

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS *CERIUM* (III) DENGAN LIGAN
1,3,5-BENZENATRIKARBOKSILAT (H₃BTC) MENGGUNAKAN METODE SONOKIMIA**

SKRIPSI

Oleh:
RAHMA FATIMATUZZAHRO
NIM.19630102



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS CERIUM (III) DENGAN
LIGAN 1,3,5- BENZENATRIKARBOKSILAT (H₃BTC) MENGGUNAKAN
METODE SONOKIMIA**

SKRIPSI

**Oleh:
RAHMA FATIMATUZZAHRO
NIM. 19630102**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) 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 CERIUM (III) DENGAN
LIGAN 1,3,5- BENZENATRIKARBOKSILAT (H₃BTC) MENGGUNAKAN
METODE SONOKIMIA**

SKRIPSI

Oleh:
RAHMA FATIMATUZZAHRO
NIM.19630102

Telah diperiksa dan disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 14 Desember 2023

Pembimbing I



Nur Aini, M.Si
NIP. 19840608 201903 2 009

Pembimbing II



Dr. Tri Kustono Adi, M.Sc
NIP.19710311 200312 1 002

Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia



Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP.19870811 200801 2 010

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS CERIUM (III) DENGAN
LIGAN 1,3,5- BENZENATRIKARBOKSILAT (H₃BTC) MENGGUNAKAN
METODE SONOKIMIA**

SKRIPSI

Oleh:
RAHMA FATIMATUZZAHRO
NIM.19630102

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 14 Desember 2023

Penguji Utama : Himmatul Barroroh, M.Si
NIP. 19750730 200312 2 001

(.....)

Ketua Penguji : Lilik Miftahul Khoiroh, M. Si
NIP. 19831226 2019203 2 008

(.....)

Sekretaris Penguji : Nur Aini, M.Si
NIP. 19840608 201903 2 009

(.....)

Anggota Penguji : Dr. Tri Kustono Adi, M.Sc
NIP. 19710311 200312 1 002

(.....)

Mengesahkan
Ketua Program Studi Kimia



Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19840311 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rahma Fatimatuzzahro
NIM : 19630102
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks *Cerium* (III) Dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H_3BTC) Menggunakan Metode Sonokimia

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

Malang, 20 Desember 2023
Yang membuat pernyataan



Rahma Fatimatuzzahro
NIM. 19630102

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirabbil'alamin, dengan mengucapkan syukur kepada Allah Swt. berkat kasih sayang dan ridha-Nya mengizinkan saya untuk menyelesaikan tugas akhir yang masih jauh dari kata sempurna ini dengan sebaik mungkin. Tahap ini merupakan hal yang berarti bagi saya dan saya persembahkan karya ini kepada kedua orang tua tercinta, Bapak Ahmad Tamami dan Ibuk Umi Rodyah yang selalu dan tiada henti memanjatkan doa terbaik untuk saya, memberikan dukungan baik berupa material dan non material seperti kasih sayang yang tak terhingga, motivasi, solusi, nasihat kepada saya sehingga saya mampu menyelesaikan karya ini. Terimakasih sudah selalu ada untuk saya dan mendukung saya dalam segala situasi dan kondisi apapun. Semoga senantiasa diberi kesehatan dan umur panjang agar dapat menemani saya hingga sukses.

Saya sampaikan terima kasih kepada Ibu Nur aini, M. Si selaku pembimbing utama yang senantiasa sabar dalam membimbing serta terima kasih untuk ilmu dan pengalaman yang telah diberikan kepada saya. Saya sampaikan terima kasih juga kepada Bapak Dr. Tri Kustono Adi, M. Sc selaku pembimbing agama yang telah berbagi banyak ilmu kehidupan, serta memberikan dukungan kepada saya untuk menyelesaikan karya ini. Ibu Hiimmatul Barroroh, M.Si dan Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku penguji yang telah membimbing dan memberikan arahan serta masukan dalam proses penyelesaian karya ini. Para dosen dan seluruh laboran Program Studi Kimia UIN Malang yang telah memberikan ilmu dan membantu saya dalam menyelesaikan penelitian.

Tidak lupa saya ucapkan terima kasih kepada sahabat saya Three musketeers (Deby, Rista), Bangtan squad (Marsha, Nadia), dan partner kamar saya Navida yang telah mendengarkan keluh kesah dan cerita saya selama skripsi ini dibuat, Terima kasih juga untuk teman-teman saya Sobat Kolis tercinta (Fifi, Acil, Ratna, Lelyta), teman seperbimbingan yang super sabar (Nidya, Sasa, Reza), dan teman-teman Uranium 19 yang selalu memberikan semangat, bantuan, serta motivasi untuk berjuang bersama demi menyelesaikan studi di UIN Malang.

Terakhir, terima kasih kepada diri saya sendiri yang telah berjuang sejauh ini. Saya bangga pada diri saya sendiri yang mampu melewati rintangan skripsi dan mampu bertahan hingga di tahap ini. Saya telah melakukan yang terbaik, terima kasih sudah kuat dan tidak menyerah. Ini baru awal dari perjalanan hidup, jadi mari lebih semangat kedepannya yaaa.

MOTTO

“Dibalik kesulitan pasti akan ada kemudahan dan Allah SWT tidak akan memberikan cobaan melebihi kemampuan hambanya”

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, sholawat serta salam kita haturkan kepada baginda kita yakni Nabi Muhammad SAW yang telah memberikan suri tauladan kepada umatnya, sehingga dalam proses penulisan skripsi ini tidak terlepas dari nilai-nilai kehidupan sebagaimana yang telah diajarkan oleh Rosulullah SAW. Semoga kita menjadi umat yang pandai mensyukuri nikmat Allah SWT, dan kelak mendapat syafaat dari Nabi Muhammad SAW.

Skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks *Cerium* (III) dengan Ligan 1,3,5- Benzenatrikarboksilat Menggunakan Metode Sonokimia” dapat disusun karena adanya dukungan, motivasi serta bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, izinkanlah penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA., selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Prof. Dr. Sri Harini, M.Si., selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si., selaku ketua prodi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Nur Aini, M.Si., selaku dosen pembimbing karena atas bimbingan, masukan dan sarannya, laporan skripsi ini menjadi lebih baik dan dapat terselesaikan.
5. Bapak Dr. Tri Kustono Adi, M.Sc., selaku dosen pembimbing agama yang senantiasa selalu memberikan arahan serta nasehat pada bagian integritasi sains dan Islam dalam penyelesaian laporan skripsi ini.
6. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengalaman, dan wawasan sebagai pedoman bagi penulis.
7. Laboran Program Studi Kimia, mbak Is, mbak Susi, mbak Rika, mbak Mei, mas Abi, pak Royyan, dan pak Taufik yang telah membantu penulis selama proses penelitian.

Penulis menyadari bahwa dalam laporan skripsi ini masih banyak kekurangan, maka dari itu penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun demi kesempurnaan laporan skripsi ini. Semoga laporan skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan.

Malang, 20 Desember 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
HALAMAN PERNYATAAN.....	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	ix
MOTTO.....	xi
KATA PENGANTAR.....	xiii
DAFTAR ISI.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
DAFTAR GAMBAR.....	xix
DAFTAR LAMPIRAN.....	xxi
ABSTRAK.....	xxiii
ABSTRACT.....	xxv
ملخص البحث.....	xxvii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Senyawa Kompleks Sebagai <i>Drug Delivery System</i> (DDS).....	5
2.2 Sintesis Senyawa Kompleks dengan Logam <i>Cerium</i> (III).....	6
2.3 Sintesis Senyawa Kompleks dengan Logam <i>Cerium</i> (III) dengan Ligan 1,3,5 Benzenetrikarboksilat.....	8
2.4 Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC dengan Metode Sonokimia.....	12
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	17
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan.....	17
3.2 Alat.....	17
3.3 Bahan.....	17
3.4 Rancangan Penelitian.....	17
3.5 Tahapan Penelitian.....	17
3.6 Prosedur Kerja.....	18
3.6.1 Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC variasi waktu 15, 30, dan 45 menit.....	18
3.7 Karakterisasi dan Analisis Data Kompleks Ce(III)-BTC.....	18
3.7.1 Karakterisasi Struktur Material Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	18
3.7.2 Karakterisasi Morfologi Kristal Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan <i>Scanning Electronic Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX).....	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	21
4.1 Hasil Sintesis Sonokimia Kompleks Ce(III)-BTC.....	21
4.2 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis.....	22
4.2.1 Hasil Karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan XRD.....	22
4.2.2 Hasil karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan <i>Scanning Electronic Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX).....	26
4.3 Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam.....	32

BAB V PENUTUP.....	35
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran.....	35
DAFTAR PUSTAKA.....	37
LAMPIRAN.....	41

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat-sifat logam <i>cerium</i> (Ce).....	7
Tabel 2.2	Data penelitian kompleks <i>cerium</i> (Ce).....	8
Tabel 2.3	Kondisi dan hasil sintesis Ce(III)-BTC	12
Tabel 4.1	Massa produk hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC.....	22
Tabel 4.2	Hasil analisis menggunakan program <i>rietica</i> dengan metode <i>Le Bail</i>	25
Tabel 4.3	Ukuran partikel kompleks Ce(III)-BTC	30
Tabel 4.4	Presentase unsur-unsur senyawa kompleks Ce(III)-BTC hasil EDX.....	31

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kompleks MOF Ce-BTC	6
Gambar 2.2	Logam <i>Cerium</i> (Ce).....	7
Gambar 2.3	Struktur 1,3,5-Benzenetrikarboksilat (H ₃ BTC).....	9
Gambar 2.4	Pola pengikatan ligan 1,3,5-benzenetrikarboksilat dengan atom logam (a) Ligan bidentat, (b) Ligan unidentate, (c) Ligan jembatan (<i>bridging ligand</i>)	9
Gambar 2.5	Struktur kompleks Ce-BTC.....	10
Gambar 2.6	Pola powder XRD dan hasil SEM dari kompleks Ce-BTC.....	10
Gambar 2.7	Pola powder XRD dan hasil SEM dari kompleks Ce-BTC.....	11
Gambar 2.8	Mekanisme Proses kavitasi	13
Gambar 2.9	Pola <i>Powder</i> -XRD dari kompleks Cu-BTC (a) Cu-BTC variasi waktu 24 jam metode solvotermal, (b) Cu-BTC variasi waktu 30 menit metode sonokimia (c) Cu-BTC variasi waktu 30 menit metode sonokimia.....	13
Gambar 2.10	Morfologi hasil sintesis Cu-BTC dengan variasi waktu (a) dan (b) Cu-BTC variasi waktu 24 jam metode solvotermal (c) dan (d) Cu-BTC variasi waktu 30 menit (e) dan (f) Cu-BTC waktu 15 menit metode sonokimia	15
Gambar 4.1	Hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC variasi waktu sonikasi (a) 15 menit, (b) 30 menit, dan (c) 45 menit.....	21
Gambar 4.2	Pola difraksi sinar-x hasil sintesis senyawa kompleks Ce(III)-BTC dengan waktu sonikasi 15, 30, dan 45 menit dibandingkan dengan standar reaktan.....	23
Gambar 4.3	Plot hasil refinement Ce(III)-BTC pada kompleks waktu (a) 15 menit, (b) 30 menit, dan (c) 45 menit	24
Gambar 4.4	Mikrograf SEM variasi waktu sonikasi 15 menit dengan perbesaran (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x, (d) 10.000x, dan (e) 15.000x	26
Gambar 4.5	Mikrograf SEM variasi waktu sonikasi 30 menit dengan perbesaran (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x, (d) 10.000x, dan (e) 15.000x	27
Gambar 4.6	Mikrograf SEM variasi waktu sonikasi 45 menit dengan perbesaran (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x, (d) 10.000x, dan (e) 15.000x	28
Gambar 4.7	Mikrograf SEM dengan <i>average area</i> distribusi partikel ukuran Lebar kompleks Ce(III)-BTC dengan perbesaran 500x variasi waktu (a) 15 menit, (b) 30 menit, dan (c) 45 menit	30
Gambar 4.8	Grafik EDX kompleks Ce(III)-BTC variasi waktu (a) 15 menit, (b) 30 menit, dan (c) 45 menit	32

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir.....	41
Lampiran 2	Perhitungan.....	42
Lampiran 3	Hasil karakterisasi XRD.....	43
Lampiran 4	Data ukuran kristal kompleks Ce(III)-BTC	46
Lampiran 5	Perhitungan derajat kristanilitas kompleks Ce(III)-BTC.....	47
Lampiran 6	Hasil <i>refinement</i> dengan metode <i>Le Bail</i>	48
Lampiran 7	Hasil <i>stacking</i> (menumpuk) kompleks standar Ce(III)-BTC dengan hasil penelitian	53
Lampiran 8	Hasil karakterisasi SEM	56
Lampiran 9	Hasil EDX kompleks Ce(III)-BTC.....	59
Lampiran 10	Analisa SEM menggunakan Software <i>Image J</i>	60
Lampiran 11	Analisa distribusi ukuran partikel hasil SEM	66
Lampiran 12	Perhitungan rendemen.....	69
Lampiran 13	Perhitungan rasio mol berdasarkan hasil EDX	70
Lampiran 14	Jadwal pelaksanaan penelitian skripsi.....	72
Lampiran 15	Rencana Anggaran Penelitian Skripsi	73

ABSTRAK

Fatimatuzzahro, R. 2023. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cerium (III) dengan Ligan 1,3,5- Benzenatrikarboksilat (H₃BTC) Menggunakan Metode Sonokimia. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Dosen Pembimbing: Nur Aini, M.Si

Kata Kunci: Senyawa kompleks, *Metal Organic Framework* (MOF), Sonokimia

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat. Senyawa kompleks yang membentuk rantai berulang dapat membentuk polimer yang disebut *Metal Organic Framework* (MOF). Material MOF dapat digunakan sebagai salah satu kandidat pengaplikasian sistem penghantar obat atau *Drug Delivery System* (DDS). Senyawa kompleks Ce(III)-BTC akan disintesis menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15 menit, 30 menit, dan 45 menit. Material hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumen *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD) untuk menentukan struktur fasa kristal dan *Scanning Electronic Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk mendapatkan morfologi, distribusi ukuran partikel, dan komposisi unsur dalam produk. Data XRD dianalisis dengan ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) untuk reaktan pada senyawa kompleks. Data SEM-EDX dianalisis menggunakan *Image J* untuk mendapatkan distribusi ukuran partikel berupa panjang dan lebar produk sintesis.

Produk hasil sintesis yang diperoleh pada penelitian ini berupa kompleks Ce(III)-BTC yang berwujud serbuk berwarna putih, dimana massa rata-rata produk cenderung semakin bertambah dengan bertambahnya variasi waktu sintesis. Karakterisasi XRD menunjukkan senyawa hasil sintesis memiliki karakter puncak-puncak yang berbeda dengan reaktan. Berdasarkan jurnal penelitian terdahulu didapatkan puncak khas Ce(III)-BTC pada 2θ 8,4°, 10,6°, 18,1°. Pada penelitian ini didapatkan puncak khas di daerah 10,9° dan 18,1° dengan variasi waktu 15 menit, puncak khas pada 8,4°, 10,8°, dan 18,1° dengan variasi waktu 30 menit, dan puncak khas pada 8,4°, 10,6°, 18,4° dengan variasi waktu 45 menit. Kompleks Ce(III)-BTC pada penelitian ini teridentifikasi memiliki struktur tetragonal dengan grup ruang P4₃. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan morfologi permukaan dan ukuran dari kompleks Ce(III)-BTC adalah *microrod* dengan distribusi ukuran panjang dan lebar partikel variasi 15 menit adalah 10 µm dan 1,2 µm, untuk variasi 30 menit adalah 6,1 µm dan 2,3 µm, dan untuk variasi 45 menit adalah 5,9 µm dan 2,4 µm. Sedangkan distribusi ukuran diameter *octahedral* adalah 9,5 µm, 8,1 µm, dan 7,1 µm. Hasil EDX menunjukkan komposisi unsur dalam kompleks Ce(III)-BTC berupa Ce, C, dan O.

ABSTRACT

Fatimatuzzahro, R. 2023. Synthesis and Characterization of Complex Compounds Cerium (III) with 1,3,5-Benzenetricarboxylate (H₃BTC) Ligand Using Sonochemical Method. Bachelor Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Consultant Lecturer: Nur Aini, M.Si

Keywords: Complex Compound, *Metal Organic Framework* (MOF), Sonochemical

Complex compounds are compounds composed of a central metal ion with one or more ligands donating their lone pair of electrons to the central metal ion. Complex compounds that form repeating chains can form polymers called Metal Organic Framework (MOF). MOF material can be used as a candidate for the application of a drug delivery system or Drug Delivery System (DDS). The Ce (III)-BTC complex compound will be synthesized using the sonochemical method with time variations of 15 minutes, 30 minutes and 45 minutes. The synthesized material was then characterized using an Powder X-Ray Diffraction (XRD) instrument to determine the crystalline phase structure and Scanning Electronic Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) to obtain morphology and particle size distribution. XRD data and SEM-EDX data were analyzed using previous research journals.

The synthetic product obtained in this research is a Ce(III)-BTC complex in the form of a white powder, where the average mass of the product tends to increase with increasing variations in synthesis time. XRD characterization shows that the synthesized compound has peaks that are different from the reactants. Based on previous research journals, typical Ce(III)-BTC peaks were found at 2θ 8.4°, 10.6°, 18.1°. In this research, typical peaks were found in the area of 10.9° and 18.1° with a time variation of 15 minutes, typical peaks at 8.4°, 10.8°, and 18.1° with a time variation of 30 minutes, and a typical peak at 8.4°, 10.6°, 18.4° with a time variation of 45 minutes. The Ce(III)-BTC complex in this study was identified as having a tetragonal structure with space group $P4_3$. SEM characterization results show that the surface morphology and size of the Ce(III)-BTC complex are microrods with the particle length and width distribution for the 15 minute variation being 10 μm and 1.2 μm , for the 30 minute variation being 6.1 μm and 2.3 μm , and for the 45 minute variation it is 5.9 μm and 2.4 μm . Meanwhile, the octahedral diameter size distribution is 9.5 μm , 8.1 μm , and 7.1 μm . The EDX results show that the elemental composition in the Ce(III)-BTC complex is Ce, C, and O.

ملخص البحث

فاطمة الزهرة، رحمة. 2023. تخليق وتوصيف المركبات المعقدة السيريوم (الثالث) مع 1,3,5- بنزينتريكاربوكسييلات (BTC3H) باستخدام طرق سونوكيميائية. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة: نور عيني، الماجستير

الكلمات الرئيسية: المركبات المعقدة، إطار أوراجانيك المعدني (MOF)، سونوكيمياء

المركب المعقد مركب يتكون من أيون فلز مركزي مع واحد أو أكثر من الروابط التي تمنح زوج الإلكترونات الحر لأيون الفلز المركزي. يمكن أن تشكل المركبات المعقدة التي تشكل سلاسل متكررة بوليمر يسمى إطار أوراجانيك المعدني (MOF). يمكن استخدام مواد MOF كمرشح لتطبيق نظام توصيل الدواء أو نظام توصيل الدواء (DDS). سيتم تصنيع مركب Ce (الثالث) -BTC باستخدام طرق سونوكيميائية مع اختلافات زمنية تبلغ 15 دقيقة و 30 دقيقة و 45 دقيقة. ثم يتم تمييز المادة المركبة باستخدام أداة حيود مسحوق الأشعة السينية (P-XRD) لتحديد بنية الطور البلوري والمسح المجهر الإلكتروني للأشعة السينية المشتتة للطاقة (SEM-EDX) للحصول على التشكل وتوزيع حجم الجسيمات والتركيبة الأولى في المنتج. تم تحليل بيانات XRD باستخدام ICSD (قاعدة بيانات البنية البلورية غير العضوية) للمواد المتفاعلة في المركبات المعقدة. تم تحليل بيانات SEM-EDX باستخدام Image J للحصول على توزيع حجم الجسيمات في شكل طول وعرض منتجات التوليف.

