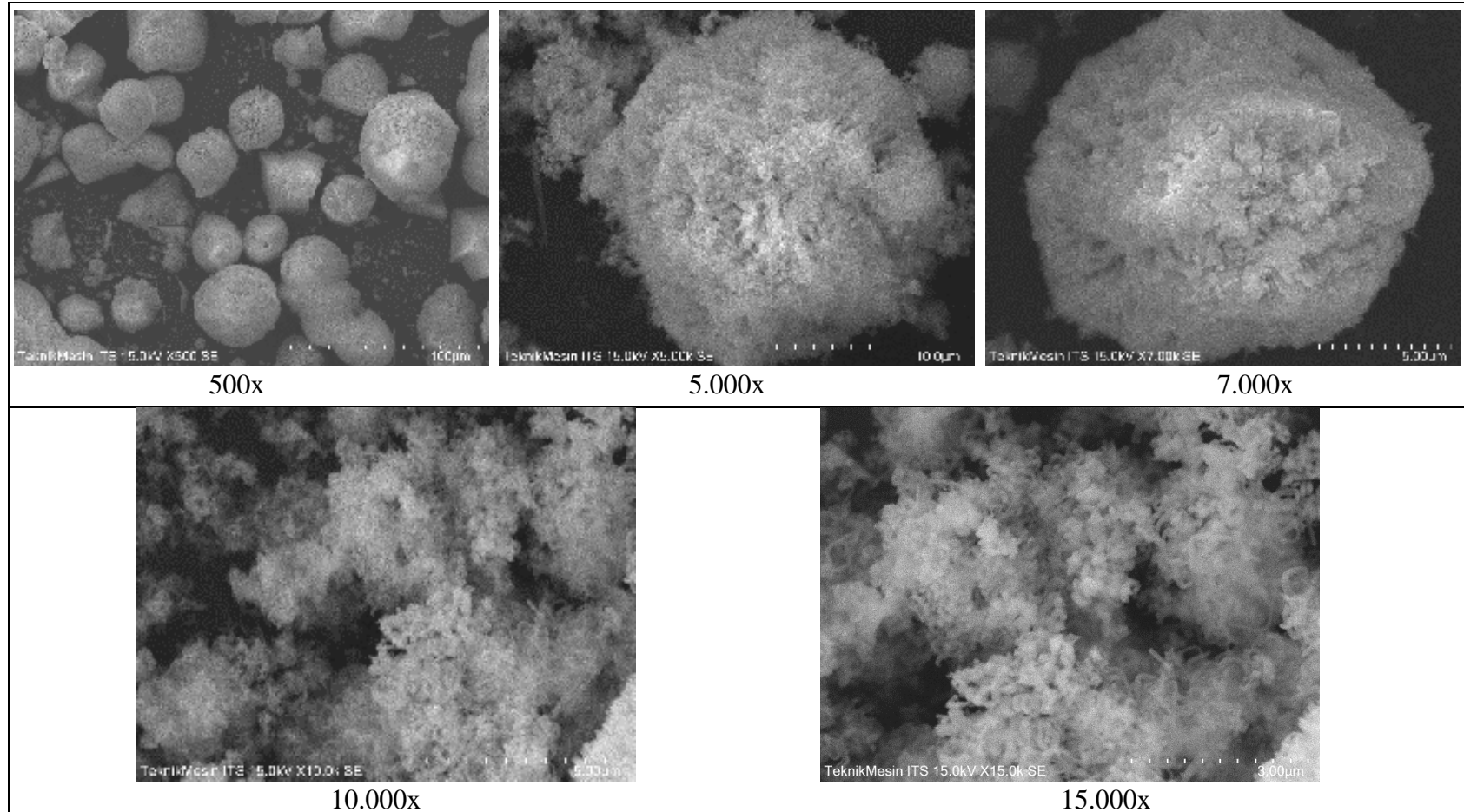
4.2.3 Hasil Karakterisasi Kompleks La(III)-Tartrat Menggunakan SEM

Karakterisasi kompleks La(III)-Tartrat dengan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dan juga ukuran partikel dari produk hasil sintesis dengan adanya pengaruh variasi jenis senyawa tartrat. Penggunaan jenis senyawa tartrat yang berbeda menunjukkan adanya pengaruh yang signifikan terhadap morfologi kompleks La(III)-Tartrat yang dihasilkan sesuai yang ditampilkan pada Tabel 4.5. Perbesaran yang digunakan pada penelitian kali ini adalah 5.000x; 7.000x; 10.000x; 15.000x; dan 20.000x untuk kompleks La(III)-Tartrat yang berasal dari asam *L*-Tartrat dan 500; 5.000x; 7.000x; 10.000x; dan 15.000x untuk kompleks La(III)-Tartrat yang berasal dari diamonium tartrat. Perbesaran yang digunakan jika lebih kecil maka luas permukaan yang dipindai akan semakin lebar. Hasil mikrograf SEM yang telah diperoleh sesuai pada Tabel 4.5 (a) dan (b) menjelaskan bahwasanya kompleks La(III)-Tartrat (AT) dengan perbesaran 5.000x dan kompleks La(III)-Tartrat (DT) dengan perbesaran 500 menunjukkan morfologi yang sama yakni berupa granul pada partikel yang dipindai. Perbedaannya pada kompleks La(III)-Tartrat (AT) terkesan berbentuk bulat datar sedangkan morfologi pada kompleks La(III)-Tartrat (DT) ukuran pada granul jauh lebih besar dan jauh lebih terkesan tajam yang diindikasikan terbentuk dari proses agregasi atau kumpulan dari kristal tunggal yang menjadi satu seperti koral sehingga terkesan berbentuk bulat.

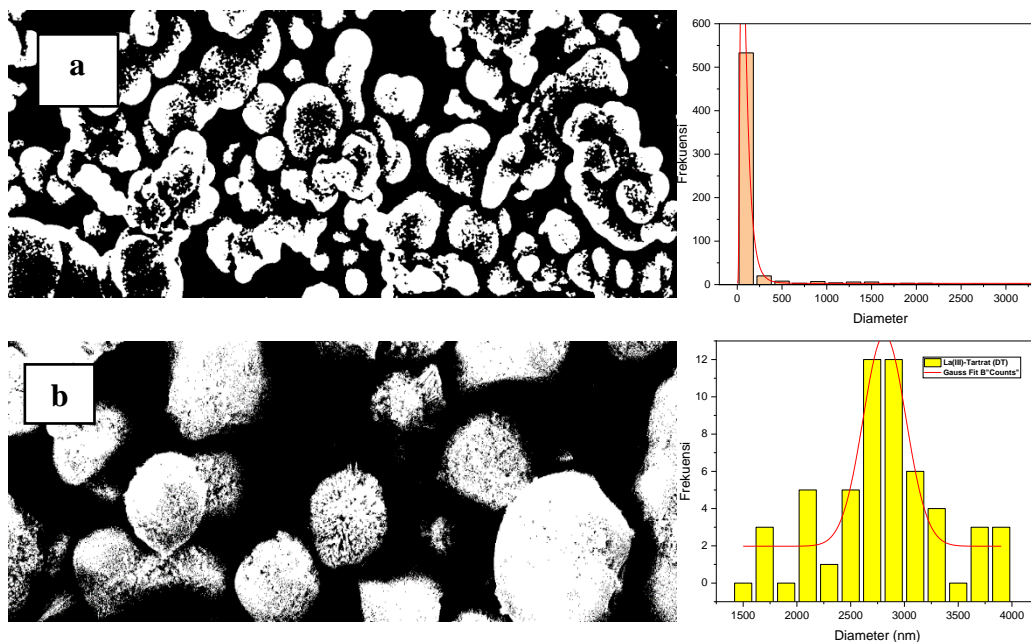
Tabel 4.5 (a) Mikrograf SEM Kompleks La(III)-Tartrat (AT)



Tabel 4.5 (b) Mikrograf SEM Kompleks La(III)-Tartrat (DT)



Data hasil karakterisasi SEM yang diperoleh selanjutnya diolah dengan *software ImageJ* untuk mendapatkan distribusi ukuran partikel dari masing-masing kompleks, output data yang sudah diolah ditunjukkan pada Gambar 4.8.

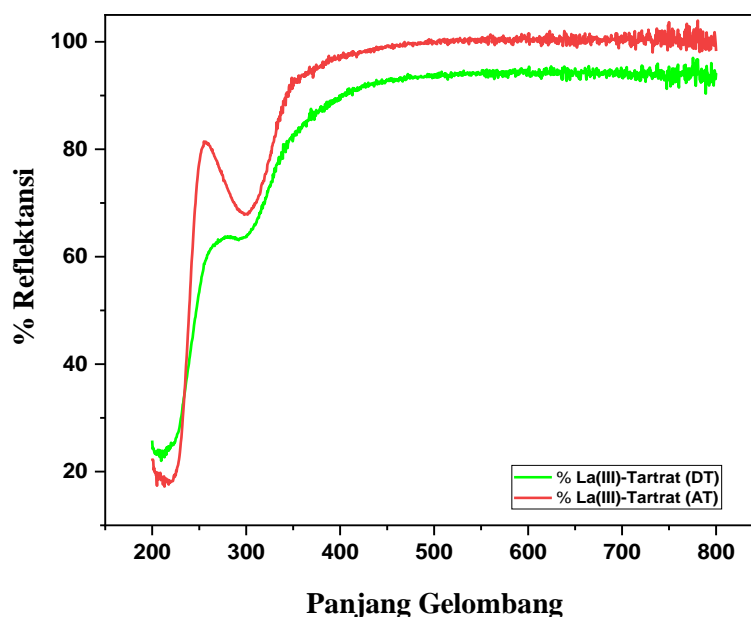


Gambar 4.8 Mikrogram SEM dengan *average area* pada: (a) La(III)-Tartrat (AT) dengan perbesaran 5000x; (b) La(III)-Tartrat (DT) dengan perbesaran 500

Pada Gambar 4.8 menunjukkan bentuk morfologi pada kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan (DT) tersebut terindikasikan porositas dan kristalinitas partikel terlihat lebih besar pada kompleks La(III)-Tartrat (DT) dibandingkan kompleks La(III)-Tartrat (AT). Ukuran partikel yang diperoleh untuk kompleks La(III)-Tartrat (AT) dengan *R-square* (COD) 0,99966 adalah 0,08 μm dari 80,0152 nm dan untuk kompleks La(III)-Tartrat (DT) dengan *R-square* (COD) 0,99936 adalah 2,03 μm dari 2029,1829 nm. Nilai *R-square* (COD) yang diperoleh harus mendekati satu, semakin mendekati satu maka mengindikasikan bahwasanya proses pemindaian partikel untuk menghitung ukuran partikel adalah lebih akurat.

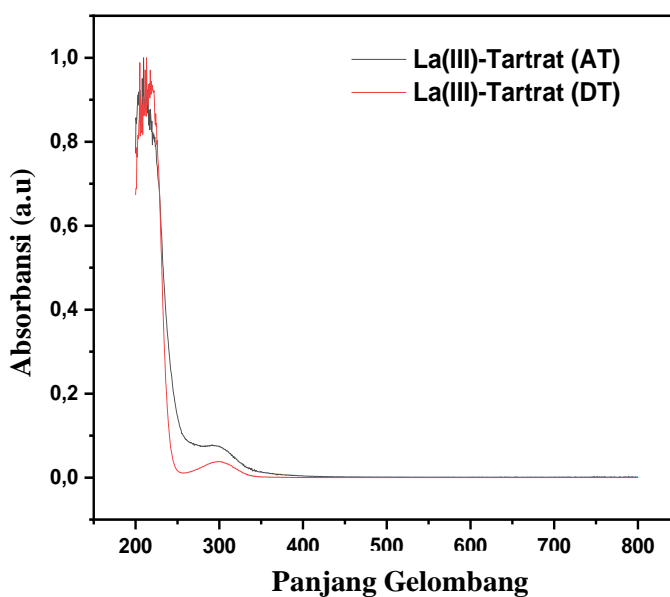
4.2.4 Hasil Karakterisasi Kompleks La(III)-Tartrat Menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi UV-Vis DRS dilakukan untuk mengetahui nilai panjang gelombang dan energi celah pita yang dihasilkan dari kompleks La(III)-Tartrat yang telah disintesis. Hasil UV-Vis DRS ditampilkan pada Gambar 4.9 yang menunjukkan bahwasanya terdapat perbedaan nilai intensitas % reflektansi dan serapan panjang gelombang pada sampel La(III)-Tartrat (AT) dan (DT). Secara umum kompleks La(III)-Tartrat (AT) menunjukkan % reflektansi yang lebih tinggi dibandingkan kompleks La(III)-Tartrat (DT). Nilai % reflektansi akan berbanding terbalik dengan nilai panjang gelombang. Jika kompleks La(III)-Tartrat (AT) memiliki % reflektansi yang lebih tinggi maka nilai absorbansi akan bergeser ke nilai yang lebih rendah jika dibandingkan dengan kompleks La(III)-Tartrat (DT) (Gillen, dkk., 2013).



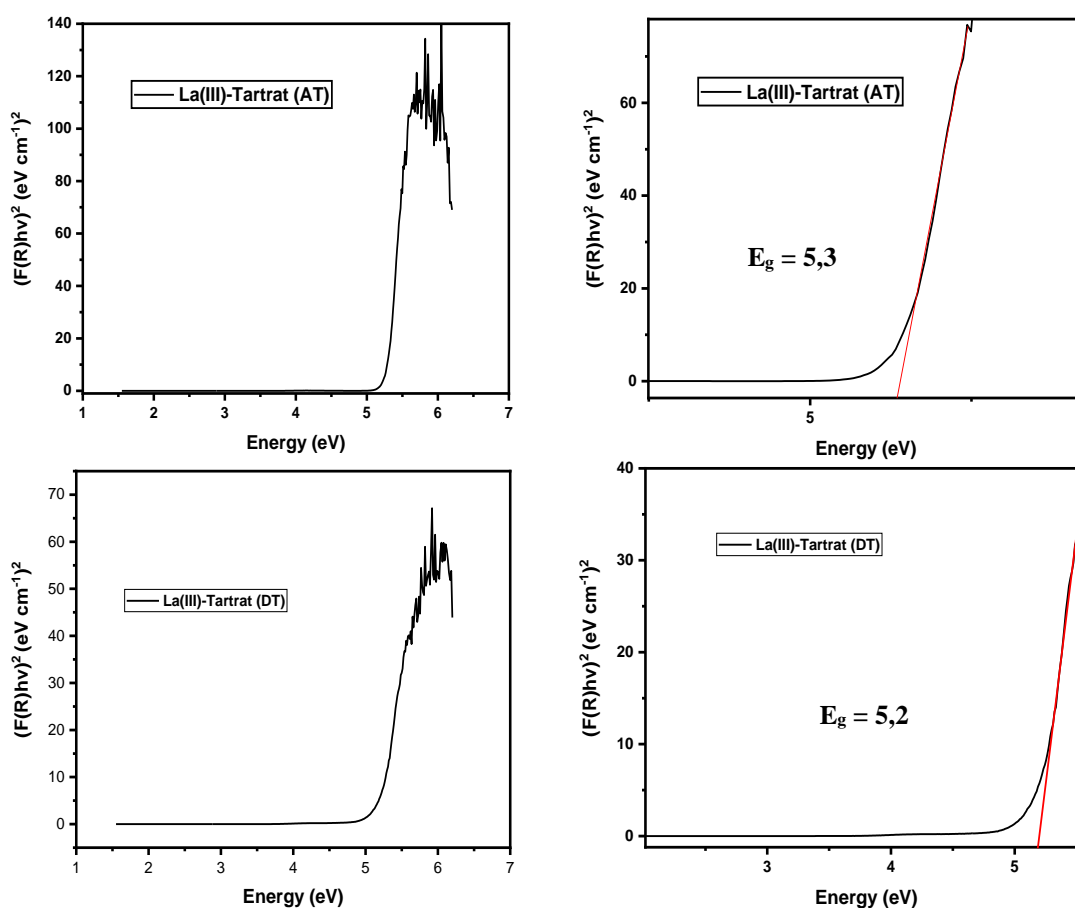
Gambar 4.9 Spektra DRS hubungan panjang gelombang (sumbu x) dengan % reflektansi (sumbu y) pada kompleks La(III)-Tartrat

Hasil karakterisasi UV-Vis DRS juga menghasilkan grafik sesuai yang ditampilkan pada Gambar 4.10 yang menjelaskan hubungan antara panjang gelombang (sumbu x) dan nilai absorbansi (sumbu y). Berdasarkan hasil pengukuran absorbansi pada kompleks La(III)-Tartrat (AT) maupun (DT), penyerapan cahaya yang lebih besar dan lebih efektif terjadi pada daerah serapan sinar UV yakni sekitar 200-400 nm, puncak absorbansi tidak terdeteksi pada daerah serapan sinar tampak yakni sekitar 400-800 nm. Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak cahaya yang diabsorpsi oleh sampel sehingga berkebalikan dengan cahaya yang direfleksikan oleh sampel dimana sisa cahaya yang tidak diserap akan direfleksikan. Jika ditinjau dari panjang gelombang kompleks La(III)-Tartrat yang berkisar diantara 200 nm tampak bahwa pada grafik absorbansi kompleks La(III)-Tartrat akan mengabsorpsi cahaya ketika berada pada rentang panjang gelombang UV dimana pada rentang panjang gelombang cahaya tampak direfleksikan.



Gambar 4.10 Spektra DRS hubungan panjang gelombang (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y) pada kompleks La(III)-Tartrat

Data reflektansi dan data absorbansi yang sudah diolah di atas kemudian dianalisis menggunakan persamaan Kubelka-Munk ($F(R)$) untuk menentukan nilai energi celah pita (*bandgap energy*) pada kompleks La(III)-Tartrat. Nilai energi celah pita didapatkan dari pemotongan grafik antara sumbu y yang merupakan $(F(R) \cdot hv)^2$ dengan sumbu x yang merupakan hv atau energi (eV) seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.11. Hasil karakterisasi UV-Vis DRS secara lebih lengkap ditampilkan pada Tabel 4.6.



Gambar 4.11 Spektra DRS energi celah pita (*bandgap energy*) kompleks La(III)-Tartrat dari asam *L*-tartrat dan diamonium tartrat.

Tabel 4.6 Nilai Energi Celah Pita Pada Kompleks La(III)-Tartrat

Sampel	Panjang Gelombang	Energi Celah Pita
La(III)-Tartrat (AT)	234 nm	5,3 eV
La(III)-Tartrat (DT)	238 nm	5,2 eV

Berdasarkan Tabel 4.6 di atas diperoleh bahwa energi celah pita pada kompleks La(III)-Tartrat dari asam *L*-tartrat adalah 5,3 eV dan energi celah pita yang diperoleh pada kompleks La(III)-Tartrat dari diamonium tartrat adalah 5,2 eV. Dengan demikian, energi celah pita yang diperoleh berada dalam jangkauan bahan dielektrik, yang selanjutnya menunjukkan bahwa bahan tersebut memiliki efisiensi konversi cahaya yang tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa kompleks tersebut dapat menjadi pilihan utama untuk fabrikasi perangkat optik seperti dioda pemancar cahaya (LED) dan dioda laser. Khan, dkk. (2020) melaporkan tentang pertumbuhan kristal tunggal pada asam *L*-tartrat dan karakterisasinya untuk aplikasi optik memperoleh nilai energi celah pita sebesar 5,16 eV dan panjang gelombang 229 nm. Semakin kecil energi celah pita maka akan mempermudah elektron untuk bereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Eksitasi elektron menghasilkan hole yang bermuatan positif di pita valensi yang memiliki sifat pengoksidasi yang kuat. Hole tersebut mampu mengoksidasi dan mendegradasi polutan organik yang beracun menjadi senyawa yang lebih aman (Khan, dkk., 2020). Sementara Kalaimani, dkk. (2018) melaporkan tentang pertumbuhan kristal tunggal pada diamonium tartrat dan karakterisasinya untuk aplikasi optik memperoleh nilai energi celah pita sebesar 5,045 eV dan panjang gelombang 220 nm (Kalaimani, dkk., 2018)

4.3 Sintesis Solvotermal Kompleks La(III)-Tartrat dalam Prespektif Islam

Sintesis kompleks La(III)-Tartrat dengan *basic* material unsur tanah jarang yang menggunakan ligan dari variasi jenis senyawa tartrat yakni asam *L*-tartrat dan diamonium tartrat dilakukan karena negara Indonesia merupakan negara yang memiliki potensi besar dalam menghasilkan unsur tanah jarang. Penguasaan teknologi dalam pengolahan unsur tanah jarang di Indonesia masih belum mencapai skala komersial dan sampai saat ini penelitian tentang unsur tanah jarang belum optimal. Hal ini disebabkan karena belum ada penelitian khusus yang menggali potensi dan pemanfaatan unsur tanah jarang. Hal tersebut sesuai dengan firman Allah pada surat An-Nahl Ayat 11 yang berbunyi:

يُنْبِثُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالرَّيْنُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

Artinya: “Dengan (air hujan) itu Dia menumbuhkan untuk kamu tumbuh-tumbuhan, zaitun, kurma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sungguh, pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berpikir”.

Jalaluddin al-Mahalli dan Jalaluddin as-Suyuthi (2003) dalam tafsirnya menjelaskan bahwa (tumbuh-tumbuhan, zaitun, kurma, anggur dan segala macam buah-buahan) hal yang telah disebutkan itu, Allah menumbuhkan semuanya dari bumi dengan air yang sama, tetapi hasilnya berbeda, baik jenis, rasa, warna, bau, dan bentuknya. Karena itulah disebutkan dalam firman-Nya: Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan, yakni petunjuk dan bukti yang menyatakan bahwa tidak ada Tuhan selain Allah. Pada kalimat selanjutnya *يُنْبِثُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالرَّيْنُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ* yang menunjukkan akan keesaan Allah SWT mengenai ciptaan-Nya sehingga mereka mau beriman karenanya. Yakni petunjuk dan bukti yang menyatakan bahwa tidak ada Tuhan

selain Allah. Disini Allah menitikberatkan kepada kalimat “orang yang berpikir” tergantung daripada makhluk Allah sebagai manusia untuk lebih dalam lagi melakukan eksplorasi ilmu-ilmu Allah untuk menunjukkan bahwasanya kekuasaan dan kebesaran Allah adalah benar-benar tidak adaandingannya.

Hal ini dapat diaplikasikan pada saat proses sintesis kompleks La(III)-Tartrat dengan menggunakan variasi jenis ligan atau dengan bahan yang berbeda pastinya akan mendapatkan hasil kompleks yang berbeda-beda. Dalam penelitian kali ini diperoleh kompleks La(III)-Tartrat yang berbeda ketika digunakan ligan dari jenis senyawa tartrat yang berbeda. Kompleks La(III)-Tartrat dari asam *L*-tartrat sesuai hasil karakterisasi *Powder XRD* terindikasikan terbentuk kompleks dengan bentuk amorf, sedangkan untuk kompleks La(III)-Tartrat dari diamonium tartrat terindikasikan terbentuk kompleks yang memiliki kristalinitas tinggi. Selain dari hasil karakterisasi tersebut, keseluruhan hasil karakterisasi menunjukkan kedua kompleks tersebut memiliki karakteristik yang berbeda satu sama lain. Hal tersebut menunjukkan bagaimana kebesaran Allah sudah ditunjukkan dengan ciptaan-Nya yang begitu memberi kebermanfaatan dengan adanya niat untuk mempelajari dan mengeksplorasi dari makhluk terutama manusia sebagai ciptaan Allah yang berakal. Ilmu Allah yang harus dieksplor lebih banyak dan lebih mendalam lagi adalah mengenai sintesis kompleks yang berasal dari unsur tanah jarang karena kompleks tersebut memiliki indikasi untuk mendapatkan produk sebagai kandidat material fungsional yang akan bermanfaat secara berkala.

Prospek ke depan pada penelitian kali ini adalah kompleks yang dihasilkan dimanfaatkan dan diaplikasikan untuk material luminisensi sesuai dengan karakterisasi UV-Vis DRS yang dilakukan, diperoleh *bandgap energy* 5,2 dan 5,3

eV, yang mana *bandgap energy* tersebut berada dalam jangkauan bahan dielektrik, yang selanjutnya menunjukkan bahwa bahan tersebut memiliki efisiensi konversi cahaya yang tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa kompleks tersebut dapat menjadi pilihan utama untuk fabrikasi perangkat optik seperti dioda pemancar cahaya (LED) dan dioda laser. Selain itu, berdasarkan prediksi struktur 3D yang diperoleh diindikasikan mengadopsi struktur dengan bilangan koordinasi sembilan serta memiliki porositas yang tinggi, sehingga bisa dijadikan kandidat material fungsional sebagai adsorben. Oleh sebab itu, keseluruhan yang ada di bumi ini termasuk unsur tanah jarang merupakan rahmat Allah yang diciptakan tanpa sia-sia dan sangat bernilai harganya bagi orang-orang yang berfikir dan mengambil hikmah di dalamnya.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan, diperoleh kesimpulan bahwa:

1. Sintesis kompleks La(III)-Tartrat dapat dilakukan dengan metode solvotermal pada suhu 160°C. Hasil karakterisasi FTIR mengindikasikan terdeteksinya gugus fungsi khas ligan tartrat yang digunakan yakni O-H *stretch*, C=O *stretch*, C-O *stretch symmetric*, C-O *stretch asymmetric*, C-H *bend*. Kompleks La(III)-Tartrat yang berasal dari ligan asam L-tartrat cenderung amorf daripada kompleks La(III)-Tartrat dari ligan diamonium tartrat. Derajat kristalinitas tertinggi diperoleh pada kompleks La(III)-Tartrat (DT) yakni 83% dengan sistem kristal yang terdeteksi adalah monoklinik dan grup ruang P2₁/c. Hasil SEM menunjukkan morfologi pada La(III)-Tartrat (AT) dan (DT) berbentuk granul dengan perbedaan ukuran partikel. Ukuran partikel yang diperoleh masing-masing dari kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan (DT) adalah 0,08 µm dan 2,029 µm. Hasil UV-Vis DRS berupa energi celah pita yang mengindikasikan kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan (DT) yang diperoleh berada dalam jangkauan material yang mempunyai sifat dielektrik yakni 5,3 dan 5,2 eV.
2. Kompleks La(III)-Tartrat yang dihasilkan dengan menggunakan ligan dari jenis senyawa tartrat yang berbeda akan menghasilkan produk kompleks yang berbeda pula, didukung dengan beberapa karakterisasi dan analisis yang dilakukan. Kompleks La(III)-Tartrat (DT) memperoleh hasil yang lebih kristalin daripada kompleks La(III)-Tartrat (AT).