المنتج المركب الذي تم الحصول عليه في هذه الدراسة هو في شكل مركب Ce (الثالث) -BTC في شكل مسحوق أبيض، حيث يميل متوسط كتلة المنتج إلى الزيادة مع زيادة الاختلافات في وقت التوليف. يوضح توصيف XRD أن المركبات المخلفة لها صفات ذروة مختلفة عن المتفاعلات. توجد القمم النموذجية في المناطق 10.9 درجة و 18.1 درجة مع اختلافات زمنية تبلغ 15 دقيقة، والقمم النموذجية عند 8.4 درجة و 10.8 درجة و 18.1 درجة مع اختلافات زمنية تبلغ 30 دقيقة، والقمم النموذجية عند 8.4 درجة و 10.6 درجة و 18.4 درجة مع اختلافات زمنية تبلغ 30 دقيقة. تم تحديد مجمع Ce (الثالث) -BTC في هذه الدراسة على أنه ذو بنية رباعية الأضلاع مع مجموعة فضائية 43P. تظهر نتائج توصيف SEM أن مورفولوجيا السطح وحجم مركب Ce (الثالث) -BTC عبارة عن قضيب صغير بطول جسيم وتوزيع عرض يبلغ 15 دقيقة من الاختلافات 1.5 μm و 8.3 μm ، والاختلافات لمدة 30 دقيقة هي 2.6 μm و 6.8 μm ، والاختلافات لمدة 45 دقيقة هي 2.7 μm و 6.1 μm . تظهر نتائج EDX التركيب الأولي في مركب Ce (الثالث) -BTC على شكل Ce و C و O.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah SWT berfirman dalam Al-Qur'an surah Ali-Imran ayat 191:

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هٰذَا بٰطِلًا سُبْحٰنَكَ
فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia. Maha Suci Engkau. Lindungilah kami dari azab neraka. (QS. Ali Imran: 191)

Ayat ini menjelaskan bahwa Allah SWT tidak akan menciptakan segala sesuatu dengan sia-sia, akan tetapi penuh dengan manfaat yang beragam. Hal ini menunjukkan jika Allah SWT menjelaskan pada hamba-Nya mengenai pemanfaatan ciptaan-Nya. Tafsir Al-Maraghi menyebutkan, seorang mukmin yang mau menggunakan akalinya, selalu menaruh pengharapannya hanya kepada Allah SWT melalui doa, pujian dan ibtihal. Mukmin akan tahu bagaimana berbicara dengan Tuhan saat telah mendapatkan hidayah terhadap sesuatu yang berhubungan dengan kebajikan dalam menghadapi ragam makhluk-Nya (Al-Maraghi, 1993). Perkembangan teknologi menuntut kita untuk mengembangkan inovasi dan memanfaatkan beragam kekayaan di bumi yang telah Allah ciptakan. Salah satunya adalah pemanfaatan logam tanah jarang yang dapat digunakan untuk berbagai hal dalam kehidupan sehari-hari, misalnya pada bidang industri, bidang teknologi, dan bidang kesehatan. Pada bidang kesehatan, logam tanah jarang seperti *cerium* yang berikatan dengan ligan membentuk senyawa kompleks dapat digunakan sebagai sistem penghantaran obat atau *Drug Delivery System* (DDS).

Senyawa kompleks menjadi hal yang menarik untuk diteliti karena memiliki aplikasi dalam berbagai bidang, seperti bidang kesehatan, bidang industri, dan bidang lingkungan. Senyawa kompleks terbentuk karena adanya ikatan antara atom pusat atau logam yang berperan sebagai akseptor pasangan elektron dengan ligan yang berperan sebagai donor pasangan elektron (Triyani, dkk, 2013). Ikatan yang terbentuk antara ligan dan atom pusat merupakan ikatan koordinasi (Sembiring, 2017). Senyawa kompleks dapat disintesis menjadi kompleks polimer. Kompleks polimer merupakan salah satu material berpori yang tersusun oleh ion logam sebagai pusat koordinasi dan senyawa organik sebagai ligan. Ion logam akan dihubungkan oleh ligan organik melalui gugus koordinasi seperti imidazol, amina, piridin, karboksilat, sulfat dan fosfat untuk membentuk kerangka (*framework*) (Czaja dkk., 2009). *Metal Organic Framework* (MOF) dapat dibentuk melalui ligan multidentat dan koordinasi ion logam yang dikenal sebagai ligan jembatan (*bridging ligand*). Ligan anion

yang memiliki atom nitrogen, oksigen, dan sulfur dapat digunakan sebagai ligan jembatan (*bridging ligand*) dalam pembentukan *Metal Organic Framework* (MOF) melalui ikatan koordinasi.

Kompleks polimer yang membentuk kerangka (*framework*) memiliki potensi yang baik sebagai sistem penghantaran obat atau *Drug Delivery System* (DDS) karena struktur teratur, luas permukaan besar, porositasnya tinggi dan mudah di modifikasi (Bureekaew, dkk., 2008). *Drug Delivery System* (DDS) merupakan senyawa atau sistem yang mampu memediasi pemberian zat terapeutik ke tubuh untuk meningkatkan efek terapeutik dan meminimalkan efek samping obat (Chrenduty, 2021). Beberapa penelitian sedang mengembangkan bahan yang dapat digunakan sebagai penghantar obat, seperti liposom, polimer misel, dendrimer (Winarti, 2013). Kompleks polimer dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain logam, pelarut, jenis ligan, dan metode sintesisnya,.

Metode sintesis senyawa kompleks yang umum digunakan adalah metode hidrotermal/solvotermal, metode elektrokimia, metode mekanokimia, dan metode sonokimia (Horcajada, 2006). Lee, dkk (2022) telah melakukan sintesis kompleks Cu-BTC menggunakan metode solvotermal dengan suhu 75°C di dalam autoklaf selama 12 jam. Produk sintesis pada metode ini menghasilkan morfologi kristal berbentuk oktahedral dengan ukuran 0,5-5 µm. Menurut penelitian Peng (2019), pada sintesis kompleks Ce-BTC menggunakan metode solvotermal memiliki kekurangan yaitu membutuhkan waktu sintesis yang lama, yaitu pada suhu 130°C selama 24 jam dihasilkan morfologi kristal berbentuk jarum dengan ukuran 10-20 µm.

Berdasarkan kekurangan dari metode solvotermal, maka penelitian ini menggunakan metode sonokimia dalam proses sintesisnya. Metode sonokimia merupakan metode yang menggunakan gelombang ultrasonik dari 20 kHz hingga 2 MHz dalam mensintesis berbagai material anorganik. Kelebihan dari metode sonokimia yaitu meningkatkan kecepatan reaksi, lebih singkat, dan efisien dalam penggunaan energi (Zou, 2014). Beberapa parameter yang sering digunakan dalam metode sonokimia meliputi variasi pelarut, sumber logam, suhu, dan waktu sintesis. Parameter yang digunakan pada sintesis kompleks dilakukan untuk mendapatkan sifat material yang optimum.

Menurut penelitian Luo, dkk (2018) waktu yang dibutuhkan pada proses sintesis Cu-BTC menggunakan metode sonokimia memerlukan waktu sintesis yang lebih singkat dibandingkan dengan metode solvotermal. Pada variasi waktu 15 menit menggunakan metode sonokimia dihasilkan morfologi kristal berbentuk polihedron kecil dan pada variasi waktu sintesis 30 menit dihasilkan morfologi oktahedral dengan ukuran 3-7 µm. Sedangkan pada variasi waktu 24 jam menggunakan metode solvotermal dihasilkan morfologi kristal berbentuk oktahedral dengan ukuran 10-20 µm. Pada penelitian lainnya, Israr, dkk (2015) telah berhasil mensintesis kompleks polimer Cu-BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 60 menit dihasilkan morfologi kristal berbentuk oktahedral dengan

ukuran sebesar 3-10 μm . Berdasarkan data diatas dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu sintesis, maka ukuran kristal yang dihasilkan semakin besar.

Penelitian mengenai sintesis dengan menggunakan logam Ce (III) dan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia masih belum banyak dilakukan. Oleh karena itu, penelitian ini akan mensintesis logam Ce (III) dengan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) dengan menggunakan metode sonokimia pada variasi waktu 15 menit, 30 menit dan 45 menit. Cerium (III) merupakan salah satu logam tanah jarang yang berada pada golongan lantanida. Logam ini memiliki bilangan oksidasi +3 dan dapat digunakan sebagai prekursor. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui struktur dan morfologi dari hasil senyawa kompleks yang terbentuk dari ion logam Ce (III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana Bagaimana hasil pembentukan struktur kompleks Ce (III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia variasi waktu dengan karakterisasi P-XRD?
2. Bagaimana hasil morfologi partikel kompleks Ce (III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia variasi waktu dengan karakterisasi SEM-EDX?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui Mengetahui hasil pembentukan struktur kompleks Ce (III) dengan ligan 1,3,5- benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia variasi waktu dengan karakterisasi P-XRD.
2. Mengetahui hasil morfologi partikel kompleks Ce (III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia variasi waktu dengan karakterisasi SEM-EDX.

1.4 Batasan Masalah

1. Bahan Sintesis senyawa kompleks Ce-BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15 menit, 30 menit, dan 45 menit.
2. Karakterisasi struktur dan morfologi dari hasil sintesis senyawa kompleks menggunakan *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD) dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

1.5 Manfaat Penelitian

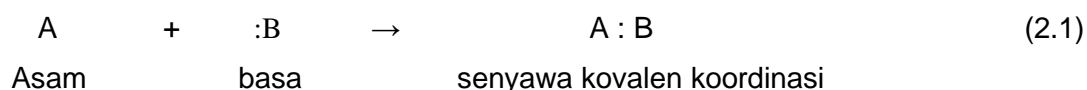
Adapun manfaat dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan dan pemahaman mengenai proses sintesis dan dan karakterisasi *cerium* (III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H₃BTC) menggunakan metode sonokimia. Diharapkan juga penelitian ini dapat memberikan informasi tambahan sebagai upaya mentadabburi ayat 191 pada Surah Al-Imran.

BAB II

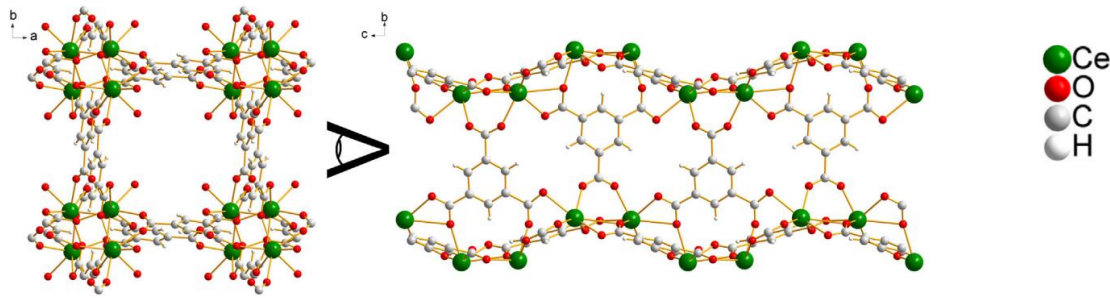
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Kompleks sebagai *Drug Delivery System* (DDS)

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat. Umumnya atom pusat pada senyawa kompleks merupakan ion-ion logam transisi karena ion logam ini memiliki orbital *d* atau *f* yang terisi sebagian atau belum terisi penuh dan terbentuk sebagai hasil gabungan antara ion atau atom logam pusat dengan molekul netral atau ion melalui ikatan kovalen koordinasi. Ion kompleks yang bermuatan negatif atau positif yang terdiri dari sebuah atom pusat dan jumlah ligan yang mengelilingi atom pusat. Faktor yang dapat mempengaruhi stabilitas ion kompleks adalah muatan dari ion logam, faktor distribusi muatan, faktor pembentukan khelat, jari-jari atom dan sifat basa (Sulistya Hermawati, 2016). Donasi pasangan elektron ligan ke dalam orbital kosong ion pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks juga disebut senyawa koordinasi (Male et al., 2013). Senyawa kompleks sangat berhubungan dengan asam dan basa lewis, dimana basa lewis adalah senyawa yang bertindak sebagai penyumbang pasangan elektron sedangkan asam lewis adalah senyawa yang dapat bertindak sebagai penerima pasangan bebas (Latupeirissa & Latupeirissa, 2012). Reaksi asam-basa Lewis ditunjukkan pada Persamaan 2.1.



Kompleks polimer merupakan senyawa kompleks yang membentuk rantai berulang membentuk polimer yang terdiri dari ion logam dan ligan multidentat yang terikat melalui ikatan koordinasi (Noro, dkk., 2013). Kompleks polimer disusun dari ion logam dengan ligan jembatan untuk membentuk kelompok polimer secara berulang yang disebut dengan *Metal Organic Framework* (MOF) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1. Kompleks polimer memiliki sifat yang unik, seperti volume pori yang besar, luas permukaan yang besar, kristalinitas yang tinggi dan densitas yang relatif rendah (Nordin, dkk., 2014). Material berpori dengan luas permukaan yang besar dapat digunakan sebagai sistem pembawa atau penghantaran obat. Kompleks polimer memiliki luas permukaan yang lebih besar daripada zeolite sehingga lebih sesuai jika diaplikasikan sebagai sistem penghantaran obat (Sculley, dkk, 2011). Pada penelitian Volkringer, dkk (2008) diperoleh luas permukaan kompleks polimer MIL-68 sebesar 1117 m² /g, sedangkan pada penelitian Yanti, dkk (2016) diperoleh luas permukaan zeolit ZSM-5 sebesar 43,759 m² /g.



Gambar 2.1 Struktur kompleks MOF Ce-BTC (Almasi, dkk., 2014)

Sistem penghantaran obat atau *Drug Delivery System* (DDS) adalah istilah yang menggambarkan bagaimana suatu obat sampai ke tempat target (Doddy, 2014). Ilmu mengenai penghantaran obat yang efisien, seperti transportasi dalam sistem sirkulasi, pergerakan obat melalui sel dan jaringan, dan pengembangan beberapa jenis baru penghantaran obat telah banyak berkembang. Dalam sistem penghantaran obat di dalam tubuh, salah satu faktor penting adalah bentuk sediaan. Obat harus dilepaskan secara berkala atau perlahan-lahan dalam jumlah konstan tiap waktu pelepasan. Tujuannya adalah untuk menstabilkan dosis yang masuk dalam tubuh secara tepat sehingga obat bekerja maksimal, serta mengurangi frekuensi pengonsumsi obat (Perrie, dkk, 2012).

Contoh senyawa kompleks yang telah berhasil disintesis adalah MIL-100(Fe) yang dibuat dengan bahan dasar asam trimesat dan logam besi. MIL-100(Fe) mampu melepaskan obat dengan sistem pelepasan terkontrol dan memiliki luas permukaan yang besar. Sistem pelepasan obat terkontrol memungkinkan obat melepas isinya pada kecepatan tertentu secara stabil. Fleksibilitas kompleks polimer yang dapat menyesuaikan ukuran pori dengan dimensi dari obat menyebabkan interaksi antara obat dengan material dapat bekerja secara maksimal (Angeine, 2020).

2.2 Sintesis Senyawa Kompleks dengan Logam *Cerium* (III)

Cerium merupakan salah satu unsur logam transisi golongan III B dalam deretan unsur lantanida. *Cerium* diambil dari nama asteroid Ceres dan ditemukan pada tahun 1803 oleh Martin Klaproth, Jacob Berzelius, dan Wilhelm Von Hisinger. Kelimpahan *cerium* di alam terdapat pada lapisan bumi dalam bentuk mineral seperti *monazite*, *banstnasite*, *cerite*, dan *allnite*. *Monazite* dan *banstnasite* merupakan sumber *cerium* yang paling penting. *Cerium* digolongkan dalam unsur logam tanah jarang dan termasuk melimpah diantara logam tanah jarang lainnya. Logam tanah jarang merupakan salah satu dari mineral strategis dan termasuk "*critical mineral*" terdiri dari kumpulan dari unsur-unsur *lanthanum* (La), *neodymium* (Nd), *cerium* (Ce), *scandium* (Sc), *praseodymium* (Pr), *promethium* (Pm), *samarium* (Sm), *europium* (Eu), *thulium* (Tm), *gadolinium* (Gd), *dysprosium* (Dy), *holmium* (Ho), *erbiium* (Er), *ytterbium* (Yb), *terbium* (Tb), *lutetium* (Lu) dan *ytrium* (Y) (Suhendar, 2019).



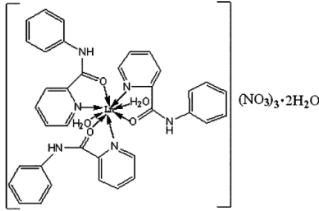
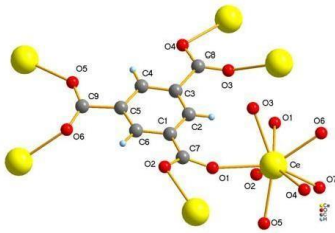
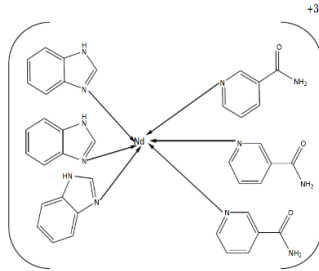
Gambar 2.2 Logam *Cerium* (Ce)
 Sumber gambar: *Institute Rare Earth Elements.com*

Gambar 2.2 menunjukkan bahwa logam *cerium* merupakan jenis logam lunak berwarna abu-abu. *Cerium* termasuk dalam logam yang menyerupai besi karena berkilau. Logam *cerium* memiliki bilangan oksidasi +3 dan +4 (Rena et al., 2018). *Cerium* (III) memiliki dua elektron yang tidak berpasangan sehingga dapat membentuk ikatan kovalen koordinasi yang stabil. *Cerium* (III) bersifat basa kuat, reduktor kuat, dan mudah teroksidasi dalam udara terbuka. Sifat-sifat logam *cerium* dapat ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Sifat-sifat logam *cerium* (Ce)

Sifat	Keterangan
Nama	<i>Cerium</i>
Lambang	Ce
Nomor atom	58
Warna	Abu-abu berkilau
Massa atom	140,12 g/mol
Konfigurasi elektron	[Xe] 4f ¹ 5d ¹ 6s ²
Titik didih	3716 K
Titik lebur	1068 K
Jari-jari atom	181,8 pm
Elektronegativitas	1,12

Asam basa Lewis diklasifikasikan menurut sifat keras dan lunaknya atom. Logam dan ligan dikelompokkan menurut sifat keras dan lunaknya berdasarkan pada polarisabilitas unsur yang disebut dengan teori *Hard and Soft Acid Base* (HSAB). Menurut aturan Pearson, asam lunak bereaksi lebih cepat dan membentuk ikatan yang lebih kuat dengan basa lunak, sedangkan asam keras bereaksi lebih cepat dan membentuk ikatan yang lebih kuat dengan basa keras. Berdasarkan data lantanida (Ln³⁺), logam *cerium* (III) digolongkan sebagai asam keras, sedangkan asam trimesat digolongkan dalam basa keras karena termasuk salah satu jenis asam karboksilat. Pada kompleks berbasis *cerium* (III) yang diperlihatkan pada Tabel 2.2, logam *cerium* (III) bertindak sebagai asam lewis sedangkan atom O dan N pada ligan bertindak sebagai basa lewis karena mendonorkan pasangan elektron bebas ke logam *cerium* (III). Kompleks yang terbentuk dari logam *cerium* (III) dengan beberapa ligan memiliki bilangan koordinasi 6 dan 8.

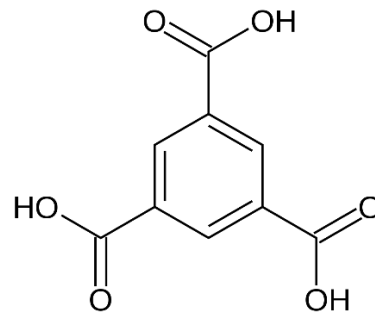
Senyawa Kompleks	Ligan	Atom Donor	Referensi
$[\text{Ln}(\text{HL})_3(\text{H}_2\text{O})_2](\text{NO}_3)_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Ln = La (III) dan Ce (III)	<i>N</i> -phenyl-2-pyridinecarboxamide		(He et al., 2021)
		atom O dan N Bilangan koordinasi : 8	
Ce-BTC	1,3,5-benzenatrikarboksilat (H ₃ BTC)		(Peng et al., 2019)
		atom O Bilangan koordinasi : 8	
$[\text{Ln}(\text{na})_2(\text{BIMD})_2]^{+2}$ Ln (III) = La (III), Ce (III), Gd (III), dan Nd (III)	Mixed ligands (nicotinamide and benzimidazole)		(Noor, dkk, 2005)
		atom N Bilangan koordinasi : 6	

2.3 Sintesis Senyawa Kompleks dengan Logam *Cerium* (III) dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H₃BTC)

Suatu kompleks akan terbentuk ikatan antara kation atau logam dengan beberapa molekul netral atau ion yang disebut dengan ligan (Sulistya Hermawati, 2016). Ligan merupakan basa Lewis yang dapat terkoordinasi pada ion logam membentuk senyawa kompleks. Berdasarkan banyaknya atom donor dimilikinya, ligan-ligan dapat dikelompokkan menjadi ligan monodentat, bidentat, tridentat, dan polidentat. Awalan mono, bi, tri, dan poli menyatakan banyaknya atom donor pada ligan. Ligan polidentat merupakan ligan yang memiliki lebih dari dua atom donor seperti ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H₃BTC).