5.2 Saran

Sebaiknya perlu untuk dilakukan perlakuan waktu sintesis yang lebih lama lagi sehingga diperoleh kompleks dengan derajat kristalinitas lebih tinggi dan ukuran partikel yang lebih seragam lagi tanpa menimbulkan adanya aglomerasi. Kemudian perlu adanya pengkajian lebih lanjut mengenai penggunaan pelarut campuran (*mixed solvent*) antara DMF dengan pelarut lain dengan prosentase tertentu, sehingga dapat mengatasi masalah kelarutan pada kompleks yang menggunakan senyawa diamonium tartrat.

DAFTAR PUSTAKA

- Abid, H. R., Tian, H., Ang, H. M., Tade, M. O., Buckley, C. E., & Wang, S. (2012). Nanosize Zr-metal organic framework (UiO-66) for hydrogen and carbon dioxide storage. *Chemical Engineering Journal*, 187, 415–420. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.01.104>
- Ana Palović, 2015, *Structural and degradation studies of a biocompatible Zn-L-tartrate.pdf*. (n.d.)
- Article, S., Care, S., & Dermatitis, D. (2010). *Capture Properties of Zeolitic Imidazolate Frameworks*. *Accounts of Chemical Research*, 43(1), 58–67, (1)
- Bian, Y., Xiong, N., & Zhu, G. (2018). Technology for the remediation of water pollution: A review on the fabrication of metal organic frameworks. *Processes*, 6(8). <https://doi.org/10.3390/pr6080122>
- Bünzli, J. C. G., & Eliseeva, S. V. (2013). Photophysics of Lanthanoid Coordination Compounds. In *Comprehensive Inorganic Chemistry II (Second Edition): From Elements to Applications* (Vol. 8). <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-097774-4.00803-2>
- Du, J. J., Yuan, Y. P., Sun, J. X., Peng, F. M., Jiang, X., Qiu, L. G., Xie, A. J., Shen, Y. H., & Zhu, J. F. (2011). New photocatalysts based on MIL-53 metal-organic frameworks for the decolorization of methylene blue dye. *Journal of Hazardous Materials*, 190(1–3), 945–951. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.04.029>
- Feng, S. H., & Li, G. H. (2017). Hydrothermal and Solvothermal Syntheses. In *Modern Inorganic Synthetic Chemistry: Second Edition*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63591-4.00004-5>
- Fulle, K., Sanjeewa, L. D., McMillen, C. D., & Kolis, J. W. (2018). High temperature hydrothermal synthesis of rare-earth titanates: Synthesis and structure of RE₅Ti₄O₁₅(OH) (RE = La, Er), Sm₃TiO₅(OH)₃, RE₅Ti₂O₁₁(OH) (RE = Tm-Lu) and Ce₂Ti₄O₁₁. *Dalton Transactions*, 47(19), 6754–6762. <https://doi.org/10.1039/c7dt04810f>
- Gillen, R., Clark, S. J., & Robertson, J. (2013). Nature of the electronic band gap in lanthanide oxides. *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, 87(12), 1–7. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.87.125116>
- Goldberg, I., & Stefan Rokem, J. (2019). Organic and fatty acid production, microbial. In *Encyclopedia of Microbiology* (Issue June 2016). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809633-8.13083-3>
- Horcajada, P., Chalati, T., Serre, C., Gillet, B., Sebrie, C., Baati, T., Eubank, J. F., Heurtaux, D., Clayette, P., Kreuz, C., Chang, J. S., Hwang, Y. K., Marsaud, V., Bories, P. N., Cynober, L., Gil, S., Férey, G., Couvreur, P., & Gref, R. (2010). Porous metal-organic-framework nanoscale carriers as a potential platform for drug delivery and imaging. *Nature Materials*, 9(2), 172–178.

- Horcajada, P., Serre, C., Vallet-Regí, M., Sebban, M., Taulelle, F., & Férey, G. (2006). Metal-organic frameworks as efficient materials for drug delivery. *Angewandte Chemie - International Edition*, 45(36), 5974–5978. <https://doi.org/10.1002/anie.200601878>
- Jiang, Z. G., Lv, Y. K., Cheng, J. W., & Feng, Y. L. (2012). Two types of rare earth-organic frameworks constructed by racemic tartaric acid. *Journal of Solid State Chemistry*, 185, 253–263. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2011.11.012>
- Jiao, L., Seow, J. Y. R., Skinner, W. S., Wang, Z. U., & Jiang, H. L. (2019). Metal-organic frameworks: Structures and functional applications. *Materials Today*, 27(xx), 43–68. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2018.10.038>
- Kalaimani, N., Ramya, K., Aarthi, R., & Ramachandra Raja, C. (2018). Growth and characterization of solution grown nonlinear optical ammonium tartrate crystal. *Rasayan Journal of Chemistry*, 11(3), 1263–1269. <https://doi.org/10.31788/RJC.2018.1134019>
- Karagiari, O., Lalonde, M. B., Bury, W., Sarjeant, A. A., Farha, O. K., & Hupp, J. T. (2012). Opening ZIF-8: A catalytically active zeolitic imidazolate framework of sodalite topology with unsubstituted linkers. *Journal of the American Chemical Society*, 134(45), 18790–18796. <https://doi.org/10.1021/ja308786r>
- Khan, N., Vijayan, N., Shandilya, K., Kumar, R., Krishna, A., Chopra, S., Yadav, S., Moona, G., & Jewariya, M. (2020). Single crystal growth of l-tartaric acid and its characterization for optical applications. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31(6), 4494–4502. <https://doi.org/10.1007/s10854-020-02998-4>
- Khunur, M. M., & Prananto, Y. P. (2018). Synthesis and structure of 2D Cobalt(II)-Tartrate hydrate coordination polymers crystallised from aqueous solution. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 13(2), 213–219. <https://doi.org/10.9767/bcrec.13.2.1342.213-219>
- Kotru, P. N., Gupta, N. K., & Raina, K. K. (1986). Growth of lanthanum tartrate crystals in silica gel. *Journal of Materials Science*, 21(1), 90–96. <https://doi.org/10.1007/BF01144704>
- Liu, X., Li, Y., Ban, Y., Peng, Y., Jin, H., Bux, H., Xu, L., Caro, J., & Yang, W. (2013). Improvement of hydrothermal stability of zeolitic imidazolate frameworks. *Chemical Communications*, 49(80), 9140–9142. <https://doi.org/10.1039/c3cc45308a>
- Marcell Guerreiro, H., Melnikov, P., Arkhangelsky, I., Carlos Silva de Oliveira, L., Augusto Wandekoken, G., Aragão do Nascimento, V., & Guerreiro, M. (2021). *Thermal Decomposition or Thermal Gravimetric Analysis Of Lanthanum Nitrate Hexahydrate La(NO₃)₃·6H₂O*. 11, 43318–43321. <https://doi.org/10.37118/ijdr.20799.01.2021>

- Martinez Joaristi, A., Juan-Alcañiz, J., Serra-Crespo, P., Kapteijn, F., & Gascon, J. (2012). Electrochemical synthesis of some archetypical Zn^{2+} , Cu^{2+} , and Al^{3+} metal organic frameworks. *Crystal Growth and Design*, 12(7), 3489–3498. <https://doi.org/10.1021/cg300552w>
- Peng, C. C., Liu, H. K., & Lii, K. H. (2018). High-Temperature, High-Pressure Hydrothermal Synthesis, Crystal Structure, Thermal Stability, and Solid State NMR Spectroscopy of an Aluminum Borate, $Ba[AlB_4O_8(OH)]$. *Kind of Journal Inorganic Chemistry*, Number 57(3), Vol. 1545–1549. <https://doi.org/10.1021/acs.inorgchem.7b02855>
- Prameswara, G., Mulyono, P., Prasetya, A., Poernomo, H., & Trisnawati, I. (2019). Ekstraksi Logam Tanah Jarang (LTJ) dan Logam Berharga Hasil Fusi Alkali Tailing Zirkon. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan,"* April, 1–7. <http://jurnal.upnyk.ac.id/index.php/kejuangan/article/view/2810>
- Qi, J. L., Ni, S. L., Zheng, Y. Q., & Xu, W. (2014). Syntheses, structural characterizations and ferroelectric properties of new Ce(III) coordination polymers via isomeric tartaric acid ligands. *Solid State Sciences*, 28, 61–66. <https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2013.12.006>
- Qiao, Z. A., & Huo, Q. S. (2017). Synthetic Chemistry of the Inorganic Ordered Porous Materials. In *Modern Inorganic Synthetic Chemistry: Second Edition*. Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63591-4.00015-X>
- Ramaraj, S., Mani, S., Chen, S. M., Palanisamy, S., Velusamy, V., Hall, J. M., Chen, T. W., & Tseng, T. W. (2018). Hydrothermal Synthesis of Cr_2Se_3 Hexagons for Sensitive and Low-level Detection of 4-Nitrophenol in Water. *Scientific Reports*, 8(1), 2–10. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-23243-3>
- Rocha, J., Carlos, L. D., Paz, F. A. A., & Ananias, D. (2011). Luminescent multifunctional lanthanides-based metal–organic frameworks. *Chemical Society Reviews*, 40(2), 926–940. <https://doi.org/10.1039/c0cs00130a>
- Shi, X., Shan, Y., Du, M., & Pang, H. (2021). Synthesis and application of metal-organic framework films. *Coordination Chemistry Reviews*, 444, 214060. <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2021.214060>
- Sumida, K., & Arnold, J. (2011). Preparation, characterization, and postsynthetic modification of metal-organic frameworks: Synthetic experiments for an undergraduate laboratory course in inorganic chemistry. *Journal of Chemical Education*, 88(1), 92–94. <https://doi.org/10.1021/ed100001s>
- Sun, X., Yuan, K., & Zhang, Y. (2020). Advances and prospects of rare earth metal-organic frameworks in catalytic applications. *Journal of Rare Earths*, 38(8), 801–818. <https://doi.org/10.1016/j.jre.2020.01.012>
- Uribe-romo, F. J., Knobler, C. B., Keeffe, M. O., & Yaghi, O. M. (2010). Capture Properties of Zeolitic Imidazolate Frameworks. *Accounts of Chemical Research*, 43(1), 58–67. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19877580>

- Wang, C., Fan, H., Ren, X., Ma, J., Fang, J., & Wang, W. (2018). Hydrothermally Induced Oxygen Doping of Graphitic Carbon Nitride with a Highly Ordered Architecture and Enhanced Photocatalytic Activity. *ChemSusChem*, *11*(4), 700–708. <https://doi.org/10.1002/cssc.201702278>
- Wang, Y., Liu, G. X., Chen, Y. C., Wang, K. B., & Meng, S. G. (2010). Two novel lanthanum-tartrate complexes with distinctive new topologies: Hydrothermal synthesis and crystal structures. *Inorganica Chimica Acta*, *363*(11), 2668–2672. <https://doi.org/10.1016/j.ica.2010.03.076>
- Yang, D. A., Cho, H. Y., Kim, J., Yang, S. T., & Ahn, W. S. (2012). CO₂ capture and conversion using Mg-MOF-74 prepared by a sonochemical method. *Energy and Environmental Science (EES) Journal*, *5*(4), 6465–6473. <https://doi.org/10.1039/c1ee02234b>
- Younis, S. A., Bhardwaj, N., Bhardwaj, S. K., Kim, K. H., & Deep, A. (2021). Rare earth metal–organic frameworks (RE-MOFs): Synthesis, properties, and biomedical applications. *Coordination Chemistry Reviews*, *429*(xxxx), 213620. <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2020.213620>