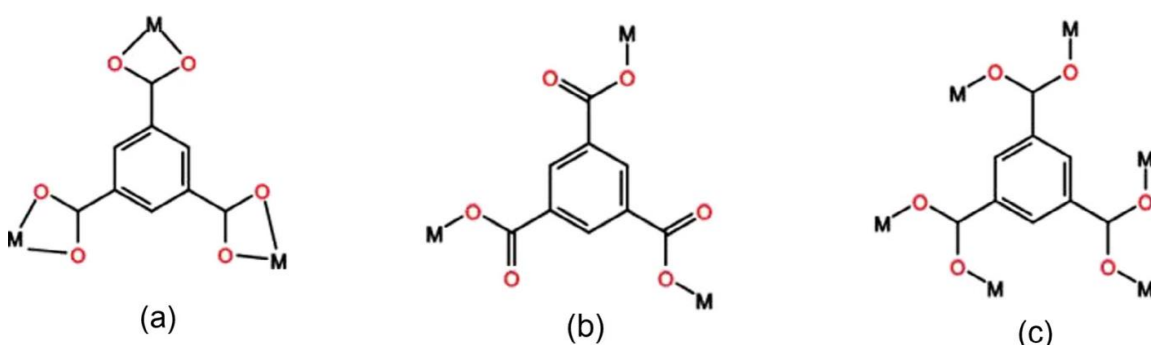
Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H₃BTC) atau asam trimesat (TMA) merupakan induk yang cukup baik pada penambatan kompleks karena asam karboksilat untuk membentuk ikatan hidrogen dengan yang lain dan juga grup lain seperti air. Jaringan yang terbentuk dari

asam trimesat disebut jaringan unary, sedangkan jaringan yang terbentuk dari asam trimesat dan molekul lain disebut jaringan binary (Watts, 1993). Asam trimesat memiliki tiga gugus trikarboksilat dengan struktur $C_9H_6O_6$ dan termasuk dalam golongan senyawa anionik yang dapat bergabung dengan senyawa kationik baik organik maupun anorganik. Asam trimesat dapat larut dalam eter, air, dan mudah larut dalam alkohol serta mudah menguap pada temperatur yang sangat tinggi tanpa melalui proses peleburan dan sublimasi (Herbstein, 2005). Struktur 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) (Herbstein, 2005)

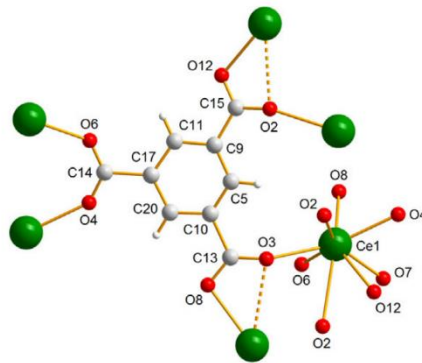
Berdasarkan Gambar 2.4, setiap satu ion BTC^{3-} memiliki atom oksigen yang dapat membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan logam. Ligan BTC pada pola a bertindak sebagai ligan bidentat karena dapat mengkhelat dua ion logam. Pola b merupakan pola pengikatan ligan BTC yang bertindak sebagai ligan unidentat karena dapat mengkhelat satu ion logam. Ligan BTC pada pola C bertindak sebagai ligan jembatan (*bridging ligand*) antara dua ion logam (Israr et al., 2016).



Gambar 2.4 Pola pengikatan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat dengan atom logam a) Ligan bidentat, b) Ligan unidentate, dan c) Ligan jembatan (*bridging ligand*) (Israr, dkk., 2016)

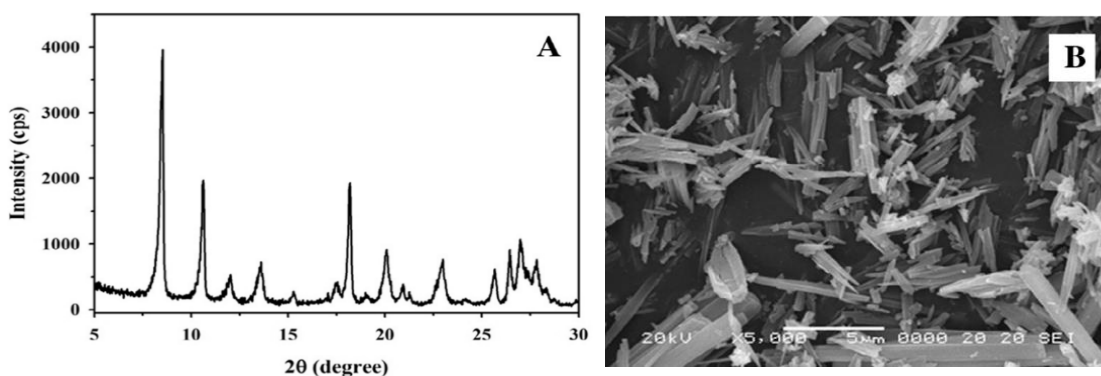
Pada Gambar 2.5 menunjukkan struktur kompleks dari logam Ce (III) dengan ligan 1,3,5-benzenetrikarboksilat. Kompleks Ce (III)-BTC memiliki bilangan koordinasi 8, dimana 1 atom Ce dapat mengikat 8 atom O. Atom O yang berikatan dengan Ce dapat diperoleh dari

ligan maupun air. Pada struktur tersebut terdiri dari satu ion Ce(III), ligan BTC^{3-} , dan satu ion air yang terkoordinasi. Berdasarkan penelitian (Almasi et al., 2015) atom oksigen dari ion BTC^{3-} berkoordinasi dengan enam ion Ce (III) membentuk kisi kristal primitif. Ce (III)-BTC mengkristal dalam bentuk tetragonal *non-centrosymmetric* dengan *space group* $P4_3$. Jarak ikatan Ce dan O memiliki panjang antara 2.384 dan 2.532Å.



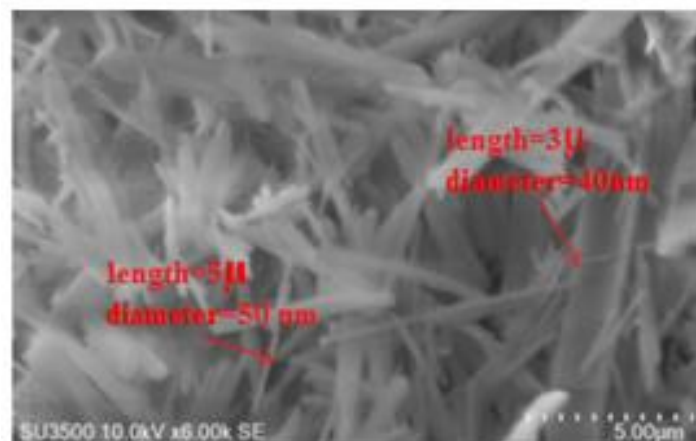
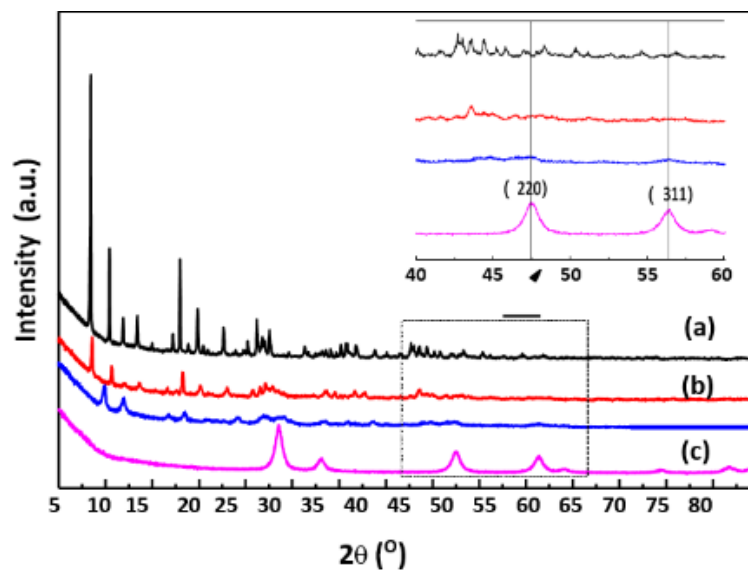
Gambar 2.5 Struktur kompleks Ce-BTC (Almasi, et al., 2015)

Berdasarkan penelitian Peng (2014), Gambar 2.6 poin a menunjukkan puncak difraksi Ce-BTC yang diamati pada sudut 8.4° , 10.6° , dan 18.1° dengan kristalinitas yang baik. Poin b menunjukkan hasil karakterisasi Ce-BTC dengan *scanning electron microscope* (SEM) menghasilkan morfologi dan bentuk struktur dari kompleks Ce-BTC yang berbentuk jarum dengan ukuran 10-20 μm .



Gambar 2.6 a) Pola *Powder*-XRD dari kompleks Ce-BTC, b) Hasil SEM dari kompleks Ce-BTC (Peng, et al., 2019)

Pada penelitian Zhang, et al (2018), Gambar 2.7 poin a menunjukkan hasil karakterisasi *Powder-XRD* kompleks Ce (III)-BTC yang menghasilkan kristanilitas kristal yang baik. Logam Ce (III) yang disintesis dengan ligan H₃BTC menggunakan metode solvotermal pada suhu 130°C selama 24 jam menghasilkan puncak difraksi pada sudut 8,4°, 10,6°, dan 18,1°. Penelitian lainnya yang dilakukan oleh Chevinly, et al (2017) menunjukkan hasil karakterisasi SEM yang terapat pada Gambar 2.7 poin b. Logam Ce (III) disintesis dengan ligan H₃BTC menggunakan metode solvotermal pada suhu 100°C selama 17 jam menghasilkan morfologi kristal dengan ukuran 2-5 µm, berbentuk seperti jarum, dan memiliki diameter antara 40-300 nm. Kondisi sintesis Ce (III)-BTC ditunjukkan pada Tabel 2.3.



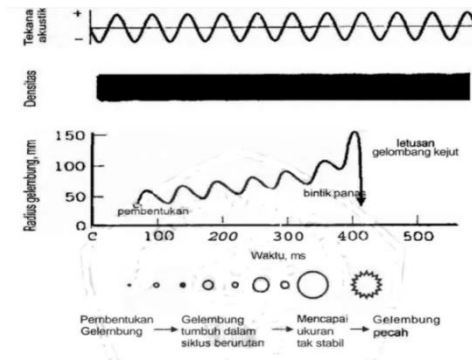
Gambar 2.7 a) Pola *Powder-XRD* Ce (III)-BTC (Zhang et al., 2018), b) Hasil SEM dari kompleks Ce (III)-BTC (Chevinly et al., 2017)

Tabel 2.3 Kondisi dan hasil sintesis Ce (III)-BTC

Kompleks [Sumber Pustaka]	Metode
Ce-BTC [Almasi, et al., 2015]	Metode : solvotermal, rasio mol : 1:2 Suhu dan waktu: 100°C dan 60 jam Bahan : Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O, 1,3,5- benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF
Ce-BTC [Peng, et al., 2019]	Metode : solvotermal, rasio mol : 3:5 Suhu dan waktu :130°C dan 24 jam Bahan : Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O, 1,3,5- benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF
Ce-BTC [Chevinly, et al., 2017]	Metode : solvotermal Suhu dan waktu: 100°C dan 17 jam Bahan : Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O, 1,3,5- benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF dan air
Ce-BTC (Laurikenas et al., 2018)	Metode : solvotermal Suhu dan waktu: 65°C dan 24 jam Bahan : Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O, 1,3,5- benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF dan air

2.4 Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC dengan Metode Sonokimia

Metode sonokimia merupakan suatu metode sintesis material berstruktur nano melalui proses kavitas gelombang ultrasonik dalam media cairan. Metode sonokimia menggunakan gelombang suara sebagai sumber energi (Ningsih, 2016). Daerah yang digunakan untuk proses sonokimia adalah pada rentangan 20 kHz sampai 1 MHz. Gelombang ultrasonik merambat ke dalam suatu zat cair dapat menimbulkan efek kavitas. Tekanan di sekitar permukaan luaran penggerak ultrasonik menurun sampai nilai yang cukup rendah di bawah tekanan uap jenuh zat cair yang menghasilkan gelembung-gelembung kecil (Pirngadi, 2017). Pemberian gelombang ultrasonik pada suatu larutan yang akan menyebabkan molekul-molekul dalam larutan berorientasi terhadap posisi rata-ratanya. Larutan mengalami regangan dan rapatan. Ketika energi gelombang ultrasonik yang diberikan cukup besar, maka regangan gelombang dapat memecah ikatan molekul antar larutan, dan gas-gas terlarut didalam larutan akan terperangkap akibat molekul larutan yang ikatannya terpecah ketika timbul rapatan kembali. Timbul gelembung-gelembung berisi gas yang terperangkap atau biasa disebut dengan efek kavitas. Mekanisme dari proses kavitas ditunjukkan pada Gambar 2.7.

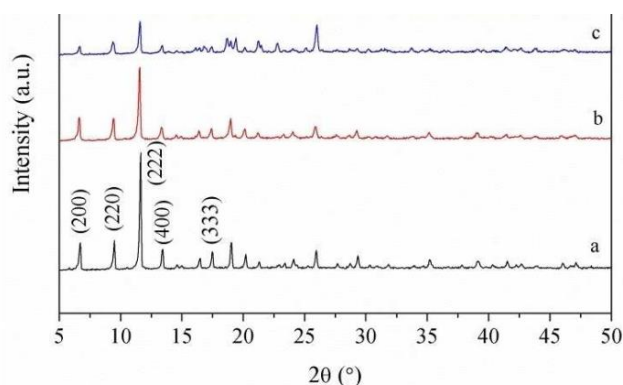


Gambar 2.8 Mekanisme proses kavitasi (Vyas et al., 2019)

Prinsip dari metode sonokimia yaitu memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi sangat tinggi yang diiradiasikan ke dalam larutan. Ketika suatu larutan diiradiasi dengan gelombang ultrasonik, maka dalam larutan tersebut terjadi tumbukan antarpartikel penyusun larutan yang bertekanan tinggi dan menyebabkan pecahnya gelembung. Ketika antarpartikel bertumbukan, maka suhu dapat mencapai 5000 K, tekanan tinggi hingga 20 MPa, dan memiliki laju pendinginan yang sangat tinggi 10^{11} K/s (Suslick, 1999).

Sonokimia dikembangkan menjadi sintesis kimia dan dapat diaplikasikan dalam bidang perindustrian obat-obatan dan pembersihan alat-alat medis (Rahma, 2010). Metode ini dapat diklasifikasikan sebagai sintesis ekologis atau ramah lingkungan karena menghasilkan produk samping yang minimal dengan kemurnian tinggi. Metode sonokimia digunakan sebagai alternatif penggetaran serta pelarutan suatu materi dengan prinsip pemecahan reaksi intermolekuler dan pemanasan secara konvensional dengan energi yang rendah dan hasil yang efisien (Fauzi, 2017). Menurut Suslick (1999), metode sonokimia memiliki beberapa kelebihan antara lain sebagai berikut:

1. Membutuhkan energi yang lebih kecil dengan temperature reaksi rendah
2. Waktu reaksi lebih cepat dan hasilnya lebih banyak
3. Memungkinkan adanya reaksi intermediet, untuk tahap reaksi berikutnya, misalnya tahap kalsinasi.

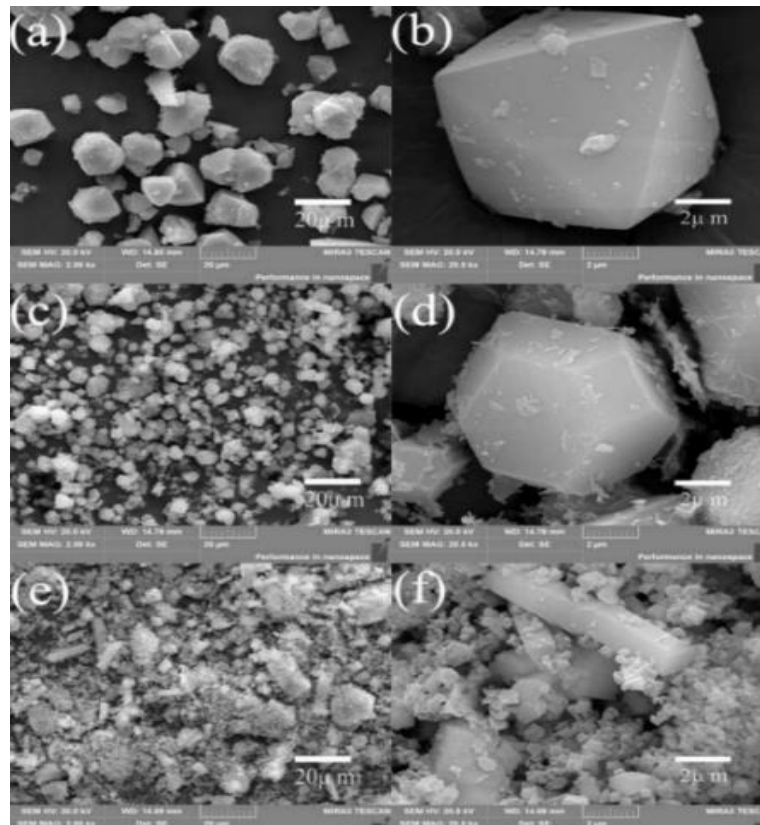


Gambar 2.9 Pola *Powder*-XRD dari kompleks Cu-BTC a) Cu-BTC variasi waktu 24 jam metode solvotermal, b) Cu-BTC variasi waktu 30 menit metode sonokimia, dan c) Cu-BTC variasi waktu 30 menit metode sonokimia (Luo et al., 2018)

Pada penelitian Luo, dkk (2018), sintesis dilakukan menggunakan dua metode yaitu metode sonokimia dengan variasi waktu 15 menit dan 30 menit serta metode solvotermal dengan variasi waktu 24 jam. Gambar 2.8 menunjukkan puncak difraksi Cu-BTC yang diamati pada sudut 6.7° , 9.5° , 11.6° , 13.4° dan 17.5° . Pola puncak difraksi yang terbentuk pada sintesis Cu-BTC sesuai dengan puncak difraksi dari struktur kristal oktahedral. Puncak difraksi yang dihasilkan Cu-BTC yaitu (200), (220), (222), (300), dan (333). Hasil rendemen yang dihasilkan pada waktu 15 menit, 30 menit, dan 24 jam secara berturut-turut yaitu 57.9, 77.6%, dan 53.6%. Berdasarkan data tersebut tersebut dapat disimpulkan bahwa pada variasi waktu 30 menit menggunakan metode sonokimia dihasilkan kristanilitas yang paling baik karena dengan gelombang ultrasonik didapatkan produk yang lebih banyak dengan waktu reaksi yang lebih singkat.

Pada penelitian lainnya, Israr, dkk (2016) mensintesis logam Cu (II) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia dengan variasi pelarut pyridine, NH_4OH , NaOH, *N,N*-dimetil formamida (DMF), dan etanol. Hasil rendemen yang dihasilkan dari pelarut pyridine, NH_4OH , NaOH, *N,N*-dimetil formamida (DMF) yang ditambahkan etanol, dan *N,N*-dimetil formamida (DMF) secara berturut-turut yaitu 24%, 81%, 33%, 86% dan 73%. Berdasarkan data tersebut, dapat disimpulkan bahwa pelarut *N,N*-dimetil formamida (DMF) yang ditambah dengan etanol menghasilkan kristanilitas yang baik dibandingkan dengan pelarut lainnya.

Penelitian dari Luo, dkk (2018) telah mensintesis logam Cu (II) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia menghasilkan morfologi dan bentuk kristal yang berbeda-beda. Pada poin a dan b, Cu-BTC disintesis menggunakan metode solvotermal membentuk struktur oktahedral dengan ukuran diameter 10-20 μm . Sedangkan pada poin c dan d, Cu-BTC disintesis menggunakan metode sonokimia membentuk struktur oktahedral terpotong dengan ukuran diameter 3-7 μm . Poin e dan f keduanya membentuk struktur polihedron. Berdasarkan hasil ditunjukkan pada Gambar 2.9, morfologi Cu-BTC a,b dan Cu-BTC c,d,e,f yang disintesis dengan metode sintesis berbeda menunjukkan perbedaan yang signifikan pada morfologi dan ukuran partikel. Perubahan yang terjadi pada morfologi kristal yaitu bentuk oktahedron yang menjadi segi delapan terpotong. Selain itu, berkurangnya ukuran kristal disebabkan oleh adanya efek ultrasonik, reaksi yang cepat dan waktu pengadukan yang cepat, dapat menghindari pertumbuhan kristal yang berlebihan.



Gambar 2.10 Morfologi hasil sintesis Cu-BTC dengan variasi waktu a) dan b) Cu-BTC variasi waktu 24 jam metode solvothermal, c) dan d) Cu-BTC variasi waktu 30 menit, e) dan f) Cu-BTC waktu 15 menit metode sonokimia (Luo, et al., 2018)

BAB III METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni 2023 – Agustus 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik, Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Adapun karakterisasi XRD dilakukan di Greenlabs Bandung dan karakterisasi SEM-EDX dilakukan di Laboratorium SEM, Departemen Teknik Mesin, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

3.2 Alat

Alat - alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain spatula, gelas arloji, pipet ukur, pipet tetes, beaker glass, erlenmeyer, corong gelas, neraca analitik, aluminum foil, spatula, seperangkat alat sonikator probe Q125, kertas saring, oven, *magnetic stirrer*, botol semprot, kertas saring *whatman 42 Powder X-Ray Diffraction (P-XRD) Perqin-Elmer 2400 II*, dan *Scanning Electronic Microscopy- Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) Hitachi Flexsem 100*.

3.3 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) Sigma Aldrich kode 100380670, akuades, *cerium (III) nitrat hexahidrat* ($Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), N'N-dimetil formamida (DMF) Merck 103053, dan etanol.

3.4 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah sintesis senyawa kompleks *cerium (III)* dan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia dengan prekursor *cerium (III) nitrat hexahidrat* ($CeH_{12}N_3O_{15}$), N'N-dimetil formamida (DMF), akuades dan etanol sebagai pencuci dengan menggunakan variasi waktu sonikasi 15 menit, 30 menit, dan 45 menit. Produk sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan *Powder X-Ray Diffraction (P-XRD)* untuk mengetahui struktur fasa kristal kompleks Ce (III)-BTC dan *Scanning Electronic Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)* untuk mengetahui morfologi ukuran dan bentuk partikel kompleks Ce (III)-BTC.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa kompleks *cerium (III)* dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia dengan pelarut N'N-dimetil formamida (DMF) dan akuades menggunakan variasi waktu sonikasi 15 menit, 30 menit dan 45 menit.