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

L.1.1 Sintesis Kompleks La(III)-Tartrat dari Sumber Ligan Asam L-tartrat

(LaCl₃.7H₂O) sebanyak 0,371 gram

- Dimasukkan ke dalam *beaker glass*
- Dilarutkan LaCl₃.7H₂O (0,5 mmol; 0,371 gram) dalam 15 mL DMF
- Ditimbang asam L-tartrat sebanyak 0,225 gram
- Dimasukkan ke dalam *beaker glass*
- Dilarutkan asam L-tartrat (0,75 mmol; 0,225 gram) dalam 15 mL DMF
- Dicampur dan dihomogenkan kedua larutan di dalam satu *beaker glass* yang sama dengan bantuan batang pengaduk
- Dilakukan pengukuran pH sebelum solvotermal
- Ditambahkan 7 tetes 0,05 M NaOH sampai pH awal menjadi 5
- Dipindahkan campuran ke dalam 100 ml teflon *lined stainless steel*
- Dimasukkan ke dalam oven dengan suhu/waktu yakni 160°C/6 jam
- Disaring dengan kertas saring karena akan terbentuk 2 fasa yang berbeda setelah proses solvotermal, yakni padatan yang diduga kompleks target La(III)-Tartrat dan filtrat sisa pelarut yang digunakan
- Dicuci dengan DMF padatan yang didapat dan disaring dengan kertas saring
- Dilakukan uji pH kembali setelah proses solvotermal
- Dikeringkan padatan yang diperoleh dengan diangin-anginkan selama 3 hari dan diletakkan sampel pada desikator selama 48 jam
- Sampel siap untuk dikarakterisasi

Hasil

L.1.2 Sintesis Kompleks La(III)-Tartrat dari Sumber Ligan diamonium tartrat

(LaCl₃·7H₂O) sebanyak 0,371 gram

- Dimasukkan ke dalam *beaker glass*
- Dilarutkan LaCl₃·7H₂O (0,5 mmol; 0,371 gram) dalam 15 mL DMF
- Ditimbang diamonium tartrat sebanyak 0,225 gram
- Dimasukkan ke dalam *beaker glass*
- Dilarutkan diamonium tartrat (0,75 mmol; 0,276 gram) dalam 15 mL DMF
- Dicampur dan dihomogenkan kedua larutan di dalam satu *beaker glass*
- Disaring sampai campuran larutan menjadi bening tidak keruh
- Dilakukan pengukuran pH sebelum solvotermal
- Dipindahkan campuran ke dalam 100 ml teflon *lined stainless steel*
- Dimasukkan ke dalam oven dengan suhu/waktu yakni 160°C/6 jam
- Disaring dengan kertas saring karena akan terbentuk 2 fasa yang berbeda setelah proses solvotermal, yakni padatan yang diduga kompleks target La(III)-Tartrat dan filtrat sisa pelarut yang digunakan
- Dicuci dengan DMF padatan yang didapat dan disaring dengan kertas saring
- Dilakukan uji pH kembali setelah proses solvotermal
- Dikeringkan padatan yang diperoleh dengan diangin-anginkan selama 3 hari dan diletakkan sampel pada desikator selama 48 jam
- Sampel siap untuk dikarakterisasi

Hasil

L.1.3 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan UV-Vis DRS

Sampel Hasil Sintesis

- Dilakukan dalam *sample holder*
- Diukur reflektansinya pada panjang gelombang 200-800 nm
- Dianalisis dengan dihitung energi celah pitanya menggunakan persamaan KubelkaMunk

Hasil

L.1.4 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan FTIR

Sampel Hasil Sintesis

- Dilakukan pencampuran ke dalam KBr perbandingan sampel : KBr = 1: 99
- Digerus sampel dan KBr menggunakan mortar agar hingga homogen
- Diambil beberapa mg untuk dicetak menjadi pelet
- Ditempatkan pelet pada sampel holder
- Dianalisis dengan FTIR pada daerah bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1}

Hasil

L.1.5 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan Powder XRD

Sampel Hasil Sintesis

- Dihaluskan hingga menjadi serbuk halus
- Diletakkan pada *sample holder* kurang lebih sebanyak 0,5 gram
- Disinari dengan sumber sinar-X Cu $K\alpha$, skala 2θ ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$)
- Dianalisis pada rentang $2\theta = 5 - 80^\circ$
- Dibandingkan dengan database difraksi yang telah ada di *library*

Hasil

L.1.6 Karakterisasi dan Analisis Menggunakan SEM

Sampel Hasil Sintesis

- Dihaluskan hingga menjadi serbuk halus
- Diletakkan pada *sample holder* dan diratakan
- Dianalisis pada rentang perbesaran 5.000 ; 7.000 ; 10.000 ; 15.000 kali
- Diukur dimensinya dan diolah datanya menggunakan *software image-J*
- Dibandingkan dengan literatur atau riset sebelumnya

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan Kimia

- Penentuan massa padatan $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Mr $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ = 371,37 gram/mol

Massa $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ = mol $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ x Mr $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Mol yang digunakan = 0,5 mmol

Massa yang dibutuhkan = mol $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ x Mr $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

= 0,5 mmol x 371,37 gram/mol

= 185,685 mg

Penggunaan pada riset = 185,685 mg x 2 = 371,37 mg = 0,371 gram
- Penentuan massa padatan $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$

Mr $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ = 150.087 gram/mol

Massa $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ = mol $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ x Mr $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$

Mol yang digunakan = 0,75 mmol

Massa yang dibutuhkan = mol $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ x Mr $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$

= 0,75 mmol x 150.087 gram/mol

= 112,565 mg

Penggunaan pada riset = 112,565 mg x 2 = 225,13 mg = 0,225 gram
- Penentuan massa padatan diamonium tartrat

Mr $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ = 184,15 gram/mol

Massa $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ = mol $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ x Mr $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$

Mol yang digunakan = 0,75 mmol

Massa yang dibutuhkan = mol $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ x Mr $(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$

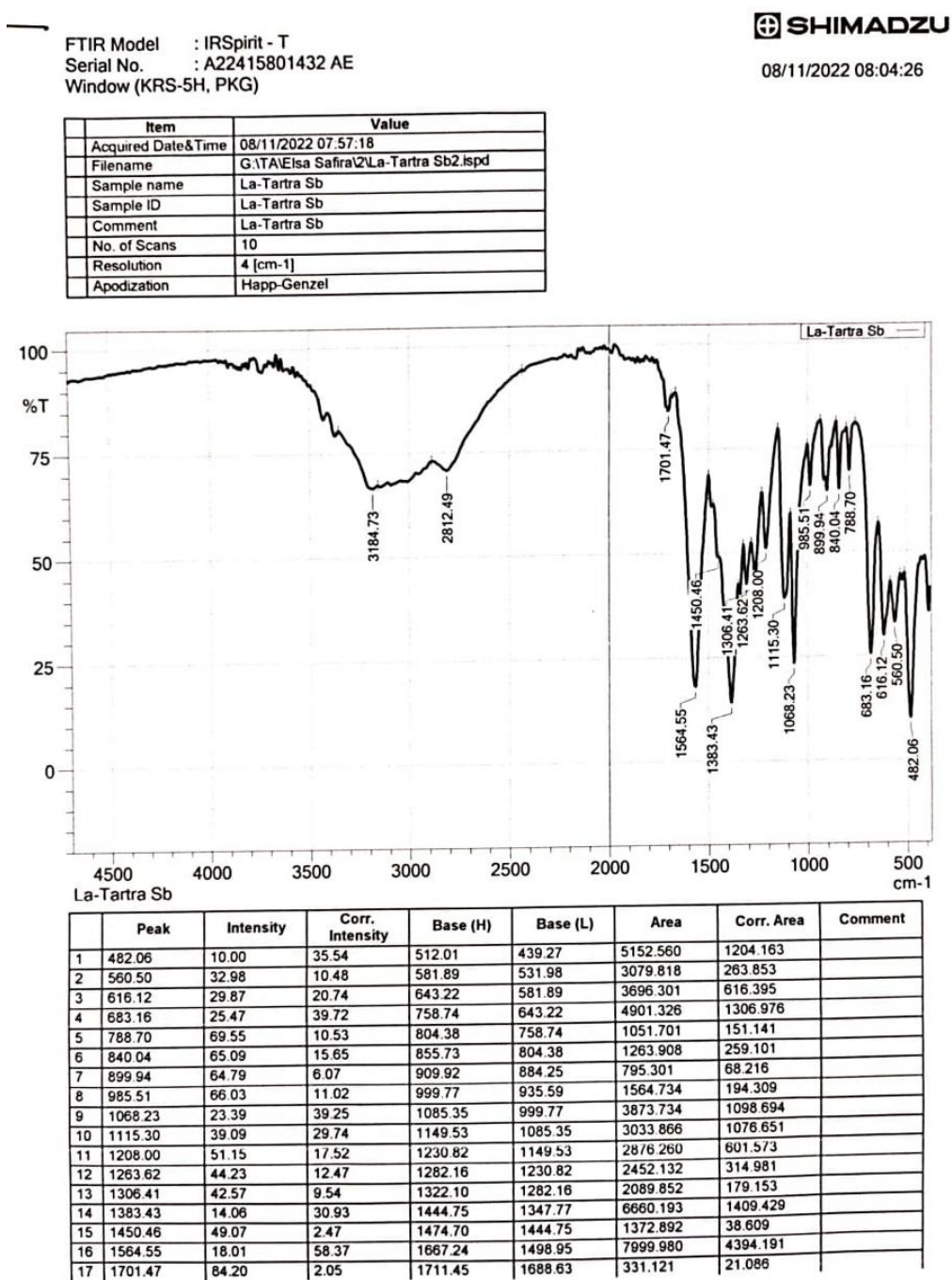
= 0,75 mmol x 184,15 gram/mol

= 138,113 mg

Penggunaan pada riset = 138,113 mg x 2 = 276,226 mg = 0,276 gram

Senyawa Kompleks	Rasio mol (M:L)	Massa (gram)	
		$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Senyawa Tartrat
La(III) dengan Asam <i>L</i> -tartrat	2:3	0,371 gram	0,225 gram

Lampiran 3. Hasil karakterisasi dan analisis menggunakan FTIR



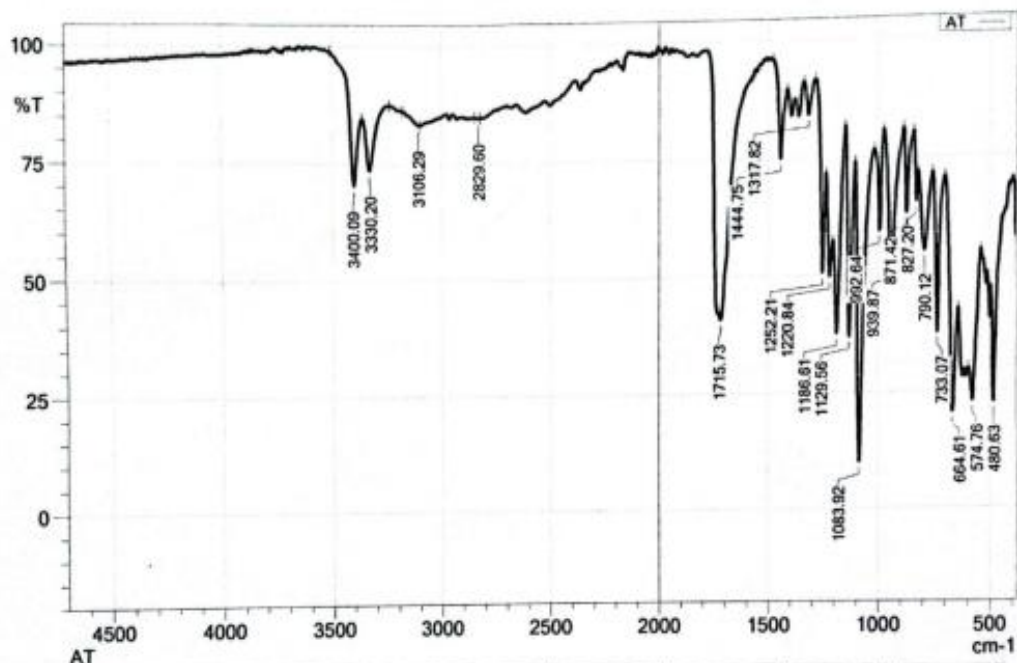
Gambar L.3.1 Hasil Karakterisasi FTIR kompleks La(III)-Tartrat dari diamonium tartrat sebelum proses solvotermal

FTIR Model : IRSpirit - T
 Serial No. : A22415801432 AE
 Window (KRS-SH, PKG)