2. Uji karakterisasi untuk mengetahui struktur fasa kristal kompleks Ce(III)-BTC menggunakan *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD).
3. Uji karakterisasi untuk mengetahui morfologi kristal kompleks Ce(III)-BTC menggunakan *Scanning Electronic Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

3.6 Prosedur Kerja

3.6.1 Sintesis Kompleks Ce (III)-BTC variasi waktu 15 menit, 30 menit, dan 45 menit

Proses sintesis diawali dengan melarutkan *cerium* (III) *nitrat hexahidrat* (0,2171 g, 0,5 mmol) dan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H₃BTC) (0,2101 g, 1 mmol) dengan pelarut *N,N* dimetil formamida (DMF) 15 mL dan akuades 5 mL menggunakan beaker glass 100 mL. Campuran diaduk hingga tercampur dan ditutup aluminium foil. Selanjutnya, beaker glass dipasang pada generator ultrasonik dan dilakukan iradiasi ultrasonik dengan variasi waktu 15 menit, 30 menit, dan 45 menit. Kemudian endapan dan filtrat disaring lalu dipisahkan. Endapan dicuci dengan *N,N* dimetil formamida (DMF) dan etanol. Setelah itu, endapan di oven pada suhu 79°C selama 1 jam. Produk didinginkan pada suhu kamar selama 15 menit dan ditimbang produk hasil sintesis.

3.7 Karakterisasi dan Analisis Data Kompleks Ce (III)-BTC

3.7.1 Karakterisasi Struktur Material Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD)

Powder X-Ray Diffraction (P-XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fasa, struktur, derajat kristalisasi sampel dari kompleks hasil sintesis. Pengukuran dilakukan pada suhu ruang menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan radiasi monokromator Cu K α ($\lambda = 1,5496 \text{ \AA}$), diukur pada rentang $2\theta = 5\text{-}60^\circ$ dengan langkah $2\theta = 0,0092^\circ$ dan 1 detik/langkah. Data yang diperoleh dari karakterisasi XRD berupa difraktogram yang akan dianalisis dan dibandingkan dengan data pola difraksi ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) untuk reaktan pada senyawa kompleks dan kompleks Ce (III)-BTC pada penelitian terdahulu (Peng, et al., 2019 dan Zhang, dkk., 2018). Hasil tersebut akan menunjukkan kristalinitas dan kemurnian senyawa yang disintesis. Ukuran kristal dari sampel Ce-BTC akan dihitung dari difraktogram dengan menggunakan persamaan *Scherrer* yang ditunjukkan pada persamaan 3.2.

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots(3.2)$$

Keterangan pada persamaan 3.1 yaitu *D* merupakan ukuran kristal, *k* adalah nilai konstanta bentuk partikel (0,9), λ adalah panjang gelombang radiasi sinar-x, *B* adalah lebar setengah puncak (FWHM, radian), dan θ adalah sudut *Bragg*.

3.7.2 Karakterisasi Morfologi Kristal Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan *Scanning Electronic Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*

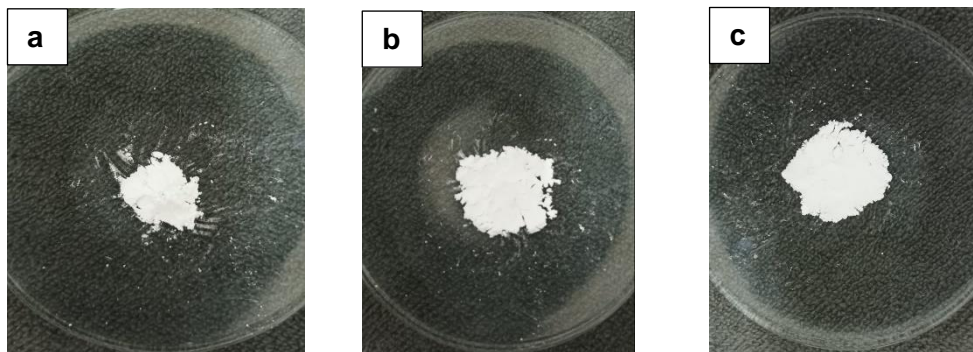
Karakterisasi menggunakan *Scanning Electronic Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)* bertujuan untuk mengetahui morfologi kristal senyawa, ukuran partikel, dan komposisi unsur. Sebelum dilakukan karakterisasi SEM yang pertama dilakukan adalah mengambil salah satu bagian dari patahan sampel, lalu diletakkan pada plat SEM. Selanjutnya sampel tersebut di *coating* selama sepuluh menit menggunakan mesin *coating*. Setelah selesai proses *coating* sampel tersebut dimasukkan ke dalam mesin SEM untuk dikarakterisasi. Dilakukan pengujian dengan perbesaran 500x, 1000x, 5000x, 10000x, dan 15000x. Kemudian hasil karakterisasi dianalisis berdasarkan morfologi, komposisi, dan distribusi ukuran partikel kompleks Ce (III)-BTC menggunakan SEM-EDX. Analisis lebih lanjut dilakukan dengan software *image-J* untuk mendapatkan distribusi ukuran partikel Ce(III)-BTC dan EDX berupa persentase komposisi unsur dari Ce(III)-BTC. Hasil tersebut dibandingkan dengan penelitian terdahulu (Chevinly, et al., 2016 dan Peng, et al., 2019)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis Sonokimia Kompleks Cerium (III)-BTC

Pada penelitian ini, sintesis senyawa kompleks Ce(III)-BTC dilakukan dengan mereaksikan logam *cerium (III) nitrat hexahidrat* dan ligan 1,3,5-benzenetrikarboksilat (H₃BTC) dalam pelarut N'N dimetilformamida (DMF) dan akuades. Sintesis dilakukan menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15 menit, 30 menit, dan 45 menit. Proses sintesis sonokimia kompleks Ce(III)-BTC menggunakan variasi waktu sonikasi dengan pelarut N'N dimetilformamida (DMF) dan akuades mampu melarutkan secara sempurna logam Ce(NO₃)₃·6H₂O dan ligan H₃BTC. Setelah proses sonikasi, dihasilkan produk berupa endapan yang kemudian dilakukan proses filtrasi dan pencucian menggunakan etanol dan DMF. Proses pengeringan produk dilakukan dengan cara dioven menggunakan suhu 79°C selama 1 jam. Hasil sintesis yang dilakukan menghasilkan produk seperti pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC variasi waktu sonikasi (a) 15 menit, (b) 30 menit, dan (c) 45 menit

Berdasarkan Tabel 4.1, adanya variasi waktu sonikasi yang digunakan menghasilkan produk sintesis dengan bentuk dan warna yang sama yaitu berwujud serbuk berwarna putih. Pada tabel tersebut juga menunjukkan massa dari setiap variasi memiliki rata-rata yang berbeda dan cenderung bertambah seiring bertambahnya waktu sonikasi. Peningkatan waktu sonikasi tersebut berefek pada peningkatan pembentukan gelembung yang menyebabkan kavitasi akustik, sehingga dapat menghasilkan produk yang lebih banyak. Hasil sintesis yang dilakukan dari masing-masing variasi dilakukan sebanyak 10 kali sintesis dengan mendapatkan hasil massa rata-rata produk sebanyak 0,05 gram pada variasi waktu 15 menit, 0,082 gram pada variasi waktu 30 menit, dan 0,122 gram variasi waktu 45 menit. Berdasarkan massa produk sintesis tersebut, dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu sonikasi maka produk sintesis yang dihasilkan akan semakin banyak.

Tabel 4.1 Massa produk hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC

Sampel	Massa Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O	Massa H ₃ BTC	Wujud Produk	Massa Produk	Rendemen
Waktu 15(1)				0,04 g	9,36%
Waktu 15(2)				0,04 g	9,36%
Waktu 15(3)	0,2171 g	0,2101 g	Serbuk berwarna putih	0,05 g	11,70%
Waktu 15(4)				0,06 g	14,04%
Waktu 15(5)				0,06 g	14,04%
rata-rata massa produk				0,05 g	11,70%
Waktu 30(1)				0,07 g	16,38%
Waktu 30(2)				0,08 g	18,72%
Waktu 30(3)	0,2171 g	0,2101 g	Serbuk berwarna putih	0,08 g	18,72%
Waktu 30(4)				0,08 g	18,72%
Waktu 30(5)				0,10 g	23,41%
rata-rata massa produk				0,082 g	19,19%
Waktu 45(1)				0,09 g	21,06%
Waktu 45(2)				0,10 g	23,40%
Waktu 45(3)	0,2171 g	0,2101 g	Serbuk berwarna putih	0,11 g	25,74%
Waktu 45(4)				0,12 g	28,09%
Waktu 45(5)				0,19 g	44,47%
rata-rata massa produk				0,122 g	28,55%

4.2 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis

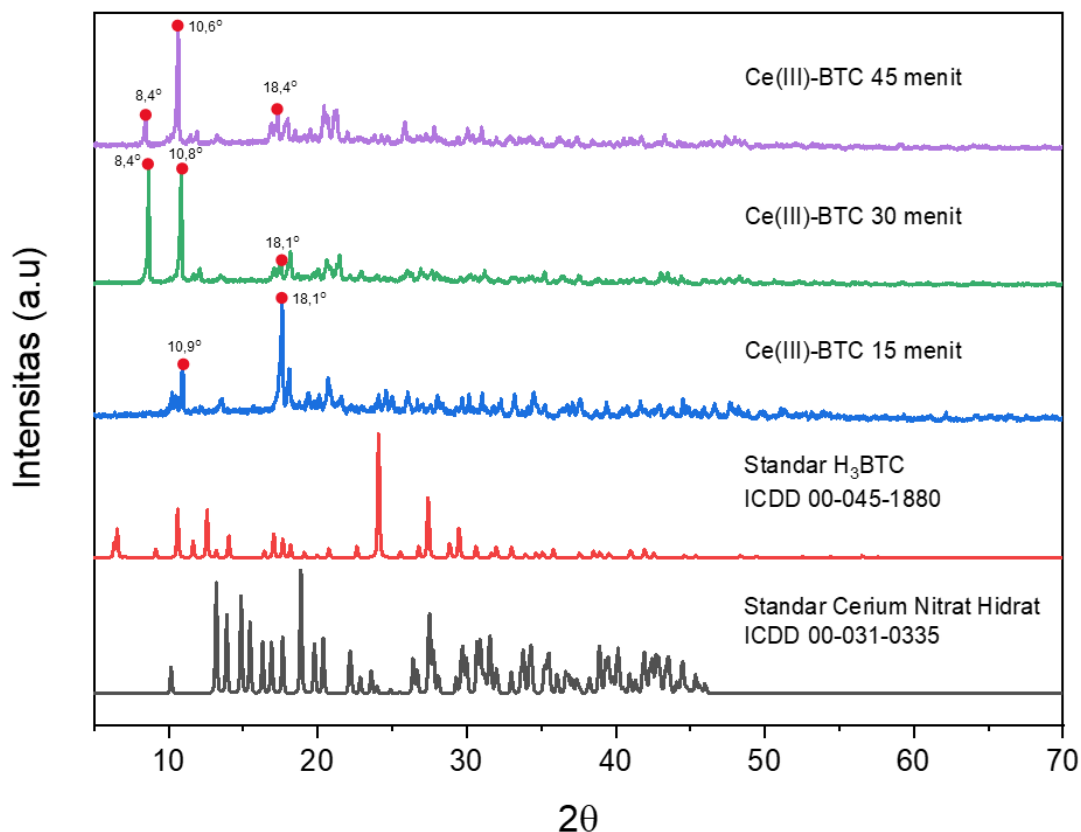
Padatan hasil sintesis akan dikarakterisasi secara *X-Ray Diffraction Powder* (P-XRD) dan *Scanning Electron Microscope -Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

4.2.1 Hasil karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan XRD

Karakterisasi dengan *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD) digunakan untuk mengidentifikasi struktur, ukuran kristal, dan derajat kristalisasi sampel dari kompleks hasil sintesis. Pola difraksi sinar-x senyawa hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.2 dan dibandingkan dengan pola difraksi dari *Cerium Nitrate Hydrate* (ICDD 00-031-0335) dan 1,3,5-Benzenetrikarboksilat (ICDD 00-045-1880).

Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi sinar-X yang berbeda antara produk hasil sintesis semua variasi dengan standar *cerium nitrate hydrate* dan standar H₃BTC. Hal ini menandakan telah terbentuknya senyawa baru pada produk sintesis. Hasil sintesis pada waktu 15 menit menghasilkan pola difraksi yang berbeda dengan produk sintesis variasi 30 dan 45 menit. Menurut Luo (2018), hal tersebut dikarenakan pada variasi waktu 15 menit, kavitas akustik atau pemecahan gelembung terjadi belum secara optimal sehingga menyebabkan perubahan pada pola difraksi. Pola difraksi pada variasi 30 dan 45 menit memiliki kemiripan dengan hasil penelitian dari Peng, et al (2019) yang ditunjukkan pada Lampiran 7.1. Pada penelitian tersebut didapatkan puncak khas pada sudut 8,4°, 10,6°, dan 18,1° yang ditunjukkan pada Gambar 2.6. Dibandingkan dengan pola difraksi sinar-X pada penelitian ini didapatkan puncak khas di daerah 10,9° dan 18,1° dengan variasi waktu 15 menit, puncak khas pada 8,4°, 10,8°, dan 18,1° dengan variasi waktu 30 menit, dan puncak khas pada 8,4°, 10,6°, 18,4° dengan variasi waktu 45 menit. Masing-masing difraksi berada

pada bidang hkl (011), (001), dan (120) untuk 8.4° , 10.6° , dan 18.1° . Hasil *stacking* dari hasil sintesis Ce(III)-BTC variasi waktu 15, 30, dan 45 menit dengan hasil difraktogram Ce(III)-BTC dari jurnal penelitian Peng, et al (2019) dan Almasi, et al (2015) ditunjukkan pada Lampiran 7.2 dan 7.3.

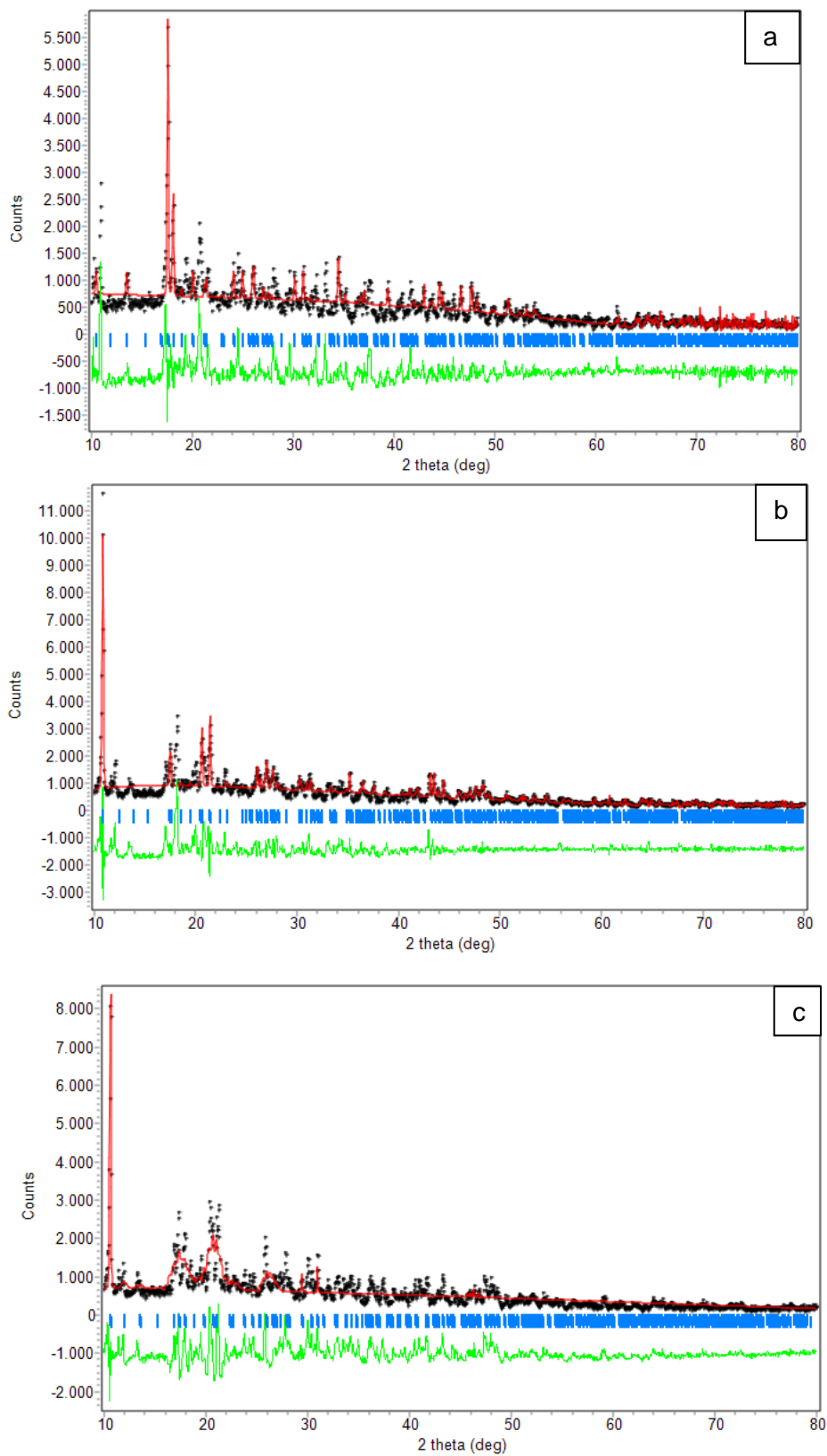


Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-x hasil sintesis senyawa kompleks Ce(III)-BTC dengan waktu sonikasi 15, 30, dan 45 menit dibandingkan dengan standar reaktan

Perbedaan posisi puncak setiap variasi waktu sonikasi menunjukkan adanya perubahan dalam derajat kristanilitas dan struktur kristal senyawa yang terbentuk. Derajat kristanilitas produk sintesis variasi 15, 30, dan 45 menit secara berturut-turut yaitu 94,48%, 93,82%, dan 98,54%. Berdasarkan persamaan *Debye-Scherrer* didapatkan ukuran kristal sebesar 63,48 nm pada waktu 15 menit, 65,39 nm pada waktu 30 menit, dan 61,34 nm pada waktu 45 menit. Ukuran kristal kompleks Ce(III)-BTC meningkat pada waktu 45 menit, kemudian terjadi penurunan pada waktu 30 menit. Hasil perhitungan derajat kristanilitas dan ukuran kristal dapat dilihat pada Lampiran 4 dan 5.

Untuk memperoleh data kristalografi, data XRD kemudian dianalisis menggunakan program *Rietica* dengan metode *Le Bail*. Proses analisa dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi menggunakan standar kompleks Ce(III)-BTC dari penelitian Almasi, et al., (2015) karena pola XRD diatas dibandingkan dengan penelitian Peng, et al (2019) dan Almasi, et al., (2015), namun pada penelitian peng, et al., (2019) tidak dicantumkan data kristalografi.

Pada Almasi, et al., (2015) memiliki sistem kristal $P4_3$, Parameter kisi kristal $a = 10,4629 \text{ \AA}$, $c = 12,1475 \text{ \AA}$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$, $Z = 4$. Hasil plot refinement ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Plot hasil *refinement* Ce(III)-BTC pada (a) kompleks waktu 15 menit, (b) kompleks waktu 30 menit, (c) kompleks waktu 45 menit

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa pada hasil *refinement* tersebut terdapat garis merah, hitam, biru, dan hijau. Garis merah merupakan puncak hasil dari perhitungan *rietica*, sedangkan garis hitam merupakan koordinat yang dapat membentuk puncak dalam difraktogram. Garis merah dan hitam saling tumpang tindih yang menunjukkan kesesuaian difraktogram hasil karakterisasi dengan perhitungan perangkat lunak. Kesesuaian yang dibentuk oleh garis merah dan hitam akan menghasilkan garis hijau. Garis hijau yang tidak teratur menandakan bahwa disekitar 2θ terdapat kesesuaian yang rendah antara perhitungan perangkat lunak dengan hasil karakterisasi, dan garis biru menunjukkan adanya puncak yang seharusnya ada disekitar 2θ 8.4° , 10.6° , dan 18.1° (Ladd dan Palmer, 2003).