SHIMADZU

10/04/2023 14:14:40

Item	Value
Acquired Date&Time	10/04/2023 14:10:38
Filename	G:\TAVamita Salsabila\AT1.spd
Sample name	AT
Sample ID	AT
Comment	AT
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	480.63	22.61	28.02	493.47	436.42	3062.457	485.150
2	574.76	22.91	15.42	593.30	537.68	3572.441	377.583
3	664.61	20.52	33.73	698.84	640.37	3344.905	810.305
4	733.07	37.55	33.74	754.47	698.84	2236.839	634.461
5	790.12	55.14	18.69	818.65	754.47	2351.601	542.596
6	827.20	65.57	9.74	840.04	818.65	608.450	98.330
7	871.42	63.16	17.70	885.68	840.04	1178.001	298.109
8	939.87	52.05	28.92	975.53	885.68	2782.144	1074.686
9	992.64	59.43	19.79	1018.32	975.53	1207.999	300.929
10	1083.92	10.00	64.71	1103.89	1018.32	4134.803	2030.416
11	1129.56	36.98	41.41	1149.53	1103.89	1849.116	841.183

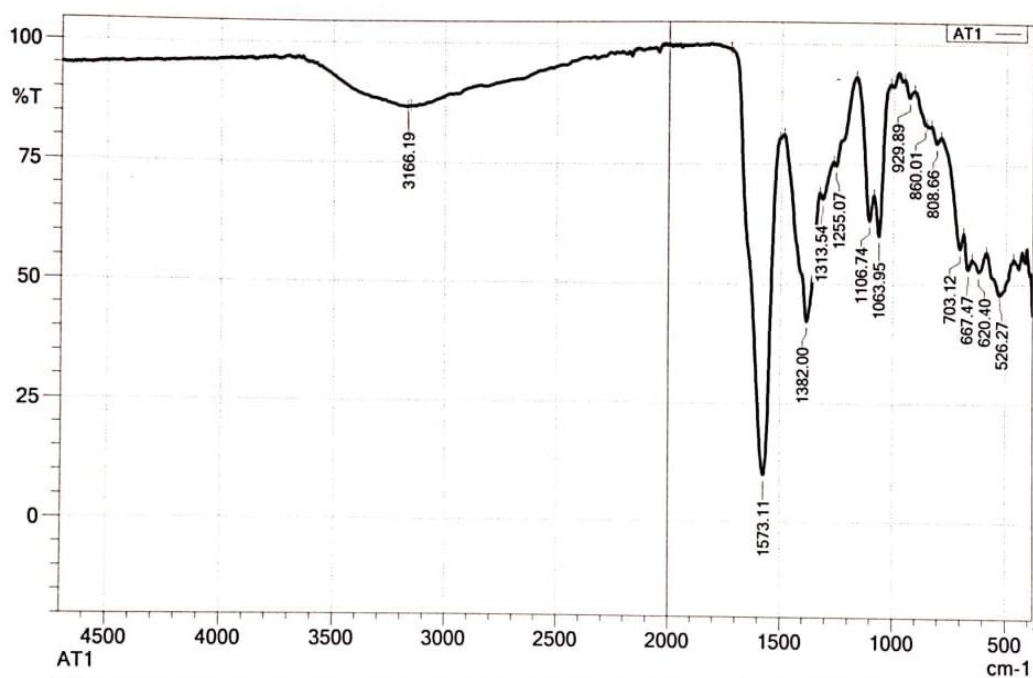
Gambar L.3.2 Hasil Karakterisasi FTIR Ligan Asam L-Tartrat

FTIR Model : IRSpirit - T
 Serial No. : A22415801432 AE
 Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

02/12/2022 15:00:22

Item	Value
Acquired Date&Time	02/12/2022 14:10:20
Filename	G:\TA\Ade Hanindya R12\AT11.ispd
Sample name	AT1
Sample ID	AT1
Comment	AT1
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	526.27	47.95	0.21	527.70	464.95	3070.167	39.371
2	620.40	52.72	3.27	650.35	586.17	2927.006	105.783
3	667.47	53.25	4.52	687.43	650.35	1656.352	98.118
4	703.12	57.51	6.21	790.12	687.43	3136.902	125.855
5	808.66	79.42	2.31	832.91	790.12	822.869	48.157
6	860.01	83.33	0.81	908.50	854.30	724.248	12.450
7	929.89	88.97	2.52	952.71	908.50	426.083	51.398
8	1063.95	60.09	15.57	1086.77	1012.61	1795.423	321.623
9	1106.74	63.27	11.43	1166.64	1086.77	1836.748	308.673
10	1255.07	74.69	2.88	1266.48	1166.64	1695.398	136.531
11	1313.54	67.81	2.64	1326.38	1266.48	1723.435	64.688
12	1382.00	42.24	31.02	1487.54	1326.38	6523.102	2517.630
13	1573.11	10.00	76.13	1724.29	1506.08	9577.869	7329.410
14	3166.19	86.69	0.02	3167.62	3154.78	170.061	0.140

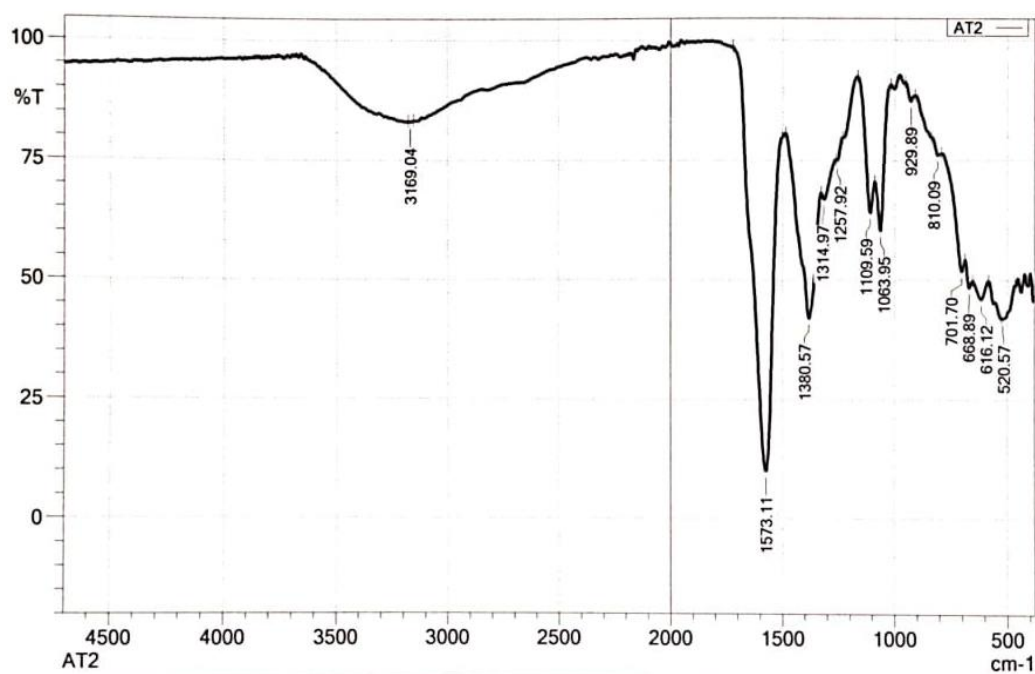
Gambar L.3.3 Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 1 kompleks La(III)-Tartrat (AT)

FTIR Model : IRSpirit - T
 Serial No. : A22415801432 AE
 Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

02/12/2022 14:58:48

Item	Value
Acquired Date&Time	02/12/2022 14:11:58
Filename	G:\TAV\Ade Hanindya R\12\AT21.ispd
Sample name	AT2
Sample ID	AT2
Comment	AT2
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	520.57	41.88	0.86	526.27	467.80	3271.807	83.798	
2	616.12	46.03	3.79	653.20	584.75	3571.595	136.845	
3	668.89	48.43	3.46	687.43	653.20	1703.852	63.434	
4	701.70	51.86	5.42	792.97	687.43	3689.809	34.025	
5	810.09	76.07	1.64	838.61	792.97	1025.706	27.506	
6	929.89	87.36	2.43	954.14	909.92	494.685	48.966	
7	1063.95	60.36	17.31	1089.63	1016.89	1826.389	418.654	
8	1109.59	64.11	12.11	1166.64	1089.63	1758.020	333.024	
9	1257.92	75.03	0.98	1263.62	1232.25	720.751	14.612	
10	1314.97	66.85	2.76	1327.80	1263.62	1896.390	79.982	
11	1380.57	42.06	30.27	1487.54	1327.80	6472.566	2390.030	
12	1573.11	10.00	75.75	1722.86	1503.23	9590.801	7213.380	
13	3169.04	83.07	0.12	3177.60	3151.93	432.560	1.731	

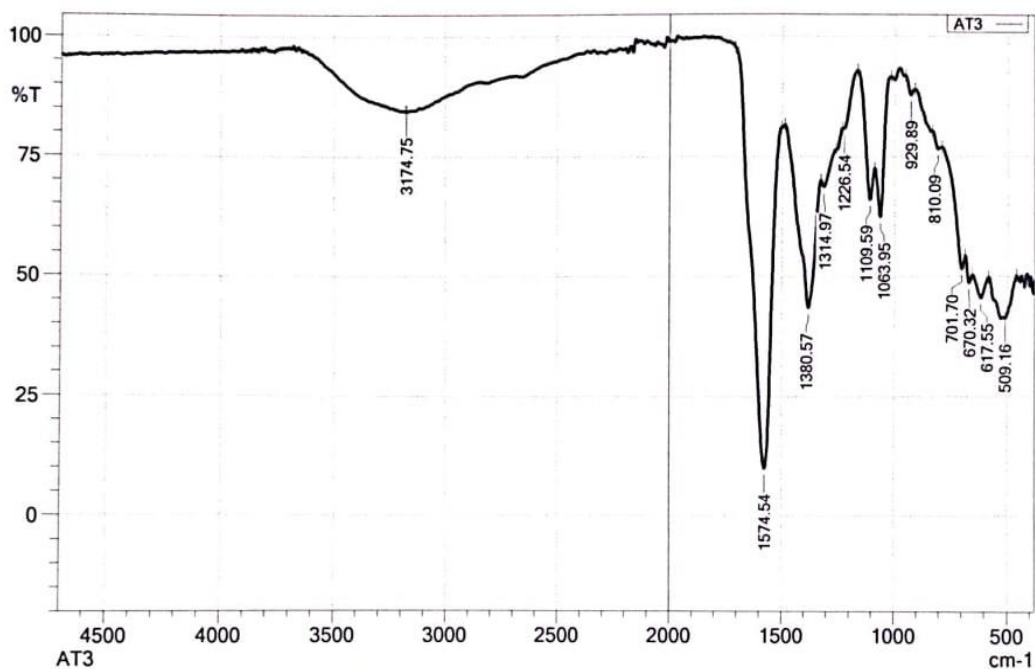
Gambar L.3.4 Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 2 kompleks La(III)-Tartrat (AT)

FTIR Model : IRSpirit - T
 Serial No. : A22415801432 AE
 Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

02/12/2022 14:57:04

Item	Value
Acquired Date&Time	02/12/2022 14:13:23
Filename	G:\TAV\Ade Hanindya R\12\AT31.ispd
Sample name	AT3
Sample ID	AT3
Comment	AT3
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



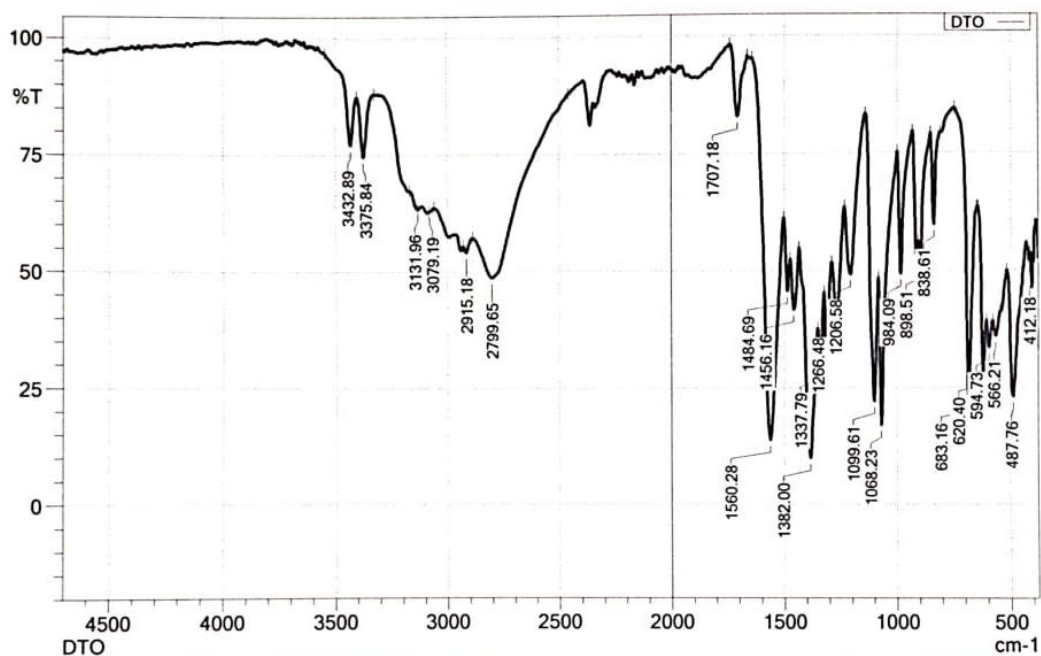
Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	509.16	41.37	0.25	510.58	460.67	2726.571	19.996
2	617.55	45.59	4.49	656.06	583.32	3788.554	158.595
3	670.32	48.74	3.43	687.43	656.06	1552.115	57.118
4	701.70	51.59	5.87	791.55	687.43	3634.351	59.555
5	810.09	76.55	1.86	834.33	791.55	952.238	37.869
6	929.89	87.79	2.41	954.14	911.35	458.199	47.279
7	1063.95	62.44	16.80	1089.63	1016.89	1698.736	392.716
8	1109.59	66.03	11.77	1166.64	1089.63	1669.788	337.486
9	1226.54	80.78	1.14	1232.25	1166.64	862.587	2.157
10	1314.97	68.63	2.58	1327.80	1260.77	1866.579	71.519
11	1380.57	43.59	30.17	1488.96	1327.80	6265.216	2357.781
12	1574.54	10.00	76.72	1708.60	1504.65	9381.573	7207.745
13	3174.75	84.47	0.02	3179.03	3171.89	110.675	0.092