Tabel 4.2 Hasil analisis menggunakan program rietica dengan metode *Le Bail*

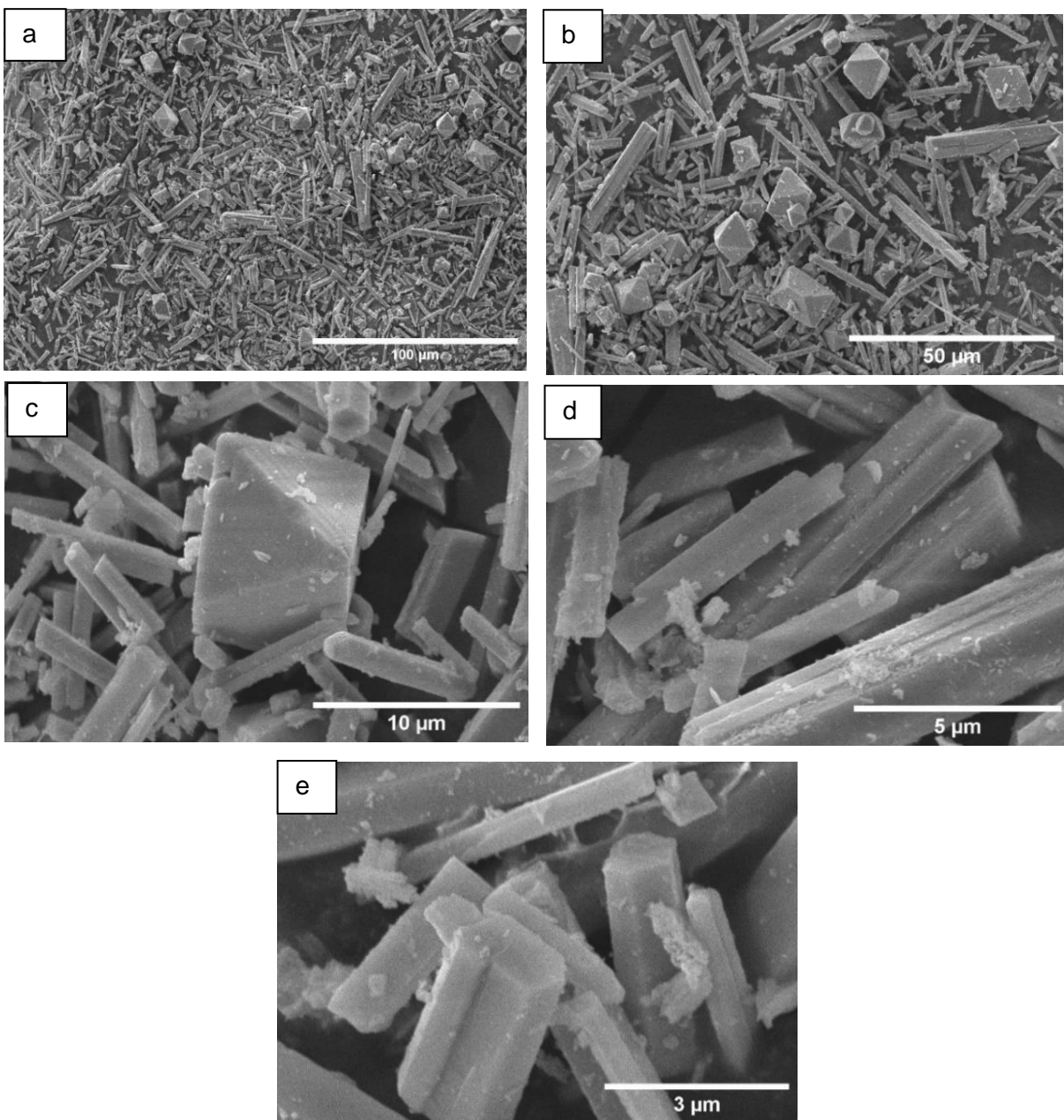
Parameter	Standar kompleks $\text{Ce}_1\text{C}_9\text{H}_5\text{O}_7$ (Almasi, et al., 2015)	Waktu 15 menit	Waktu 30 menit	Waktu 45 menit
Sistem Kristal	$P4_3$	$P4_3$	$P4_3$	$P4_3$
Kisi Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Satuan Azimetrik (Z)	4	4	4	4
a (Å)	10.4629	10.5942	10.4067	10.7525
c (Å)	14.1275	13.9378	14.5081	14.3014
Volume sel (Å) ³	1546.57	1653.46	1571.25	1564.33
Rp (%)	-	26.39	20.84	24.18
Rwp (%)	-	49.77	25.83	22.04
GOF	1.030	23.39	18.88	21.18

Parameter sel satuan yang dihasilkan dari proses *refinement* dirangkum pada Tabel 4.2. Kecocokan sampel dilihat dari nilai residu profil (Rp) dan nilai residu profil tertimbang (Rwp), dimana nilai Rp dan Rwp yang dapat diterima untuk proses *refinement* secara berturut-turut yaitu $<15\%$ dan $<20\%$ (Andrieux, et al., 2018). Nilai Rp dan Rwp yang dihasilkan pada waktu 15, 30, dan 45 menit secara berturut-turut yaitu 26,39% dan 49,77%, 20,84% dan 25,83%, 24,18% dan 22,04%. Menurut Raharjo (2011), jika nilai Rp dan Rwp yang dihasilkan semakin rendah atau mendekati nol menunjukkan difraktogram sampel memiliki kecocokan cukup tinggi dengan standar. Berdasarkan hasil analisa, kompleks Ce(III)-BTC memiliki struktur kristal berupa tetragonal dengan kisi kristal $P4_3$, namun data ini belum sesuai dengan data kompleks standar dari Almasi, dkk (2015) dikarenakan nilai Rp Rwp yang terlalu tinggi. Nilai Rp dan Rwp yang tinggi disebabkan oleh pola difraksi yang diukur memiliki kecocokan yang rendah dengan pola difraksi dari standar yang digunakan. Ketidakcocokan pola difraksi pada penelitian ini dengan almasi, et al., (2015) terletak pada puncak khas 8.4° , 10.6° , dan 18.1° . Pada waktu 15 menit hanya terdapat kecocokan pada puncak 18.1° , sedangkan pada waktu 30 dan 45 menit terdapat kecocokan secara berturut-turut pada puncak 8.4° , 18.1° dan 10.6° , 18.1° . Berdasarkan hasil kecocokan puncak khas

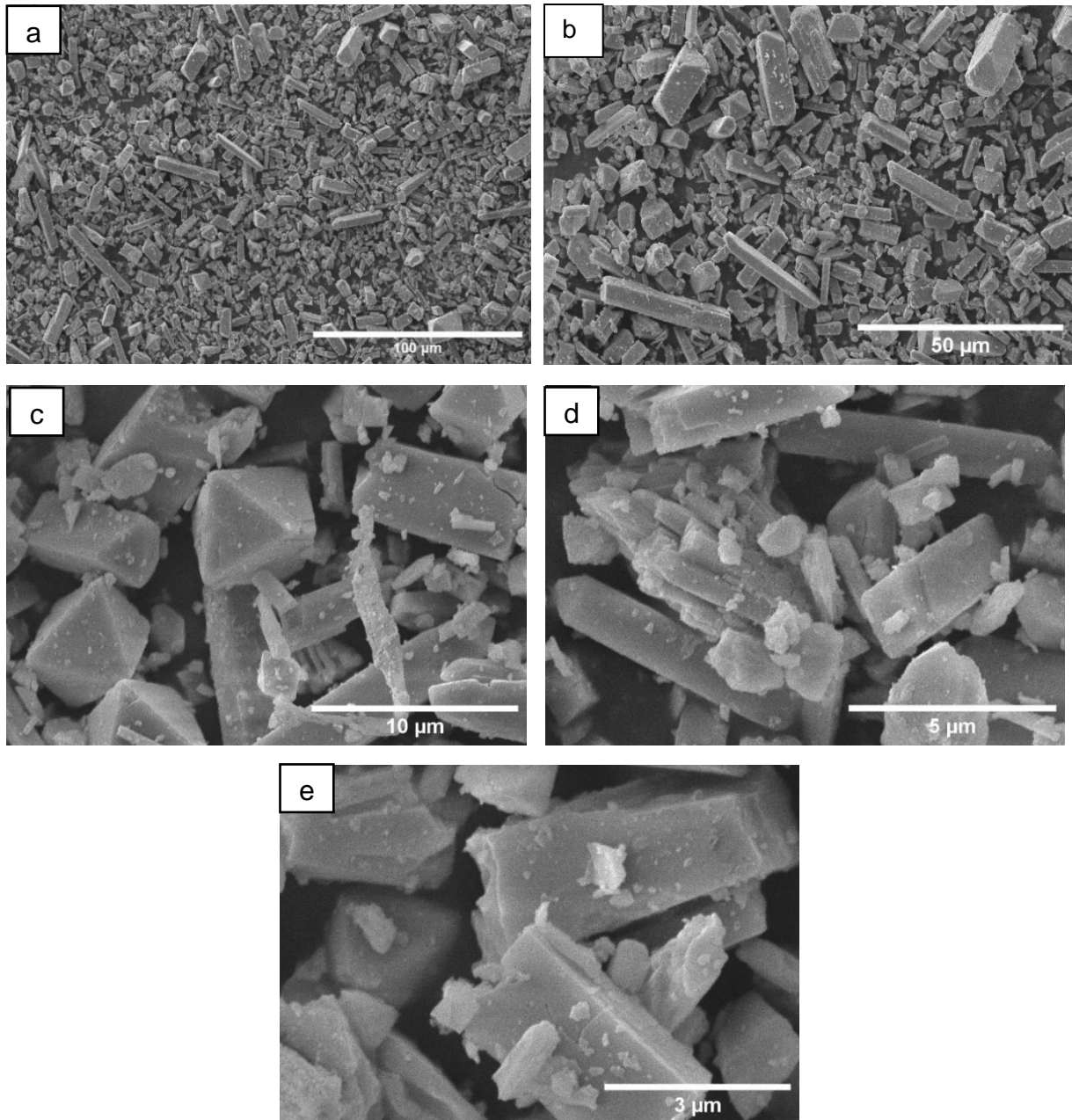
tersebut waktu 30 menit memiliki puncak intensitas yang mendekati puncak intensitas standar Almasi, et al (2015) sehingga nilai Rp dan Rwp yang dihasilkan lebih rendah dibandingkan waktu 15 dan 45 menit.

4.2.2 Hasil karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan SEM-EDX

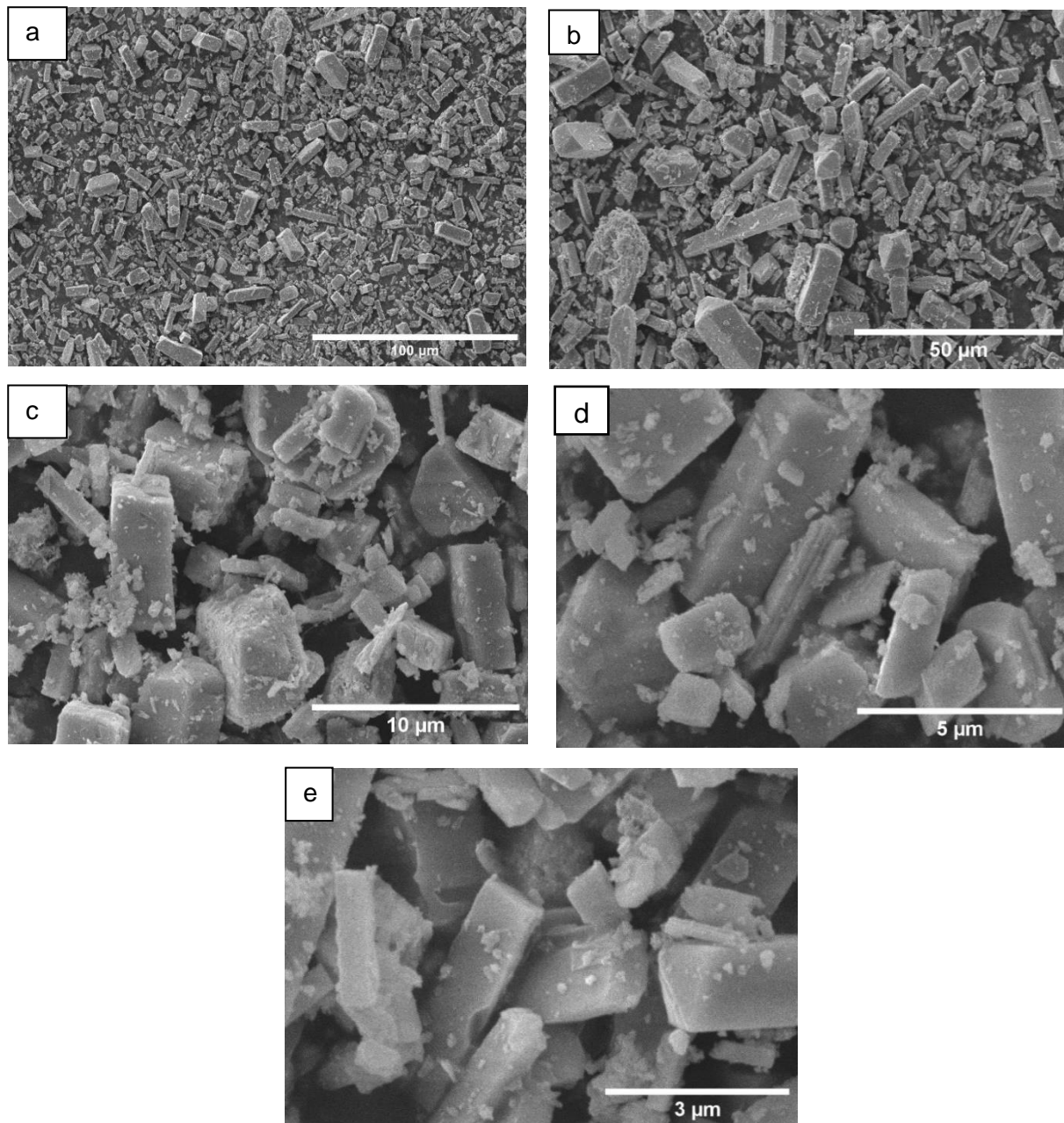
Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscopy*) digunakan untuk mengetahui morfologi partikel dan ukuran partikel dari produk hasil sintesis dengan adanya variasi waktu sonikasi. Pengujian SEM ini dilakukan pada kompleks Ce(III)-BTC dengan waktu 15, 30, dan 45 menit menggunakan perbesaran 500x; 1.000x; 5.000x; 10.000x; dan 15.000x. Semakin besar perbesaran yang digunakan maka luas permukaan yang dipindai akan semakin kecil.



Gambar 4.4 Mikrograf SEM variasi waktu sonikasi 15 menit dengan perbesaran (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x, (d) 10.000x, dan (e) 15.000x



Gambar 4.5 Mikrograf SEM variasi waktu sonikasi 30 menit dengan perbesaran (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x, (d) 10.000x, dan (e) 15.000x



Gambar 4.6 Mikrograf SEM variasi waktu sonikasi 45 menit dengan perbesaran (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x, (d) 10.000x, dan (e) 15.000x

Morfologi permukaan kompleks Ce(III)-BTC ditunjukkan pada Gambar 4.3, 4.4, dan 4.5. Pada gambar mikrograf SEM tersebut terlihat kompleks Ce(III)-BTC memiliki morfologi permukaan berbentuk *microrod* dimulai dari perbesaran 500x dan lebih jelas lagi pada perbesaran 15.000x. Hal ini sesuai dengan penelitian (Zhu et al., 2020) yang mensintesis kompleks Ce(III)-BTC menghasilkan morfologi *microrod*. Tetapi pada penelitian ini selain bentuk *microrod*, terdapat beberapa bentuk partikel polihedral yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 b,c dan 4.5 c. Hal tersebut dikarenakan pada saat proses pengulangan sintesis sebanyak 10 kali terdapat kemungkinan adanya perbedaan bentuk partikel dikarenakan waktu pendiaman sampel yang berbeda-beda setelah proses sonikasi, sehingga saat

pencampuran produk dalam *mortar agate* menghasilkan morfologi yang berbeda. Morfologi polihedral yang terlihat merupakan fasa kedua yang terbentuk dari produk dikarenakan reaktan *cerium nitrate hexahydrate* memiliki morfologi bola (*sphere-like shaped*) (Phoka, et al., 2012), sedangkan ligan H₃BTC yang berikatan dengan logam memiliki beberapa bentuk seperti *rods* untuk senyawa kompleks Ce-BTC pelarut DMF (Zhu, et al., 2020), *needle shape* untuk senyawa kompleks Ce-BTC pelarut DMF (Peng, et al., 2019), *octahedral* untuk senyawa kompleks Cu-BTC (Luo, et al., 2018), dan *rectangular-plate* untuk senyawa kompleks La-BTC (Laurikenas, et al., 2018).

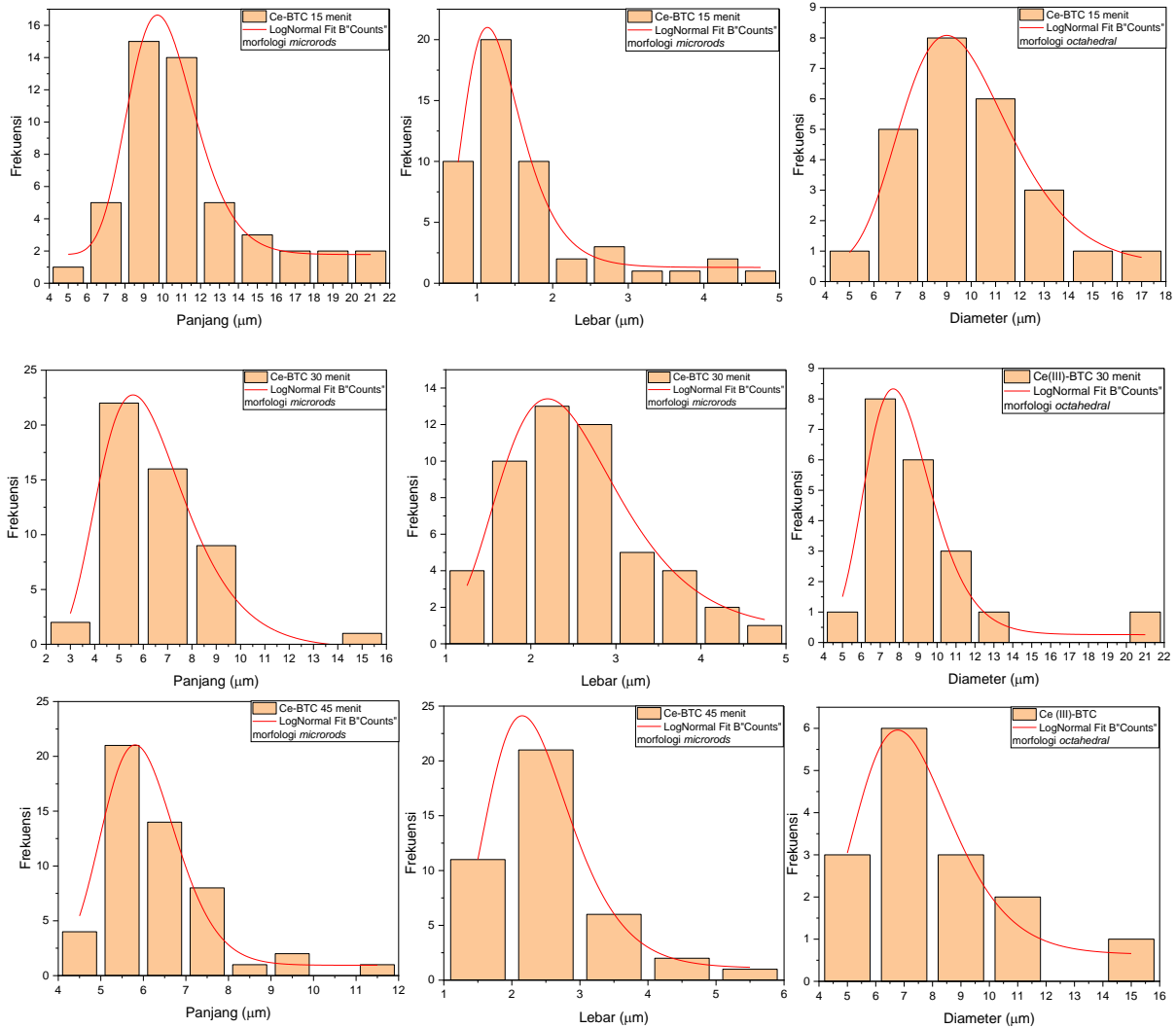
Pengamatan pada data SEM perbesaran 500x variasi 15 menit memiliki jumlah partikel polihedral paling banyak. Hal ini berkaitan dengan adanya perbedaan beberapa puncak data XRD. Dibandingkan dengan puncak hasil XRD variasi 30 dan 45 menit yang ditunjukkan pada Gambar 4.2, puncak XRD pada 15 menit memiliki perbedaan pada 2θ 8,4° dan 17,1°. Hasil *refinement* pada Tabel 4.2 menunjukkan nilai Rp atau ketidaksesuaian paling tinggi pada waktu 15 menit. Berdasarkan data SEM tersebut, variasi 15 menit terdapat 2 fasa produk, sehingga memberikan ketidaksesuaian yang tinggi pada hasil *refinement*.

Morfologi permukaan dari kompleks Ce(III)-BTC tidak membentuk bulatan sehingga berdasarkan Phoka, et al., 2012, morfologi polihedral tidak berasal dari reaktan *cerium nitrate hexahydrate*. Pada penelitian Peng, et al (2019), hasil morfologi kompleks Ce(III)-BTC menggunakan metode solvotermal memiliki bentuk partikel jarum (*needles shape*). Adanya perbedaan hasil morfologi partikel dari penelitian ini dengan penelitian terdahulu dikarenakan metode sintesis dan pelarut yang digunakan berbeda. Pada penelitian ini menggunakan metode sonokimia variasi waktu sonikasi dengan pelarut DMF dan air sedangkan penelitian Peng, et al (2019) menggunakan metode solvotermal variasi suhu sintesis dengan pelarut DMF saja.

Pengamatan morfologi menggunakan SEM pada variasi waktu 15 menit terlihat memiliki ukuran kristal yang lebih panjang dibandingkan dengan variasi 30 dan 45 menit. Pada waktu 45 menit partikel terlihat lebih pendek, hal tersebut dikarenakan gelombang suara tinggi yang menciptakan tekanan gelombang dan ketidakstabilan akustik. Tekanan dan ketidakstabilan akustik ini menciptakan kekuatan yang dapat merubah partikel atau struktur molekul dalam larutan. Semakin lama waktu sonikasi, semakin lama partikel dalam cairan tersebut terpapar pada tekanan dan ketidakstabilan akustik ini, sehingga partikel terus-menerus dipotong menjadi bentuk yang lebih kecil (Delmifiana dan Astuti, 2013). Pada waktu 15 menit juga terlihat memiliki lebih banyak morfologi berbentuk *octahedral*, dikarenakan variasi 15 menit lebih banyak melakukan pengulangan sintesis dibandingkan variasi 30 dan 45 menit, sehingga menyebabkan adanya perbedaan kondisi dan fasa saat pencampuran produk.

Tabel 4.3 Ukuran partikel kompleks Ce(III)-BTC

Variasi waktu	Panjang <i>microrods</i> (μm)	R-Square (COD)	Lebar <i>microrods</i> (μm)	R-Square (COD)	Lebar <i>octahedral</i> (μm)	R-Square (COD)
15 menit	10	0,99086	1,2	0,98606	9,5	0,99569
30 menit	6,1	0,9729	2,3	0,96228	8,1	0,97297
45 menit	5,9	0,95839	2,4	0,999968	7,1	0,94207

**Gambar 4.7** Mikrograf SEM dengan *average area* distribusi partikel ukuran lebar kompleks Ce(III)-BTC dengan perbesaran 500x, (a) Ce-BTC 15 menit, (b) CE-BTC 30 menit, (c) Ce-BTC 45 menit

Gambar 4.7 menunjukkan output data yang telah diolah menggunakan *software ImageJ*, yang bertujuan untuk mendapatkan distribusi partikel ukuran lebar dan panjang dari kompleks masing-masing variasi waktu. Pengolahan data pada *ImageJ* menggunakan perbesaran 500x untuk setiap variasi waktu sonikasi. Ukuran lebar dan panjang partikel yang diperoleh untuk kompleks Ce(III)-BTC variasi 15, 30, dan 45 menit ditunjukkan pada Tabel 4.4. Nilai *R-square* (COD) yang dihasilkan harus mendekati satu, semakin mendekati satu maka menunjukkan bahwa proses pemindaian partikel untuk menghitung ukuran partikel adalah lebih akurat. Berdasarkan analisis data SEM, dapat disimpulkan bahwa sampel

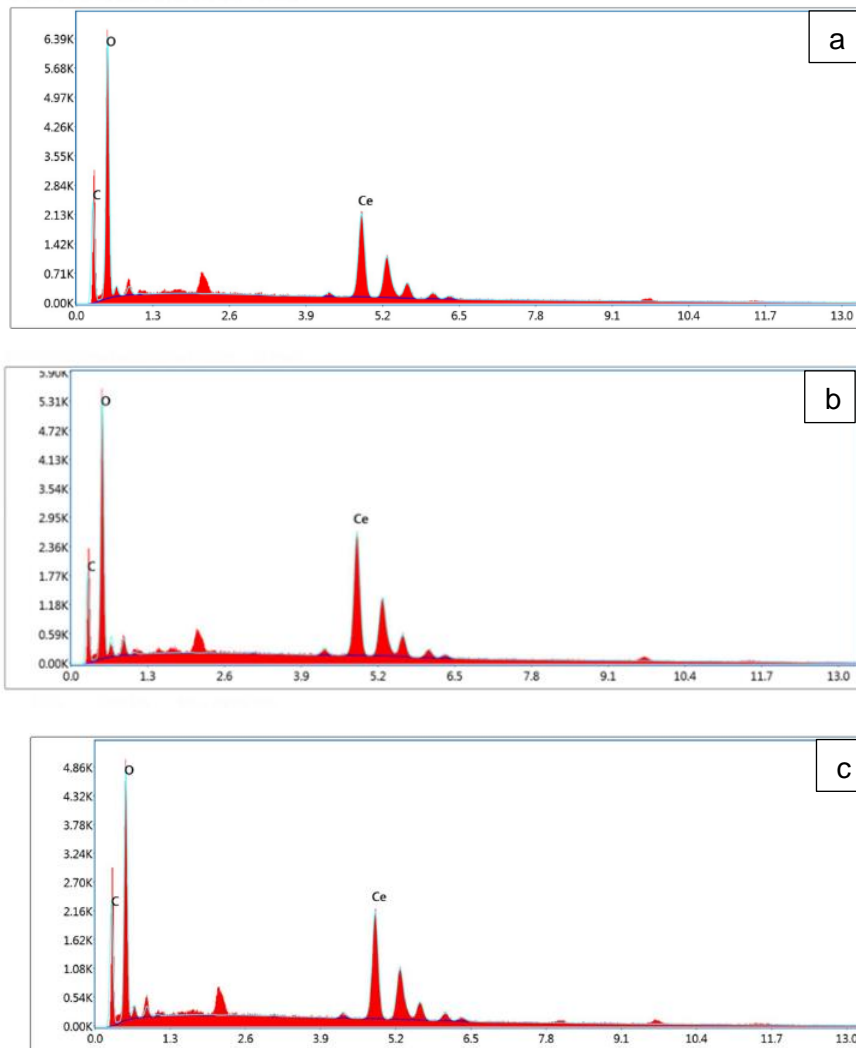
produk yang dianalisis memenuhi syarat sebagai kandidat *drug delivery system*. Hal ini ditunjukkan pada penelitian (Mahato, 2017) yang menyatakan bahwa mikropartikel dengan ukuran 1-100 μm dapat diaplikasikan pada *drug delivery system*. Kompleks Ce(III)-BTC dengan ukuran mikropartikel memiliki kelebihan yaitu kompleks dalam bentuk *drug delivery system* memiliki waktu tinggal yang lama didalam tubuh, tetapi kompleks yang masuk kedalam tubuh tidak dapat menembus jauh kedalam jaringan tubuh.

Tabel 4.4 Presentase unsur-unsur senyawa kompleks Ce(III)-BTC hasil EDX

Senyawa Kompleks Ce(III)-BTC Variasi Waktu	Kadar Ce (% atomic)	Kadar C (% atomic)	Kadar O (% atomic)	Rasio mol (Ce:C:O)
15 menit	7,03	35,33	57,64	1:5:8
30 menit	10,55	32,72	56,73	1:3:5
45 menit	8,24	38,96	52,80	1:4:6

Karakterisasi EDX digunakan untuk mengetahui kadar unsur dalam material hasil sintesis. Secara umum kompleks Ce(III)-BTC tersusun atas atom C, O, Ce, dan H yang ditunjukkan pada Gambar 4.8. Presentase unsur masing-masing unsur hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.4. Semua unsur tersebut merupakan kandungan dari *Cerium Nitrate Hexahydrate* dan 1,3,5-Benzenetrikarboksilat. Kandungan unsur Ce pada semua sampel yaitu sebesar 7,03%, 10,55%, dan 8,24%. Selain unsur Ce terdapat unsur C dan O, dimana karbon memiliki kadar 35,33%, 32,72%, dan 38,96%. Sedangkan oksigen dengan kadar 57,64%, 56,73%, dan 52,80%. Berdasarkan data tersebut diperoleh perbandingan rasio mol untuk Ce:C:O ditunjukkan pada Tabel 4.4 dengan perhitungan pada Lampiran 13.

Berdasarkan hasil XRD yang di *refinement* menggunakan data dari penelitian Almasi, et al (2015) didapatkan tingkat ketidaksesuaian atau nilai %Rp dan %Rwp sebesar 26,39% dan 49,77% pada 15 menit, 20,84% dan 25,83% pada 30 menit, serta 24,18% dan 22,04% pada 45 menit. Pada rumus molekul $\text{Ce}_1\text{C}_9\text{H}_5\text{O}_7$ dari data Almasi, et al (2015) diperoleh perbandingan rasio mol Ce:C:H:O adalah 1:9:5:7. Apabila dibandingkan dengan data Almasi, et al (2015) terdapat beberapa perbedaan pada penelitian ini. Perbedaan tersebut diduga disebabkan oleh tiga hal. Pertama, disebabkan oleh ketidaksesuaian hasil antara data penelitian ini dengan data penelitian Almasi, et al (2015). Hal tersebut ditunjukkan dengan hasil %Rp dan %Rwp lebih dari 15%, sehingga dimungkinkan terdapat perbedaan dari struktur senyawa pada penelitian ini dengan penelitian Almasi, et al (2015). Kedua, disebabkan oleh karakterisasi EDX yang memiliki keterbatasan dalam menganalisis permukaan yang tidak menyeluruh, sehingga rasio yang didapatkan pada saat pengukuran hanya pada satu posisi saja. Ketiga, disebabkan oleh terbentuknya dua fasa pada penelitian ini yang ditunjukkan pada data SEM, sehingga dimungkinkan adanya perbedaan hasil rasio atau senyawa pada penelitian ini dengan penelitian Almasi, et al (2015).



Gambar 4.8 Grafik EDS Kompleks Ce(III)-BTC Variasi Waktu a)15 menit, (b) 30 menit, dan (c) 45 menit

4.3 Kajian Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis antara logam *cerium nitrat hexahydrate* dengan ligan H_3BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu sonikasi 15, 30, dan 45 menit. Produk sintesis yang dihasilkan berupa kompleks Ce(III)-BTC yang memiliki ukuran distribusi partikel pada lebar dan panjang untuk kompleks Ce(III)-BTC variasi 15 menit adalah 1,5 μm dan 8,3 μm , untuk variasi 30 menit adalah 2,6 μm dan 6,8 μm , dan untuk variasi 45 menit adalah 2,7 μm dan 6,1 μm . Berdasarkan hasil tersebut, kompleks Ce(III)-BTC dapat diaplikasikan pada *drug delivery system* atau sistem penghantaran obat. Hasil tersebut juga menunjukkan bahwa hal-hal yang bermanfaat dapat dibuat dari sumber daya yang kurang bernilai, misalnya dari logam. Di Indonesia, pengolahan logam tanah jarang (*Rare Earth Element*) masih terbatas dan belum mencapai potensinya. Hal ini disebabkan oleh keterbatasan pengetahuan dan teknologi yang menyebabkan belum banyaknya penelitian tentang pengolahan logam tanah jarang. Berdasarkan data diatas mengingatkan manusia bahwa sumber daya alam yang kurang bernilai salah satunya logam

tanah jarang dapat dimanfaatkan menjadi barang bernilai. Sebagaimana Allah SWT berfirman dalam Q.S Ali-Imran: 191

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هٰذَا بٰطِلًا سُبْحٰنَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia. Maha Suci Engkau. Lindungilah kami dari azab neraka. (QS. Surah Ali-Imran: 191)

Ayat ini menjelaskan bahwa Allah SWT tidak akan menciptakan segala sesuatu dengan sia-sia, akan tetapi penuh dengan manfaat yang beragam. Hal ini menunjukkan jika Allah SWT menjelaskan pada hamba-Nya mengenai pemanfaatan ciptaan-Nya. Tafsir Al-Maraghi menyebutkan, seorang mukmin yang mau menggunakan akalinya, selalu menaruh pengharapannya hanya kepada Allah SWT melalui doa, pujian dan ibtihal. Mukmin akan tahu bagaimana berbicara dengan Tuhan saat telah mendapatkan hidayah terhadap sesuatu yang berhubungan dengan kebajikan dalam menghadapi ragam makhluk-Nya (Al-Maraghi, 1993). Perkembangan teknologi menuntut kita untuk mengembangkan inovasi dan memanfaatkan beragam kekayaan di bumi yang telah Allah ciptakan. Salah satunya adalah pemanfaatan logam tanah jarang yang dapat digunakan untuk berbagai hal dalam kehidupan sehari-hari, misalnya pada bidang industri, bidang teknologi, dan bidang kesehatan. Pada bidang kesehatan, logam tanah jarang seperti *cerium* yang berikatan dengan ligan membentuk senyawa kompleks dapat digunakan sebagai sistem penghantaran obat atau *Drug Delivery System* (DDS). Allah SWT juga menjelaskan penciptaan langit dan bumi yang penuh dengan manfaat dan manusia harus memanfaatkannya sebaik mungkin dalam surah Al-Baqarah ayat 22. Allah SWT berfirman:

لِّهَا نَادَا جَعَلُوا فَلَا ۗ لَكُمْ رِزْقًا الثَّمَرَاتِ مِنَ الَّذِي جَعَلَ لَكُمْ الْاَرْضَ فِرَاشًا وَالسَّمٰوٰتِ بِنَاءً ۗ وَاَنْزَلَ مِنَ السَّمٰوٰتِ مَاءً فَاَخْرَجَ بِهٖ

Artinya : “(Dialah) yang menjadikan bagimu bumi (sebagai) hamparan dan langit sebagai atap, dan Dialah yang menurunkan air (hujan) dari langit, lalu Dia menghasilkan dengan (hujan) itu buah-buahan sebagai rezeki untuk kamu. Oleh karena itu, janganlah kamu mengadakan tandingan-tandingan bagi Allah, padahal kamu mengetahui.” (QS. Al-Baqarah: 22)

Dijelaskan dalam tafsir Al-Misbah bahwa pada surah Al-Baqarah ayat 22 yang berbunyi “Dialah yang menjadikan bumi sebagai hamparan bagi kamu”, Allah telah menciptakan bumi yang terhampar dan manusia dapat memanfaatkan bumi secara lahir, batin, material dan spiritual. Bukan hanya itu, Allah telah menyiapkan segala sarana kehidupan di dunia seperti menurunkan sebagian air dari langit, berbuahnya pohon-pohon, dan tanah yang mengeluarkan aneka barang tambang dari dalam bumi. Hal tersebut menunjukkan betapa Allah telah menciptakan alam semesta dengan begitu kompleks

(Shihab, 1997). Segala kenikmatan yang Allah SWT berikan dapat dimanfaatkan menggunakan akal dan ilmu. Perkembangan zaman yang semakin cepat telah membawa sejumlah kemajuan, khususnya dalam industri medis. Salah satu penemuan tersebut adalah penggunaan logam tanah jarang sebagai bahan penyusun utama senyawa kompleks yang kemudian dikembangkan menjadi MOF sebagai sistem penghantaran obat.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Hasil karakterisasi XRD pada senyawa kompleks Ce(III)-BTC variasi waktu 15, 30, dan 45 menit, menghasilkan struktur tetragonal dengan grup ruang $P4_3$. Ukuran kristal kompleks Ce(III)-BTC yang dihasilkan pada rentang antara 43,74 nm - 49,57 nm.
2. Morfologi permukaan kompleks Ce(III)-BTC yang dihasilkan berbentuk *microrod* dan pada setiap variasi terdapat beberapa morfologi berbentuk *octahedral*. Kenaikan waktu sintesis menyebabkan ukuran partikel semakin pendek. Distribusi partikel lebar dan panjang pada morfologi *microrods* adalah variasi 15 menit adalah 1,2 μm dan 10 μm , untuk variasi 30 menit adalah 2,3 μm dan 6,1 μm , dan untuk variasi 45 menit adalah 2,4 μm dan 5,9 μm . Sedangkan untuk distribusi partikel lebar morfologi *octahedral* pada variasi 15, 30, 45 menit secara berturut-turut adalah 9,5 μm , 8,1 μm , dan 7,1 μm . Unsur yang terdapat pada kompleks Ce(III)-BTC ini adalah Ce, O, dan C.

5.2 Saran

Sebaiknya sintesis dilakukan dengan menambahkan jumlah rasio mol dan ligan agar didapatkan massa produk yang lebih banyak pada satu kali sintesis, sehingga tidak perlu melakukan banyak pengulangan. Kemudian diperlukan pengujian lebih lanjut untuk mengetahui terbentuknya kompleks Ce(III)-BTC menggunakan karakterisasi *Fourier Transform Near Infra Red* (FT-NIR) dan karakterisasi *Single Crystal X-Ray Diffraction* (SC-XRD) untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk serta data kristalografi hasil sintesis. Diperlukan juga pengujian menggunakan karakterisasi *Surface Area Analyzer* (SAA) dan karakterisasi *Braunnear, Emmelt Dan Teller* (BET) untuk mengetahui luas permukaan dan luas pori dari hasil sintesis, sehingga hasil pengujian tersebut dapat memperkuat syarat kompleks untuk diaplikasikan pada *drug delivery system*.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Maraghi, Ahmad Mustafa. 1993. Tafsir al-Maraghi, terj. Bahrun Abu Bakar dkk. Semarang: PT. Karya Toba Putra
- Almáši, M., Zeleňák, V., Opanasenko, M., & Císařová, I. 2015. Ce(III) and Lu(III) metal-organic frameworks with Lewis acid metal sites: Preparation, sorption properties and catalytic activity in Knoevenagel condensation. *Catalysis Today*, 243(C), 184–194. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2014.07.028>
- Az-Zuhaili, W. 2018. Tafsir Al-Munir Jilid 14. *Gema Insani*, 689.
- Chevinly, A. S., Mobtaker, H. G., Yousefi, T., Shirani, A. S., & Aghayan, H. 2017. {[Ce(BTC)(H₂O)]·DMF}_nmetal organic framework as a new adsorbent for removal of neodymium ions. *Inorganica Chimica Acta*, 455, 34–40. <https://doi.org/10.1016/j.ica.2016.09.046>
- Chenduty, F.D., Sriwidodo, Wardhana, Y.W. 2021. Sistem Penghantaran Obat Berbasis Biopolimer Klitosan pada Formulasi Film Forming System. *Majalah Farmasetika*, 6(1): 38-55
- Cullity, B. D., dan Stock, S. R. 2001. *Elements of X-Ray Diffraction*. New Jersey: Prentice Hall.
- Delmifiana, B., & Astuti. 2013. Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur Dan Morfologi Nanopartikel Magnetik Yang Disintesis Dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, 2(3), 4.
- Diblan, Sevgin, dkk., 2018. FT-IR Spectroscopy Characterization and Chemometric Evaluation of Legumes Extracted With Different Solvents. *Food and Health*. 4(2): 80-88.
- Gregg, S. J., and Sing, K. S.W., 1986. Adsorpsi, Surface, and Porosity 2 ed. *Academic press, London*.
- Hanif, Q. A., Nugraha, R.E., Lestari, W.W. 2018. Kajian Metal–Organic Frameworks (MOF) sebagai Material Baru Pengantar Obat. *Jurnal Penelitian Kimia*. Vol 14, No 1
- He, S., Wu, L., Li, X., Sun, H., Xiong, T., Liu, J., Huang, C., Xu, H., Sun, H., Chen, W., Gref, R., & Zhang, J. 2021. Metal-organic frameworks for advanced drug delivery. *Acta Pharmaceutica Sinica B*, 11(8), 2362–2395. <https://doi.org/10.1016/j.apsb.2021.03.019>
- Herbstein, F. H. 2005. *Crystalline Molecular Complexes and Compounds Volume*. New York: Oxford University Press Inc.
- Herlani, R., Muljono., Widiyati, S., Mujari. 2011. Mempelajari Pengaruh Logam Tanah Jarang Serium (Ce) dan Lantanum (La) pada Analisis Torium Dengan Metode Pendar Sinar X. *Prosiding Seminar Penelitian Dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*
- Horcajada, P., Serre, C., Vallet-Regi, M., Sebban, M., Taulelle, F., Ferrey, G. 2006. Metal – Organic Frameworks as Efficient Material for drug Delivery. *Angewandte Chemie International*. 24: 5974-5978

- Israr, F., Kim, D. K., Kim, Y., Oh, S. J., Ng, K. C., & Chun, W. 2016. Synthesis of porous Cu-BTC with ultrasonic treatment: Effects of ultrasonic power and solvent condition. *Ultrasonics Sonochemistry*, 29, 186–193. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2015.08.023>
- Kusumastuti, Ari. 2011. *Pengenalan Pola Gelombang Khas dengan Interpolasi*. UIN Malang, 2(1)
- Latupeirissa, J., & Latupeirissa, A. N. 2012. Poli (Etil Eugeniloksi Asetat) Sebagai Ekstraktan Ion Logam Cu²⁺. *MJoCe*, 2(1), 62–67.
- Laurikenas, A., Beganskiene, A., & Kareiva, A. 2018. On the synthesis and characterization of lanthanide metal-organic frameworks. *Ceramics*, 1(1), 54–64. <https://doi.org/10.3390/ceramics1010006>
- Li, H., Eddaoudi, M., O'Keeffe, M., dan Yaghi, O. M. 1999. Design and Synthesis of an Exceptionally Stable and Highly Porous Metal-Organic Framework. *Nature*. 402: 276–279.
- Luo, Y., Chen, D., Wei, F., & Liang, Z. 2018. Synthesis of Cu-BTC Metal-Organic Framework by Ultrasonic Wave-Assisted Ball Milling with Enhanced Congo Red Removal Property. *ChemistrySelect*, 3(41), 11435–11440. <https://doi.org/10.1002/slct.201802067>
- Mahato, R. 2017. Multifunctional Micro- and Nanoparticles. In *Emerging Nanotechnologies for Diagnostics, Drug Delivery and Medical Devices*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-42978-8.00002-4>
- Mahreni., Ristianingsih, Y., Nur, S. 2020. Sintesis dan Aplikasi Material Baru Kerangka Logam Organik (Metal Organik Framework, MOF). Yogyakarta: Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat UPN Veteran Yogyakarta
- Male, Y. T., Tehubijuluw, H., & Pelata, P. M. 2013. Synthesis Of Binuclear Complex Compound Of {[Fe(L)(NCS) 2] 2 oks} (L = 1,10-phenantrolin and 2,2'-bypiridine) Sintesis Senyawa Kompleks Berinti Ganda {[Fe(L)(NCS) 2] 2 oks} (L = 1,10-fenantrolin dan 2,2'-bipiridin). *J. Chem. Res*, 1, 15–22.
- Noor, T. H. 2005. Synthesis and characterization of some lanthanide ion(III) complexes with mixed ligands (nicotinamide and benzimidazole). Diyala University Collage of Basic.
- Nordin, N. A. H. M., Ismail, A. F., Mustafa, A., Goh, P. S., Rana, D., Matsuura, T. 2014. Aqueous Room Temperature Synthesis of Zeolitic Imidazole Framework 8 (ZIF-8) with Various Concentrations of Triethylamine. *The Royal Society of Chemistry*. 4: 33292-33300.
- Noro, S. 2013. Metal-Organic Frameworks in Comprehensive Inorganic Chemistry II (Second Edition). (eds. J. Reedijk and K. Poeppelmeier). Elsevier, Amsterdam. 55-71.
- Noval., Malahayati, S. 2021. Teknologi Penghantaran Obat Terkendali. Jawa Tengah: CV.Pena Persada
- Peng, M. M., Ganesh, M., Vinodh, R., Palanichamy, M., & Jang, H. T. 2019. Solvent free oxidation of ethylbenzene over Ce-BTC MOF. *Arabian Journal of Chemistry*, 12(7), 1358–1364. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2014.11.024>