Gambar L.3.5 Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 3 kompleks La(III)-Tartrat (AT)

FTIR Model : IRSpirit - T
 Serial No. : A22415801432 AE
 Window (KRS-5H, PKG)

09/12/2022 15:22:17

Item	Value
Acquired Date&Time	09/12/2022 14:40:41
Filename	G:\TAV\Ade Hanindya R\13\DTO1.ispd
Sample name	DTO
Sample ID	DTO
Comment	DTO
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment	
1	412.18	49.43	1.08	416.45	410.75	279.125	2.853	
2	487.76	23.05	27.23	519.14	446.40	4552.317	939.067	
3	566.21	35.95	4.09	579.04	547.67	1946.437	71.503	
4	594.73	33.56	5.70	606.14	579.04	1721.541	74.932	
5	620.40	28.20	19.77	646.07	606.14	2238.164	298.492	
6	683.16	22.62	47.84	748.76	650.35	3712.482	1152.930	
7	838.61	59.77	19.51	852.87	811.51	1165.964	309.811	
8	898.51	50.86	9.47	908.50	852.87	1829.919	34.289	
9	984.09	49.30	26.91	999.77	932.74	2133.025	617.165	
10	1068.23	17.04	35.94	1082.49	999.77	3983.568	820.705	
11	1099.61	22.10	36.50	1140.97	1082.49	3090.035	1093.433	
12	1206.58	49.17	20.13	1233.67	1140.97	3263.315	799.822	
13	1266.48	41.08	15.51	1289.30	1233.67	2800.973	444.721	
14	1337.79	29.26	11.60	1349.20	1322.10	1740.833	154.821	
15	1382.00	10.00	34.37	1433.34	1349.20	5886.628	1365.518	
16	1456.16	41.73	11.78	1471.85	1433.34	2043.222	261.384	
17	1484.69	45.69	10.78	1500.37	1471.85	1382.570	153.570	

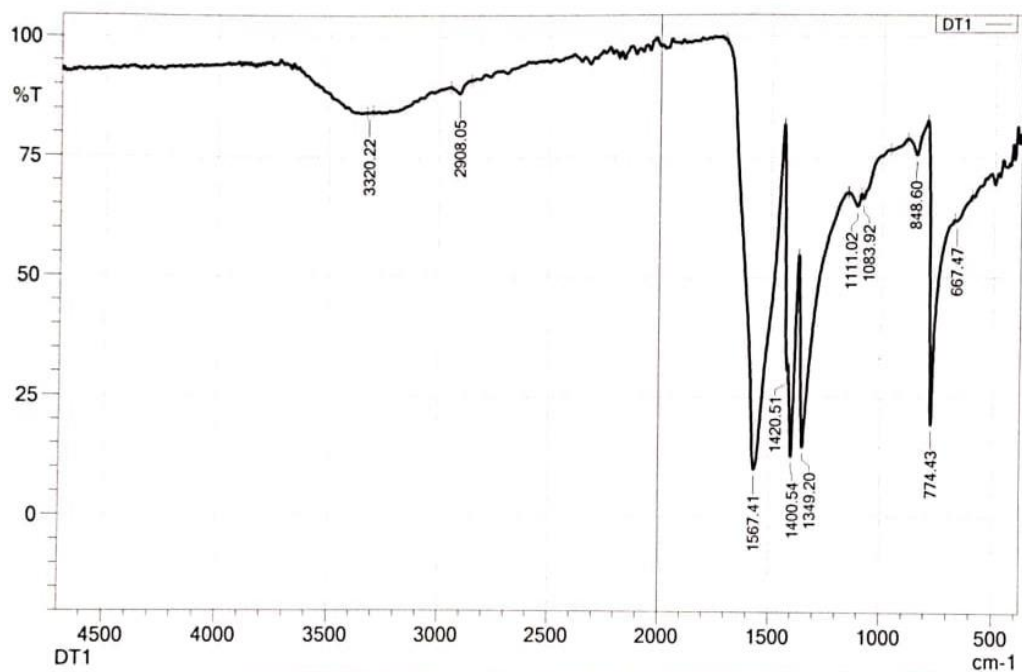
Gambar L.3.6 Hasil Karakterisasi FTIR Ligan Diamonium Tartrat

FTIR Model : IRSpirit - T
 Serial No. : A22415801432 AE
 Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

02/12/2022 14:55:48

Item	Value
Acquired Date&Time	02/12/2022 14:15:53
Filename	G:\TAV\Ade Hanindya R\12\DT11.jspd
Sample name	DT1
Sample ID	DT1
Comment	DT1
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	667.47	61.78	0.78	676.02	597.58	2814.614	33.410	
2	774.43	19.44	59.11	798.68	676.02	5740.614	2345.282	
3	848.60	75.57	4.98	888.53	798.68	1914.299	185.363	
4	1083.92	66.48	1.66	1093.90	964.12	3544.837	-82.905	
5	1111.02	64.90	2.61	1149.53	1093.90	1873.439	69.221	
6	1349.20	14.79	41.21	1370.59	1155.23	10849.993	2493.280	
7	1400.54	12.72	27.13	1416.23	1370.59	3210.808	627.313	
8	1420.51	30.77	10.08	1440.47	1416.23	1168.651	124.155	
9	1567.41	10.00	80.18	1707.18	1440.47	12383.807	9878.553	
10	2908.05	88.26	1.97	2947.98	2855.28	965.313	68.684	
11	3320.22	84.28	0.11	3328.78	3301.68	423.783	1.818	

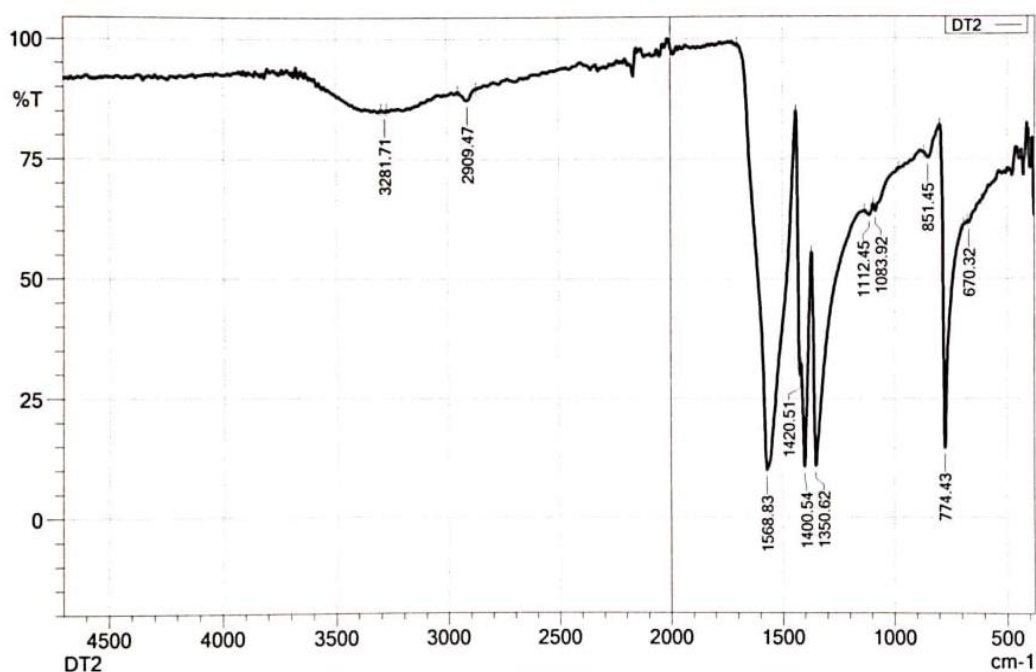
Gambar L.3.7 Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 1 Kompleks La(III)-Tartrat (DT)

FTIR Model : IRSpirit - T
 Serial No. : A22415801432 AE
 Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

02/12/2022 14:54:17

Item	Value
Acquired Date&Time	02/12/2022 14:17:34
Filename	G:\TAV\Ade Hanindya R\12\DT21.jspd
Sample name	DT2
Sample ID	DT2
Comment	DT2
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	670.32	61.67	0.75	676.02	614.70	2203.066	8.018	
2	774.43	14.65	62.63	798.68	693.14	5238.563	2246.684	
3	851.45	75.23	2.63	869.99	798.68	1569.131	87.594	
4	1083.92	64.08	2.32	1095.33	982.66	3483.654	31.202	
5	1112.45	63.26	1.75	1133.84	1095.33	1387.423	37.019	
6	1350.62	10.94	45.33	1370.59	1133.84	12465.687	2966.800	
7	1400.54	10.78	28.96	1414.80	1370.59	3137.656	656.447	
8	1420.51	29.83	14.09	1440.47	1414.80	1247.207	182.793	
9	1568.83	10.00	81.69	1704.32	1440.47	12311.194	10169.740	
10	2909.47	87.32	2.06	2950.83	2870.96	931.803	82.999	
11	3281.71	84.94	0.38	3297.40	3271.73	381.893	5.130	

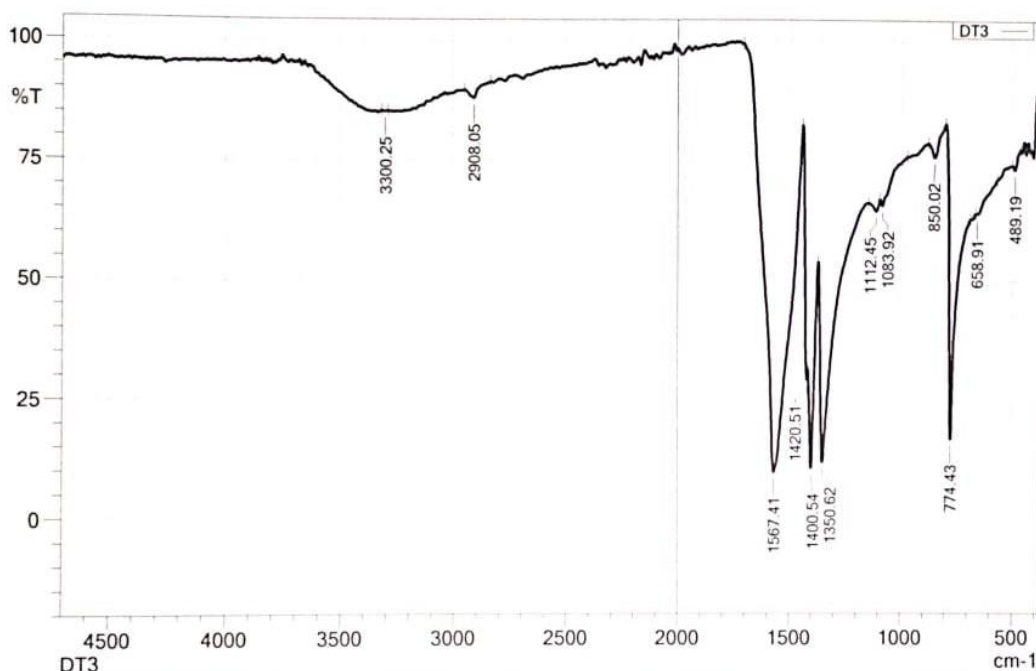
Gambar L.3.8 Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 2 Kompleks La(III)-Tartrat (DT)

FTIR Model : IRSpirit - T
 Serial No. : A22415801432 AE
 Window (KRS-5H, PKG)

SHIMADZU

02/12/2022 14:52:35

Item	Value
Acquired Date&Time	02/12/2022 14:18:57
Filename	G:\TAAde Hanindya R\12\DT31.ispd
Sample name	DT3
Sample ID	DT3
Comment	DT3
No. of Scans	10
Resolution	4 [cm-1]
Apodization	Happ-Genzel