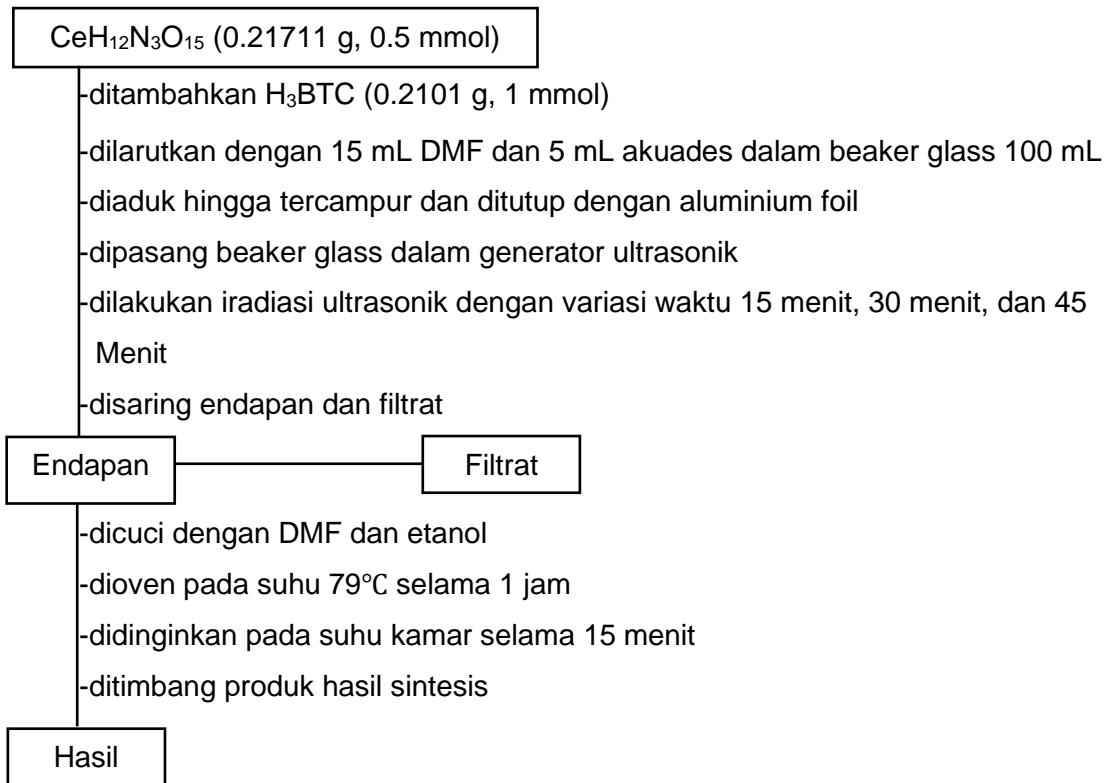
- Perrie, Y and T. Rades. 2012. Drug Delivery and Targeting, Second. Philadelphia: FASTtrack Pharmaceuticals
- Rena, Zaharah, T. A., & Shofiyani, A. 2018. Pengaruh Ph Terhadap Adsorpsi Cerium (Iv) Dari Tailing Peti Menggunakan Komposit Kitosan-Karbon Beads Terikat Silang Glutaraldehyd. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 7(3), 27–33.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 2018. Dasar-dasar Spektroskopi. Yogyakarta: UGM Press
- Sculley, J., Yuan, D., Zhou, H. 2011. The Current of Hydrogen Storage in Metal Organic Frameworks. *Energy Environmental Science*. 4: 2721-2735.
- Sembiring, Z. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Struktur Senyawa Kompleks Cu(II) dan Mn(II) dengan Basa Schiff Turunan Aldehida sebagai Indikator. Laporan Penelitian: Fakultas MIPA Univ. Lampung
- Smallman, R. E., dan Bishop, R. J. 2000. *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering*. New York: Hill International Book Company.
- Smith, B. C. 2011. Fundamental of Fourier Transform Infrared Spectroscopy. New York: CRC Press. 4-9.
- Suhendar, Rudy. 2019. Potensi Logam Tanah Jarang di Indonesia. Bandung: Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi Badan Geologi Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral
- Suslick, S. Kenneth. 1999. Application of Ultrasound To Materials Chemistry. *Annual Reviews. Mater. Sci.* 29: 295-326.
- Shihab, M. Q. 1997. Tafsir Al-Mishbah Lentera k^AH ati. *Tafsir Al-Misbah Jilid 13*, 555.
- Sulistya Hermawati, E. . S. . T. 2016. Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi 19 (3) (2016) : 94-98 Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 19(3), 94–98.
- Tipler, P. 1991. *Fisika Untuk Sains dan Teknik Edisi Ketiga Jilid 1*. Jakarta: Erlangga.
- Triyani, N. F., Suhartana. Sriatun. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-Sulfanilamid. *Chem Info*. Vol 1, No 1, Hal 354 – 361
- Villar, A. M. S., Naveros, B. C., Campmany, A. C. C., Trenchs, M. A., Rocabert, C. B., & Bellowa, L. H. 2012. Design and optimization of self-nanoemulsifying drug delivery systems (SNEDDS)
- Vyas, N., Manmi, K., Wang, Q., Jadhav, A. J., Barigou, M., Sammons, R. L., Kuehne, S. A., & Walmsley, A. D. 2019. Which Parameters Affect Biofilm Removal with Acoustic Cavitation? A Review. *Ultrasound in Medicine and Biology*, 45(5), 1044–1055. <https://doi.org/10.1016/j.ultrasmedbio.2019.01.002>
- Watts, H. and Morley, H. F. 1993. A dictionary of chemistry. London: Longmans, Green and co.
- Winarti, L. 2013. Sistem Penghantaran Obat Tertarget, Macam, Jenis-Jenis Sistem Penghantaran, Dan Aplikasinya. *Stomatognatic-Jurnal Kedokteran Gigi*. 10(2): 75-81.

- Zhang, X., Hou, F., Li, H., Yang, Y., Wang, Y., Liu, N., & Yang, Y. 2018. A strawsheave-like metal organic framework Ce-BTC derivative containing high specific surface area for improving the catalytic activity of CO oxidation reaction. *Microporous and Mesoporous Materials*, 259, 211–219. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2017.10.019>
- Zhu, X., He, H., Li, Y., Wu, H., Fu, M., Ye, D., Wu, J., Huang, H., Hu, Y., & Niu, X. 2020. CeO₂-supported pt catalysts derived from mofs by two pyrolysis strategies to improve the oxygen activation ability. *Nanomaterials*, 10(5). <https://doi.org/10.3390/nano10050983>

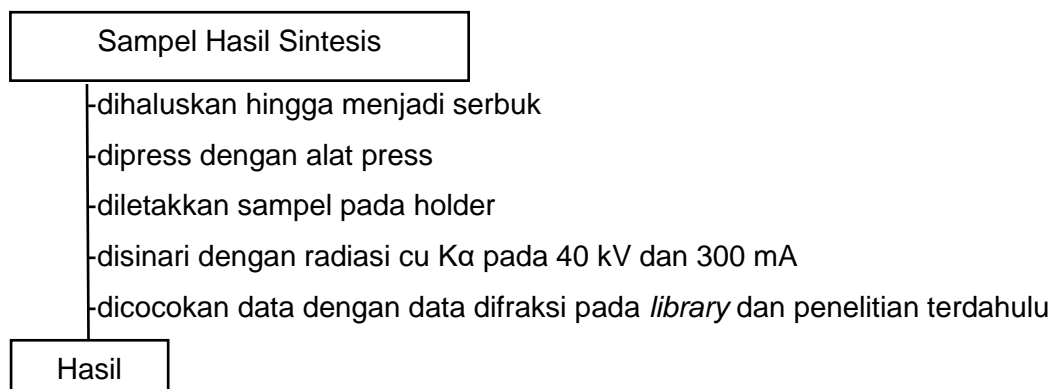
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

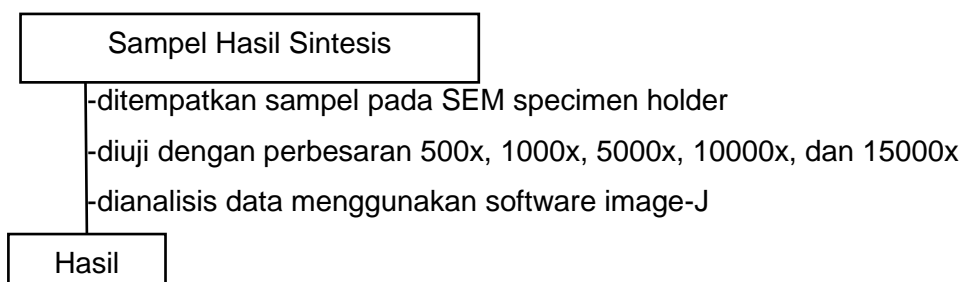
L.1.1 Sintesis Kompleks Ce (III)-BTC variasi waktu 15 menit



L.1.2 Karakterisasi Kompleks Ce (III)-BTC Menggunakan Powder-XRD



L.1.3 Karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan SEM-EDX



Lampiran 2. Perhitungan**L.2.1 Perhitungan Massa Senyawa $CeH_{12}N_3O_{15}$**

BM Senyawa	= 434.22 g/mol
Mol Senyawa	= 0.5 mmol
Massa Senyawa	= mol x BM
	= 0.5 mmol x 434.22 g/mol
	= 217.11 mg
	= 0.21711 g

L.2.1 Perhitungan Massa Senyawa 1,3,5- Benzenatrikarboksilat (H_3BTC)

BM Senyawa	= 210.14 g/mol
Mol Senyawa	= 1 mmol
Massa Senyawa	= mol x BM
	= 1 mmol x 210.14 g/mol
	= 210,14 mg
	= 0.21014 g

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi XRD

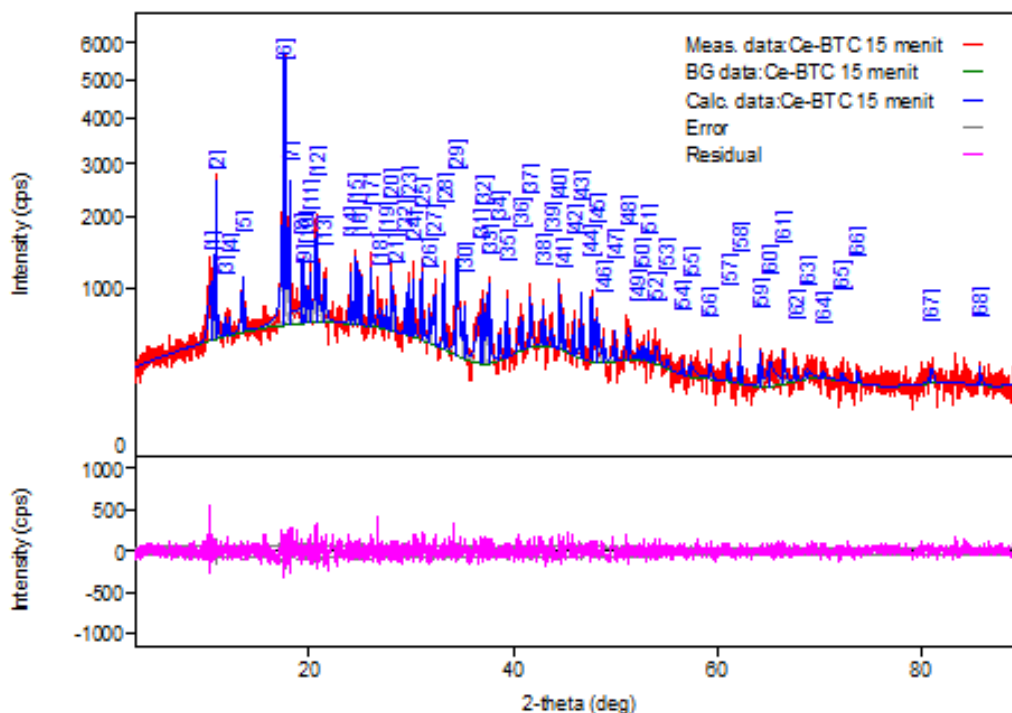
L.3.1 Hasil Karakterisasi Seyawa Hasil Sintesis Variasi Waktu Sonikasi 15 Menit

Peak List

General information

Analysis date	2023/09/04 18:42:55	Measurement date	2023/09/04 18:01:02
Sample name		Operator	ADMINISTRATOR
File name	Ce-BTC 15 menit.ras		
Comment			

Measurement profile



Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	10.49(2)	8.428(19)	394(57)	0.47(3)	209(10)	0.53(10)	3.3(9)
2	10.947(7)	8.078(5)	1493(112)	0.148(7)	249(13)	0.17(2)	3.3(9)
3	11.791(14)	7.499(9)	111(30)	0.17(4)	22(4)	0.20(9)	3(4)
4	12.240(18)	7.225(10)	97(28)	0.20(5)	22(5)	0.23(12)	3(4)
5	13.58(2)	6.518(10)	400(58)	0.25(2)	137(8)	0.34(7)	2.8(12)
6	17.600(8)	5.0351(18)	3664(175)	0.127(8)	833(20)	0.227(18)	1.6(3)
7	18.105(5)	4.8958(15)	1525(113)	0.106(12)	290(14)	0.19(2)	1.6(3)
8	19.36(3)	4.581(8)	435(60)	0.17(2)	85(10)	0.19(5)	1.1(6)
9	19.43(10)	4.57(2)	98(29)	2.7(3)	280(36)	2.9(12)	0.9(4)
10	19.734(12)	4.495(3)	203(41)	0.09(4)	21(7)	0.10(8)	0.5(10)
11	20.079(11)	4.419(2)	321(52)	0.12(2)	44(6)	0.14(4)	1.1(3)
12	20.74(2)	4.280(4)	727(78)	0.328(18)	280(14)	0.39(6)	1.1(3)
13	21.51(2)	4.128(4)	296(50)	0.28(4)	96(10)	0.33(9)	1.1(3)
14	24.114(10)	3.6877(15)	401(58)	0.148(18)	70(5)	0.18(4)	4.3(17)

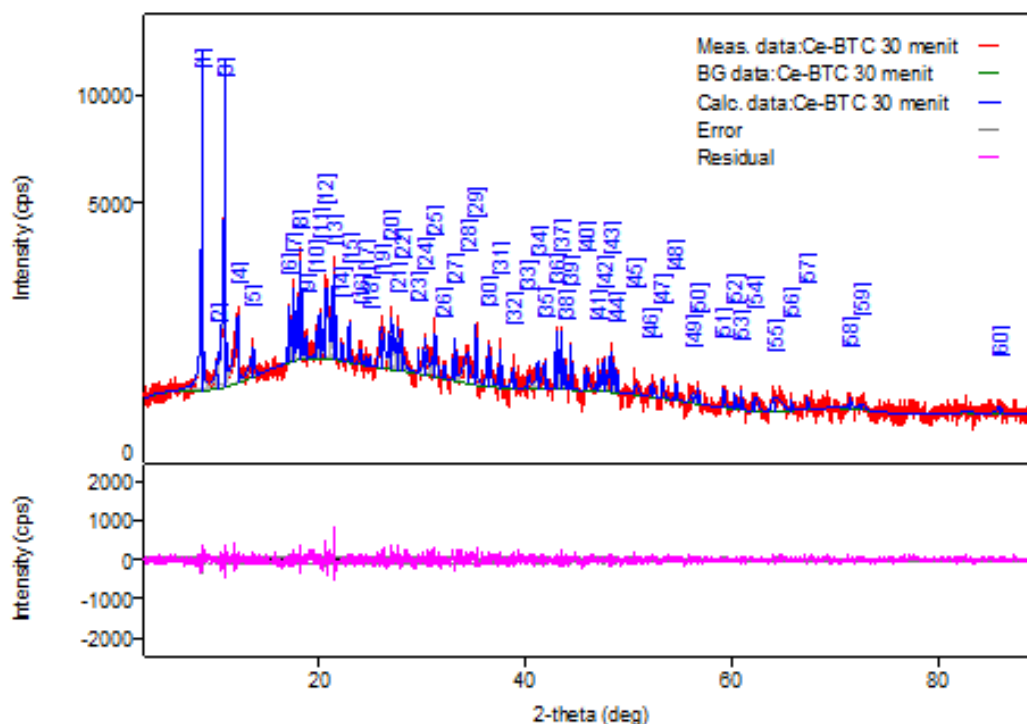
L.3.2 Hasil Karakterisasi Seyawa Hasil Sintesis Variasi Waktu Sonikasi 30 Menit

Peak List

General information

Analysis date 2023/09/04 18:44:00
 Sample name Ce-BTC 30 menit.ras
 File name Ce-BTC 30 menit.ras
 Comment
 Measurement date 2023/09/04 17:50:48
 Operator ADMINISTRATOR

Measurement profile



Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	8.459(4)	10.203(5)	8404(265)	0.089(5)	1191(20)	0.142(7)	2.0(5)
2	10.11(4)	8.74(3)	197(41)	0.12(5)	33(7)	0.17(7)	1(2)
3	10.856(4)	8.143(3)	7879(256)	0.122(4)	1482(17)	0.188(8)	3.1(8)
4	12.115(5)	7.300(3)	775(80)	0.26(3)	417(16)	0.54(8)	5(4)
5	13.54(4)	6.53(2)	303(50)	0.40(6)	182(16)	0.60(15)	1.3(7)
6	17.101(5)	5.1808(16)	694(78)	0.180(14)	139(9)	0.20(3)	4.5(13)
7	17.540(4)	5.0522(12)	1011(92)	0.244(13)	274(10)	0.27(3)	4.5(13)
8	18.193(3)	4.8723(9)	1520(113)	0.258(9)	436(15)	0.29(3)	4.5(13)
9	18.714(12)	4.738(3)	258(46)	0.16(3)	47(7)	0.18(6)	4.5(13)
10	19.693(15)	4.504(3)	321(52)	0.17(4)	59(11)	0.18(6)	0.92(16)
11	20.011(11)	4.434(2)	590(70)	0.17(2)	111(11)	0.19(4)	0.92(16)
12	20.67(2)	4.294(4)	1002(91)	0.41(3)	459(19)	0.46(6)	0.92(16)
13	21.377(13)	4.153(3)	1275(103)	0.295(15)	420(23)	0.33(4)	0.92(16)
14	22.18(8)	4.004(14)	227(44)	0.14(6)	34(15)	0.15(9)	2(3)

Lampiran 4. Data Ukuran Kristal Kompleks Ce(III)-BTC

Ukuran kristal diukur menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Berikut merupakan hasil perhitungan ukuran kristal senyawa hasil sintesis.