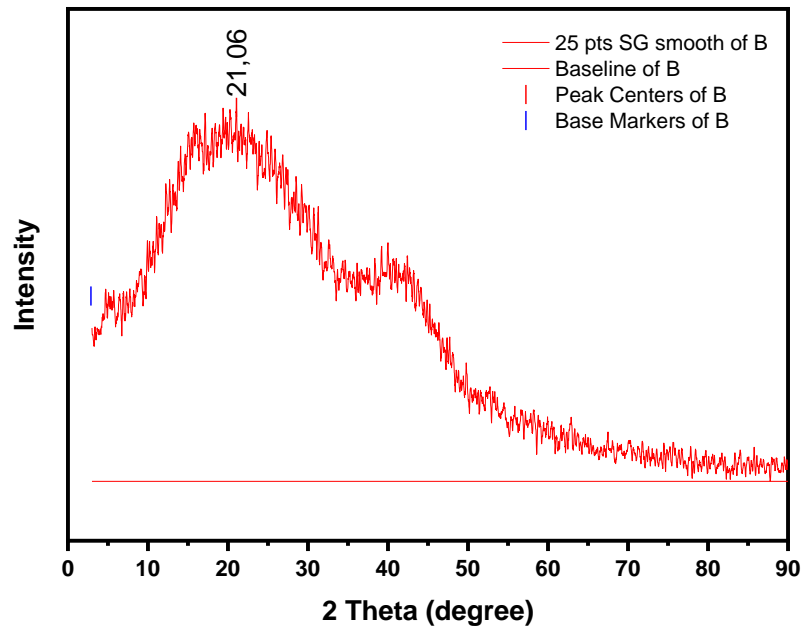


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	Comment
1	489.19	73.42	1.84	499.17	463.52	879.548	23.362	
2	658.91	64.09	0.53	664.61	567.63	3139.587	11.154	
3	774.43	16.89	61.54	800.10	687.43	5303.743	2265.101	
4	850.02	76.03	4.36	878.55	800.10	1643.560	148.918	
5	1083.92	65.85	2.16	1095.33	971.25	3491.396	-23.473	
6	1112.45	64.74	2.21	1146.67	1095.33	1756.801	54.020	
7	1350.62	12.11	43.12	1370.59	1146.67	11528.584	2640.411	
8	1400.54	10.84	28.12	1414.80	1370.59	3154.689	631.517	
9	1420.51	29.44	13.61	1440.47	1414.80	1272.313	173.648	
10	1567.41	10.00	80.73	1705.75	1440.47	12411.873	10050.004	
11	2908.05	88.19	2.23	2947.98	2831.03	1172.665	83.065	
12	3300.25	85.40	0.09	3315.94	3288.84	394.454	1.516	

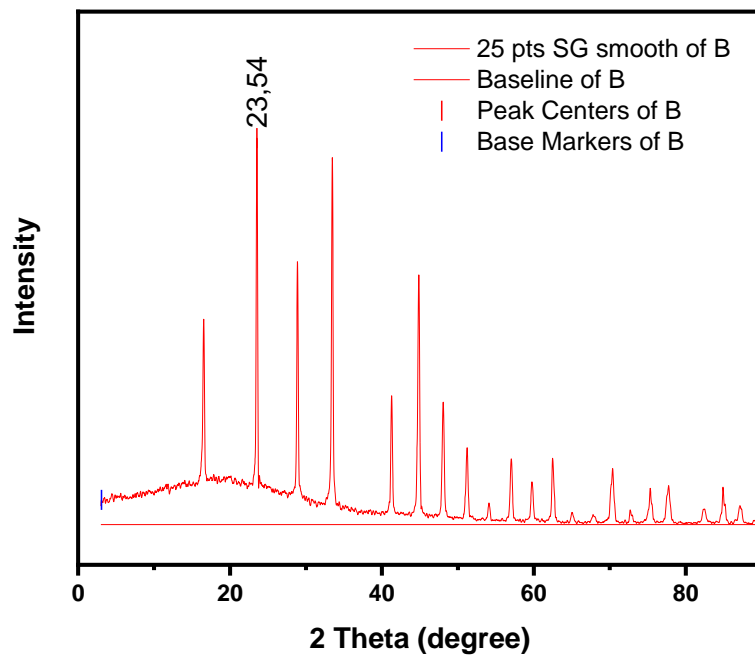
Gambar L.3.9 Hasil Karakterisasi FTIR Sintesis 3 Kompleks La(III)-Tartrat (DT)

Lampiran 4. Hasil karakterisasi dan analisis menggunakan Powder XRD

Menentukan peak tertinggi pada kompleks La(III)-Tartrat (AT) dan (DT)



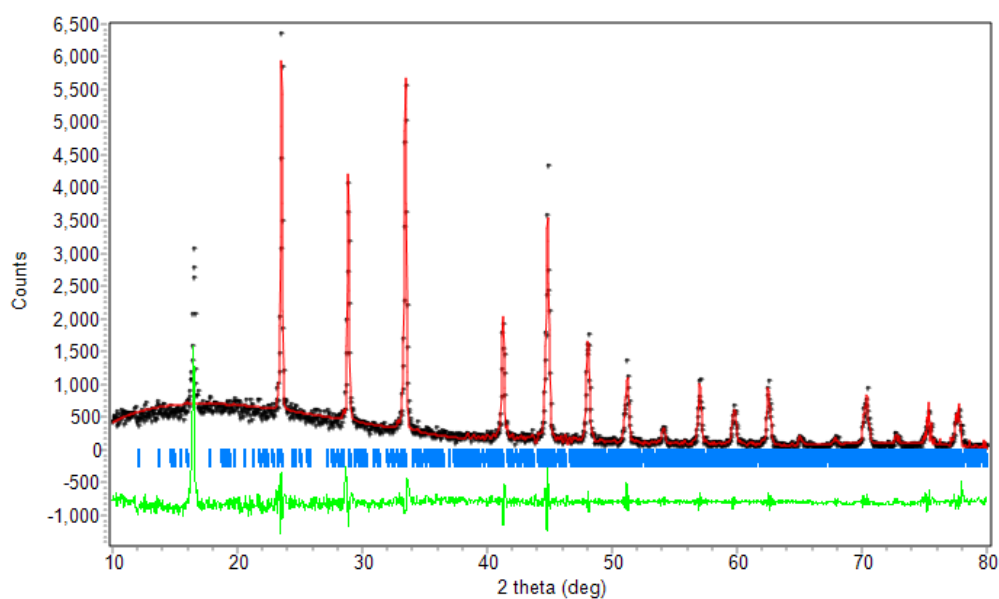
Gambar L.4.1 *Peak* tertinggi kompleks La(III)-Tartrat (AT)



Gambar L.4.2 *Peak* tertinggi kompleks La(III)-Tartrat (DT)

Tabel L.4.1 *Peak Powder XRD kompleks La(III)-Tartrat (DT)*

Posisi [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	Rel.Int.
16,54	278.252,263	0,27984	448,046
23,54	523.908,685	0,22544	512,849
28,88	356.182,686	0,24934	352,578
33,46	497.367,483	0,24933	640,791
41,28	174.490,283	0,26217	181,324
44,86	338.411,211	0,27995	408,951
48,06	165.923,649	0,32152	215,906
51,22	104.045,894	0,31387	145,175
54,1	29.257,704	0,37887	0,38207
57,02	89.111,111	0,33658	109,325
59,76	57.816,092	0,36562	0,81169
62,46	89.832,195	0,33189	119,986
65	16.389,444	0,4	0,20419
67,8	13.548,531	0,59646	0,24425
70,38	75.862,846	0,48365	137,485
72,68	19.890,055	0,24465	0,16304
75,32	49.193,126	0,43319	0,86404
77,74	52.696,346	0,57549	108,017
82,5	2.093,928	0,56946	0,49793
84,92	50.617,136	0,42817	0,78831
87,12	25.532,512	0,56709	0,49094
89,68	26.855,378	0,51103	0,43851

Gambar L.4.3 Hasil *Refinement* kompleks La(III)-Tartrat (DT)

<i>CELL PARAMETERS</i>	=	6.017395	0.000041	0.000461
		7.654113	0.000068	0.000638
		24.418503	-0.000021	0.001483
		90.000008	0.000000	0.000000
		100.034485	0.000053	0.000000
		90.000008	0.000000	0.000000

| Rp | Rwp | GoF

+-----

| 13.88 | 27.07 | 0.5085E+02

Menentukan %Kristalinitas = (Fraksi Luas Kristalin:Luas Difraktogram) x 100%

$$= (29,038,426 : 3,078,501,186) \times 100\%$$

La(III)-Tartrat (AT) = 0,94%

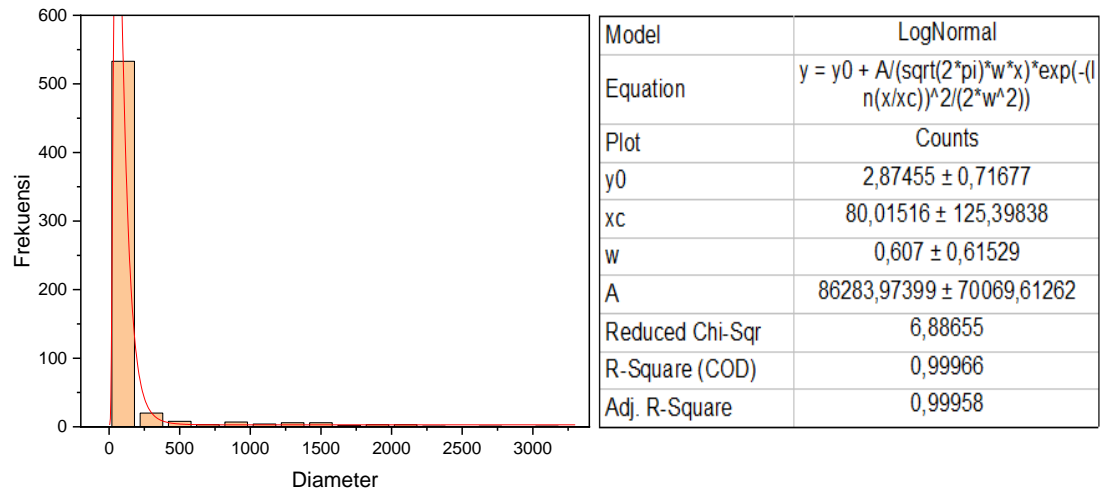
Menentukan %Kristalinitas = (Fraksi Luas Kristalin:Luas Difraktogram) x 100%

$$= (1,016,794,657 : 122,505,380,3) \times 100\%$$

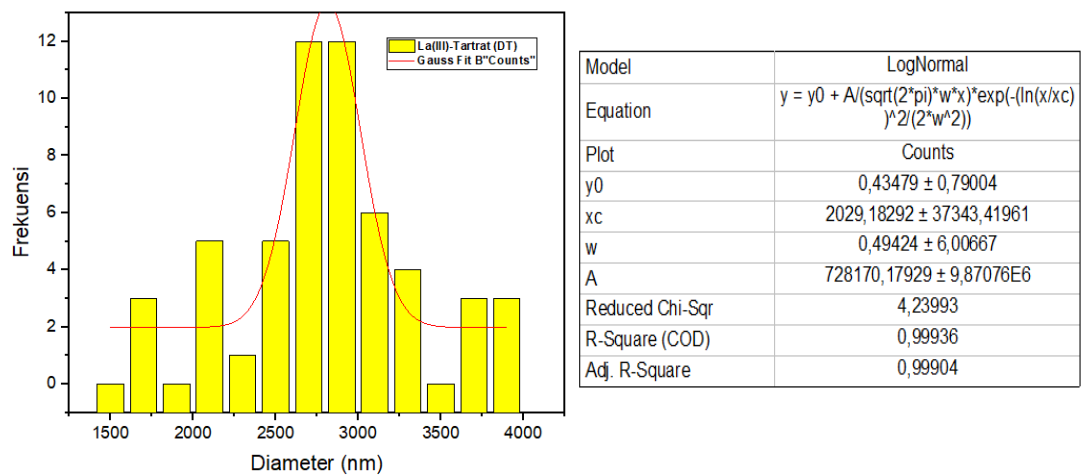
La(III)-Tartrat (DT) = 83%

$$\begin{aligned} \text{Menentukan ukuran kristal} &= D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= 0,9 \times 1,54056 : 0,22544 \cos 23,54 \\ &= 1,386504 : 0,22544 \times 0,91678 \\ &= 1,386504 : 0,2066792 \\ &= 6,7085 \text{ nm} \end{aligned}$$

Lampiran 5. Hasil karakterisasi dan analisis menggunakan SEM



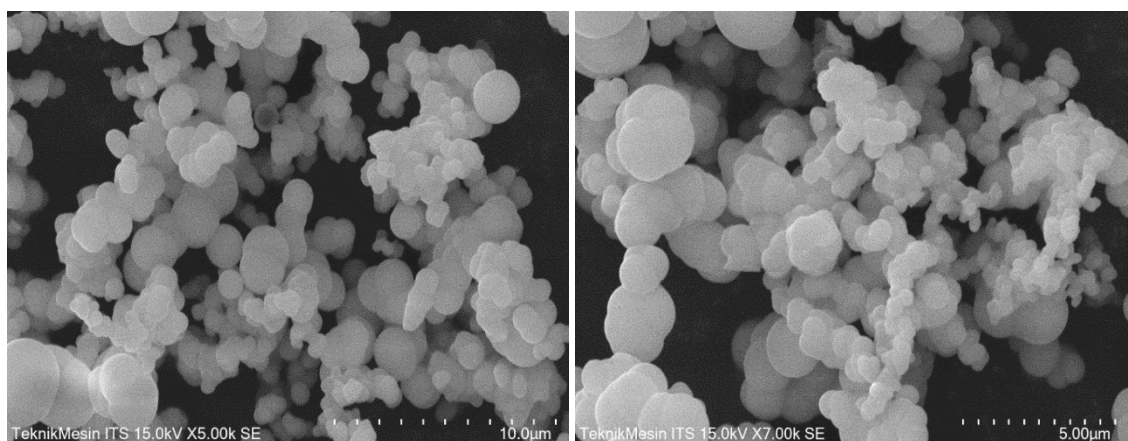
Gambar L.5.1 Average Area kompleks La(III)-Tartrat (AT) perbesaran 5000x

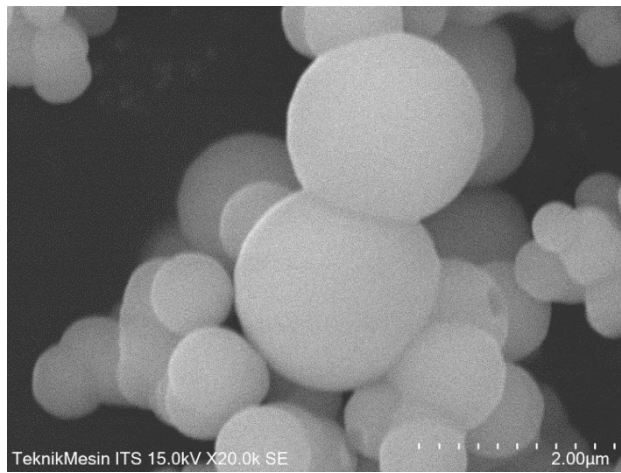
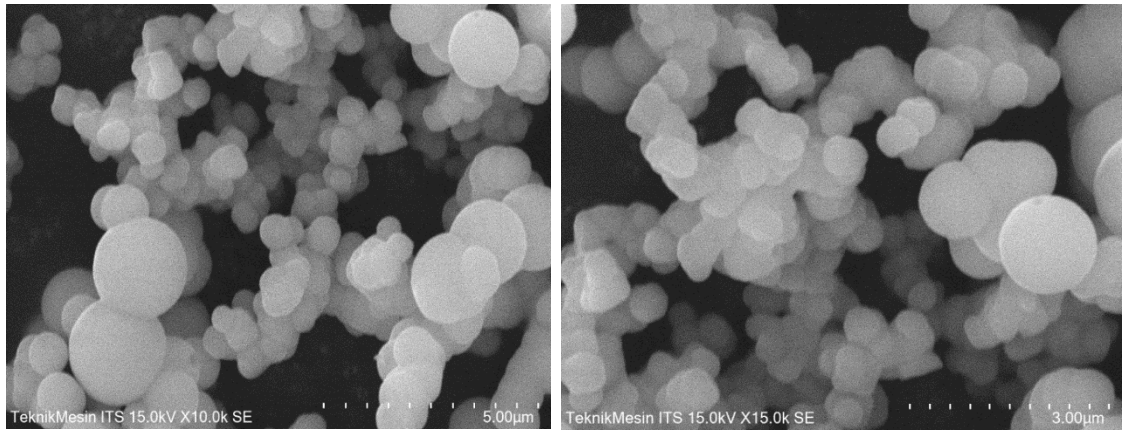


Gambar L.5.2 Average Area kompleks La(III)-Tartrat (DT) perbesaran 500

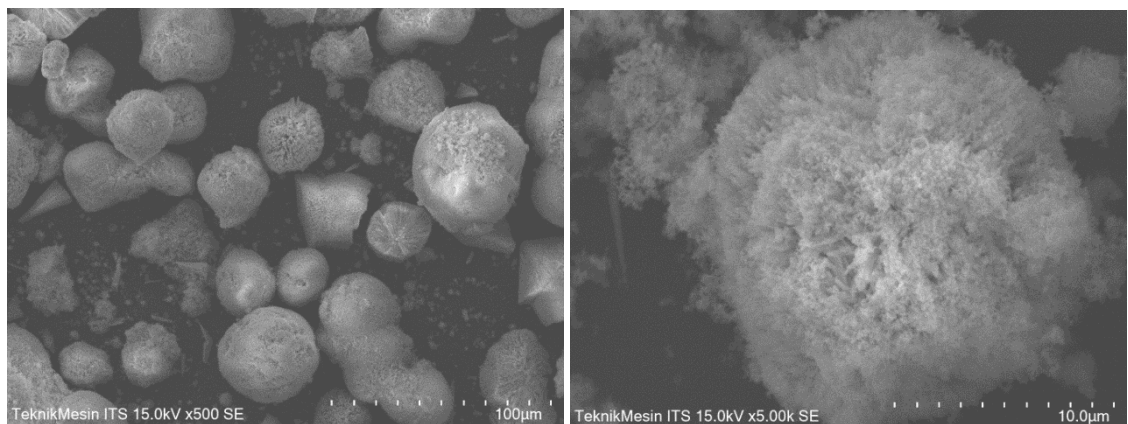
Berikut merupakan mikrograf hasil karakterisasi SEM kompleks La(III)-Tartrat

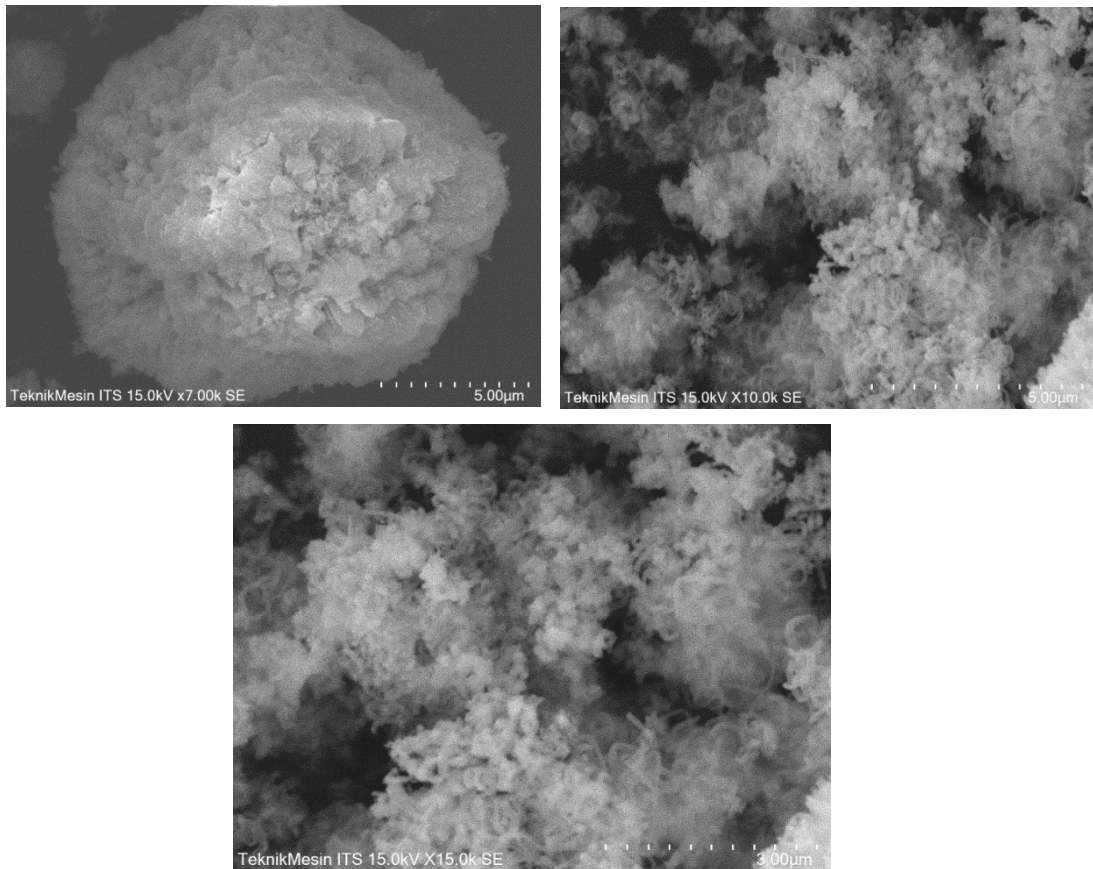
1. Kompleks La(III)-Tartrat (AT)



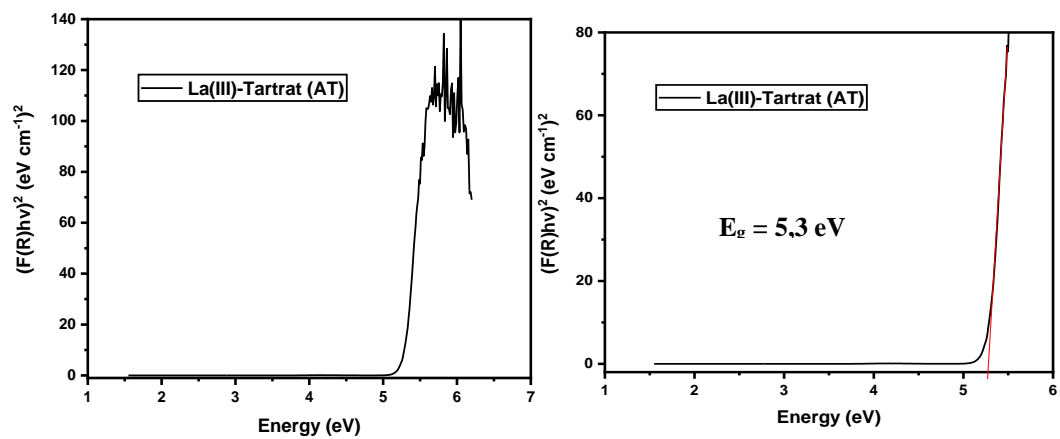


2. Kompleks La(III)-Tartrat (DT)

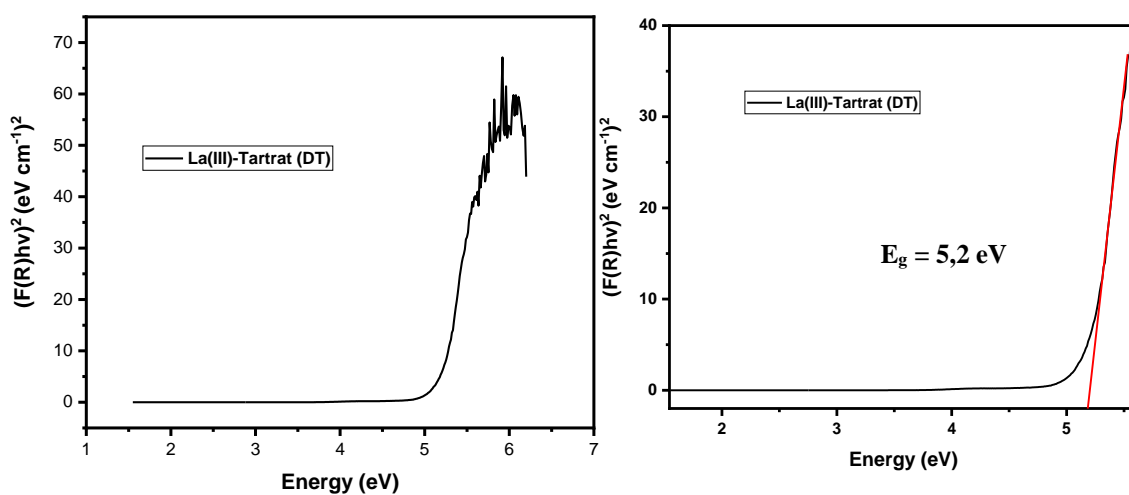




Lampiran 6. Hasil karakterisasi dan analisis menggunakan UV-Vis DRS



Gambar L.6.1 Spektra DRS kompleks La(III)-Tartrat (AT)



Gambar L.6.2 Spektra DRS kompleks La(III)-Tartrat (DT)

Perhitungan Panjang gelombang pada kompleks La(III)-Tartrat

- 1) Kompleks La(III)-Tartrat (AT)

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{5,3 \text{ eV}} = 234 \text{ nm}$$

- 2) Kompleks La(III)-Tartrat (DT)

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{5,2 \text{ eV}} = 238 \text{ nm}$$