L.4.1 Waktu Sintesis 15 Menit

$$\lambda (K\alpha) = 1,5406$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,127 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,127}{180} \times 3,14 = 0,00221$$

$$2\theta = 17,600 \rightarrow \theta = 8,800$$

$$\cos \theta = 0,9882$$

Sehingga ukuran kristal kompleks Ce(III)-BTC adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,00221 \times 0,9882} = 634,885 \text{ \AA} = 63,488 \text{ nm}$$

L.4.2 Waktu Sintesis 30 Menit

$$\lambda (K\alpha) = 1,5406$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,122 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,122}{180} \times 3,14 = 0,00213$$

$$2\theta = 10,856 \rightarrow \theta = 5,428$$

$$\cos \theta = 0,9955$$

Sehingga ukuran kristal kompleks Ce(III)-BTC adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,00213 \times 0,9955} = 653,901 \text{ \AA} = 65,390 \text{ nm}$$

L.4.3 Waktu Sintesis 45 Menit

$$\lambda (K\alpha) = 1,5406$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,130 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,130}{180} \times 3,14 = 0,00227$$

$$2\theta = 10,638 \rightarrow \theta = 5,319$$

$$\cos \theta = 0,9957$$

Sehingga ukuran kristal kompleks Ce(III)-BTC adalah:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,00227 \times 0,9957} = 613,448 \text{ \AA} = 61,344 \text{ nm}$$

Lampiran 5 Perhitungan Derajat Kristanilitas Kompleks Ce(III)-BTC**L.5.1 Waktu Sintesis 15 Menit**

$$\begin{aligned}\text{Kristanilitas (\%)} &= \frac{\text{Fraksi luas kristalin}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\% \\ &= \frac{37047,92}{39209,42} \times 100\% \\ &= 94,49\%\end{aligned}$$

L.5.2 Waktu Sintesis 30 Menit

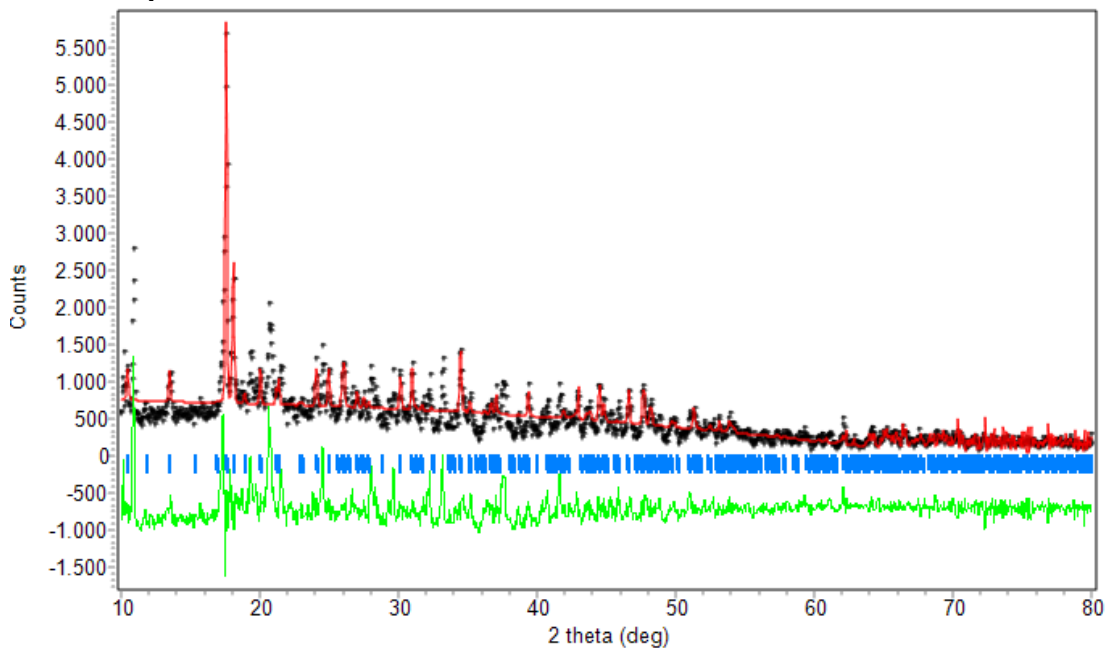
$$\begin{aligned}\text{Kristanilitas (\%)} &= \frac{\text{Fraksi luas kristalin}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\% \\ &= \frac{44629,17}{47568,92} \times 100\% \\ &= 93,82\%\end{aligned}$$

L.5.3 Waktu Sintesis 45 Menit

$$\begin{aligned}\text{Kristanilitas (\%)} &= \frac{\text{Fraksi luas kristalin}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\% \\ &= \frac{43547,92}{44140,42} \times 100\% \\ &= 94,66\%\end{aligned}$$

Lampiran 6 Hasil *Refinement* dengan Metode *Le Bail*

L.6.1 Sampel Waktu Sintesis 15 Menit



```

+-----+
|                               |
|                               |
|                               |
+-----+
Phase: 1
+-----+
PHASE SCALE FACTOR   = 0.100000E-01   0.000000   0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000   0.000000   0.000000
CELL PARAMETERS      = 10.594213  -0.000872  0.001529
                    = 10.594213  -0.000872  0.001529
                    = 13.937761  -0.003818  0.001961
                    = 90.000008   0.000000   0.000000
                    = 90.000008   0.000000   0.000000
                    = 90.000008   0.000000   0.000000
RECIPROCAL CELL      = 0.094   0.094   0.072  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME          = 1564.337280  0.387689
SCALE * VOLUME       = 15.643373  0.003877
MOLECULAR WEIGHT     = 0.000
DENSITY              = 0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*ls/R = 0.000000
+-----+
|                               |
|                               |
|                               |
+-----+
Histogram: 1
+-----+
SCALE FACTOR         = 1.0000   0.00000   0.00000
ZEROPOINT            = 0.82933  -0.00359  0.00291

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 1139.81   -44.6850   227.014
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -21.3899   1.78539   8.03979
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.107858  -0.172783E-01  0.785392E-
01
BACKGROUND PARAMETER B 5 = -1365.19   300.364   1769.90
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000  0.00000  0.00000

```

```

ABSORPTION R           = 0.00000  0.00000  0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS  = 0.53445  0.00690  0.00467
                       0.00000  0.00000  0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = -7.627163  0.005790
0.003040
                       V = 6.059090 -0.004983
0.002517
                       W = -0.877419  0.000771
0.000319
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100  0.000000
0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 1.881854  0.132162  0.162758
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000  0.000000  0.000000
EXTINCTION PARAMETER   = 0.000000  0.000000  0.000000

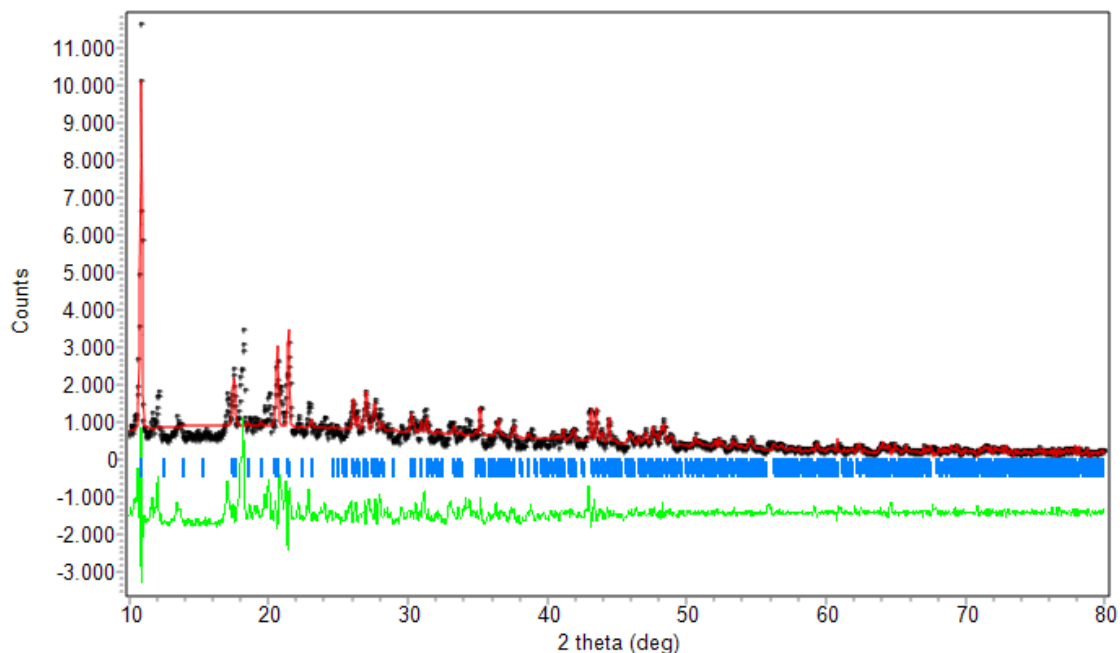
```

```

+-----+
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght |
Durbin Wght | N-P |
+-----+
+-----+
| 1 | 26.39 | 49.77 | 453.69 | 71.41 | 3.21 |*****|
0.385 | 1738 |
+-----+
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.2284E+06 | 0.8653E+06 | 0.8625E+06 | 0.1683E+07 | 0.2399E+02 | 0.4263E+20 |

```

L.6.2 Sampel Waktu Sintesis 30 Menit



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01  0.000000  0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000  0.000000  0.000000

```

```

CELL PARAMETERS      = 10.406794 -0.000848 0.003557
                    10.406794 -0.000848 0.003557
                    14.508132 -0.000357 0.005731
                    90.000008 0.000000 0.000000
                    90.000008 0.000000 0.000000
                    90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL      = 0.096 0.096 0.069 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME          = 1571.250366 0.980831
SCALE * VOLUME       = 15.712503 0.009808
MOLECULAR WEIGHT     = 0.000
DENSITY              = 0.000

```

NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL

ABSOLUTE PHASE VALUES:

INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM² (in cm⁻²)

MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)

ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR

Then:

INC*MASS*ls/R = 0.000000

```

+-----+
| Histogram: 1 |
+-----+
SCALE FACTOR      = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT         = 0.40657 -0.00053 0.00357

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 2118.18 -16.1420 196.984
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -40.6852 0.757784 6.96293
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.182222 -0.903573E-02 0.681320E-
01
BACKGROUND PARAMETER B 5 = -9902.56 100.029 1542.51
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R       = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02000 0.00000 0.00000
                    0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.010000 0.000000
0.000000
V = -0.005000 0.000000
0.000000
W = 0.020000 0.000000
0.000000
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100 0.000000
0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.200000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000
EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght |
Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 20.84 | 25.83 | 510.43 | 44.17 | 1.88 | ***** |
0.724 | 1743 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.2136E+06 | 0.1025E+07 | 0.1027E+07 | 0.4933E+07 | 0.1888E+02 | 0.1728E+19 |
+-----+

```



```

PREFERRED ORIENTATION      = 1.00000  0.00000  0.00000
ABSORPTION R               = 0.00000  0.00000  0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS      = 0.03023  0.00011  0.00052
                           0.00000  0.00000  0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U    = -25.638977  -0.007097
0.009533
                           V    = 8.947945  0.003869
0.003849
                           W    = -0.598291  -0.000287
0.000271
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100  0.000000
0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 2.154749  0.063632  0.025718
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000  0.000000  0.000000
EXTINCTION PARAMETER      = 0.000000  0.000000  0.000000

```

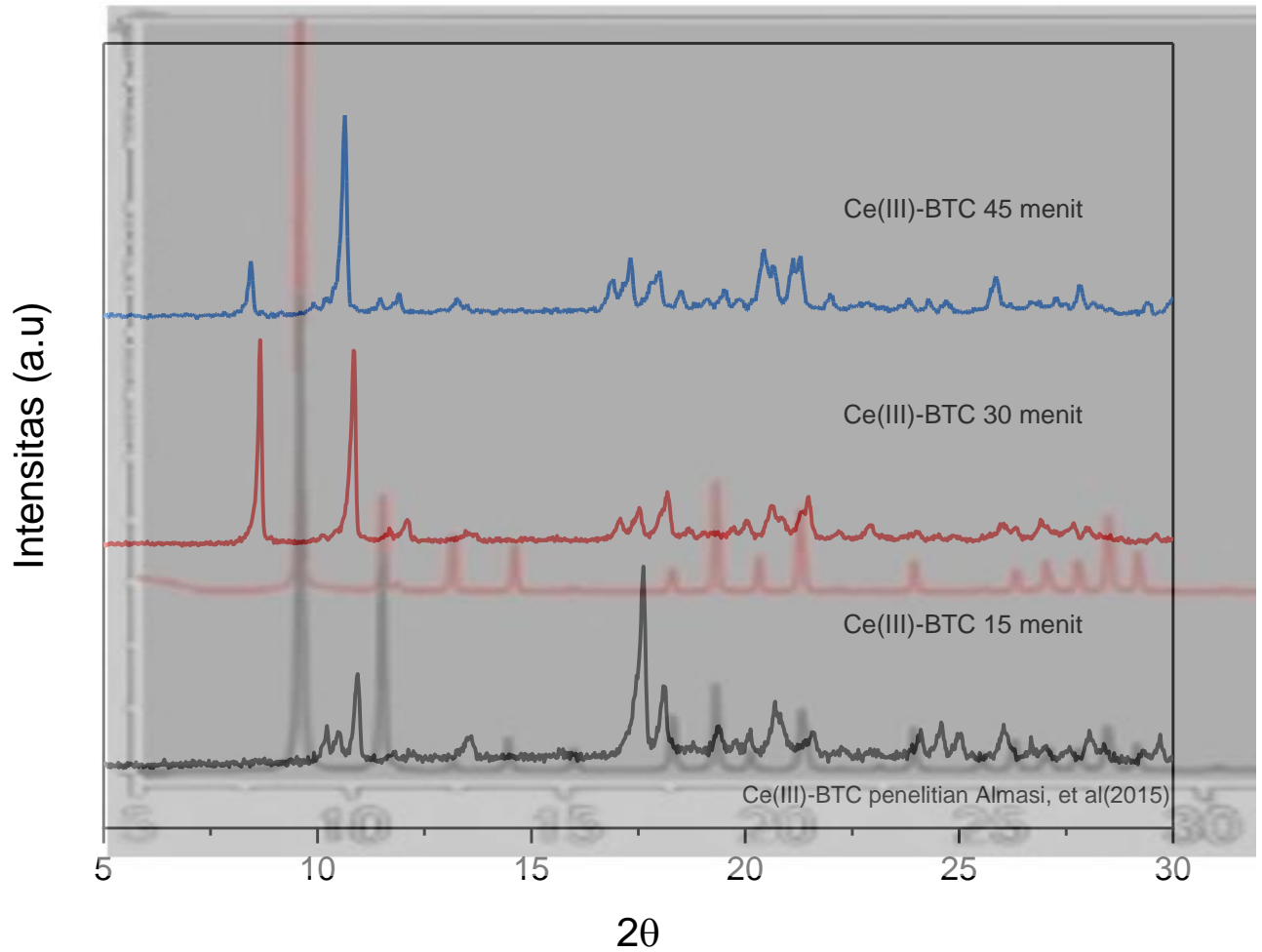
```

+-----+
-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght |
Durbin Wght | N-P |
+-----+
-----+
| 1 | 24.18 | 22.04 |*****| 801.52 | 2.25 |*****|
0.518 | 1739 |
+-----+
-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.2349E+06| 0.9711E+06| 0.9812E+06| 0.3445E+07| 0.2118E+02| 0.6956E+19 |

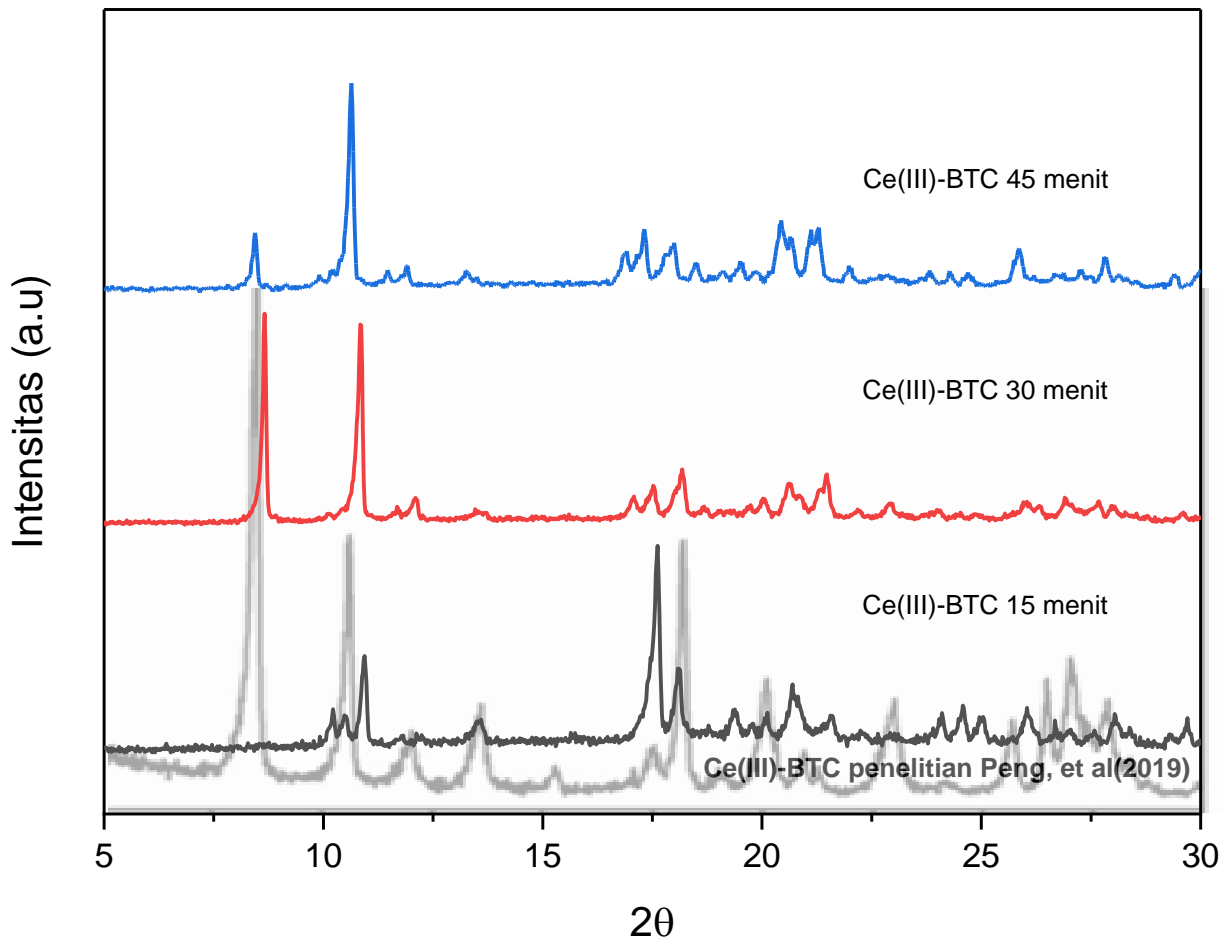
```

Lampiran 7 Hasil *stacking* (menumpuk) difraktogram

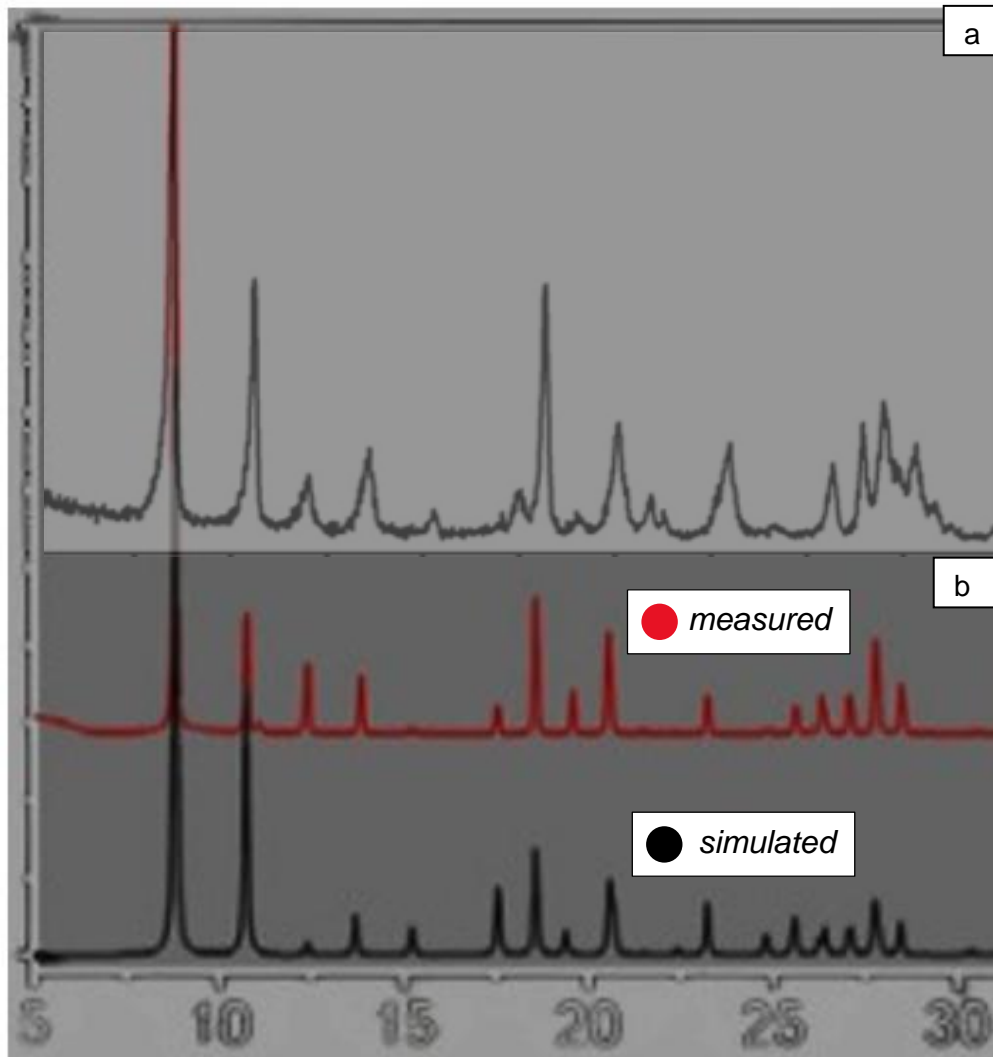
L.7.1 Gambar hasil *stacking* (menumpuk) secara manual antara difraktogram kompleks Ce(III)-BTC pada jurnal penelitian (Almasi, et al., 2015) dengan difraktogram hasil sintesis variasi 15, 30, dan 45 menit



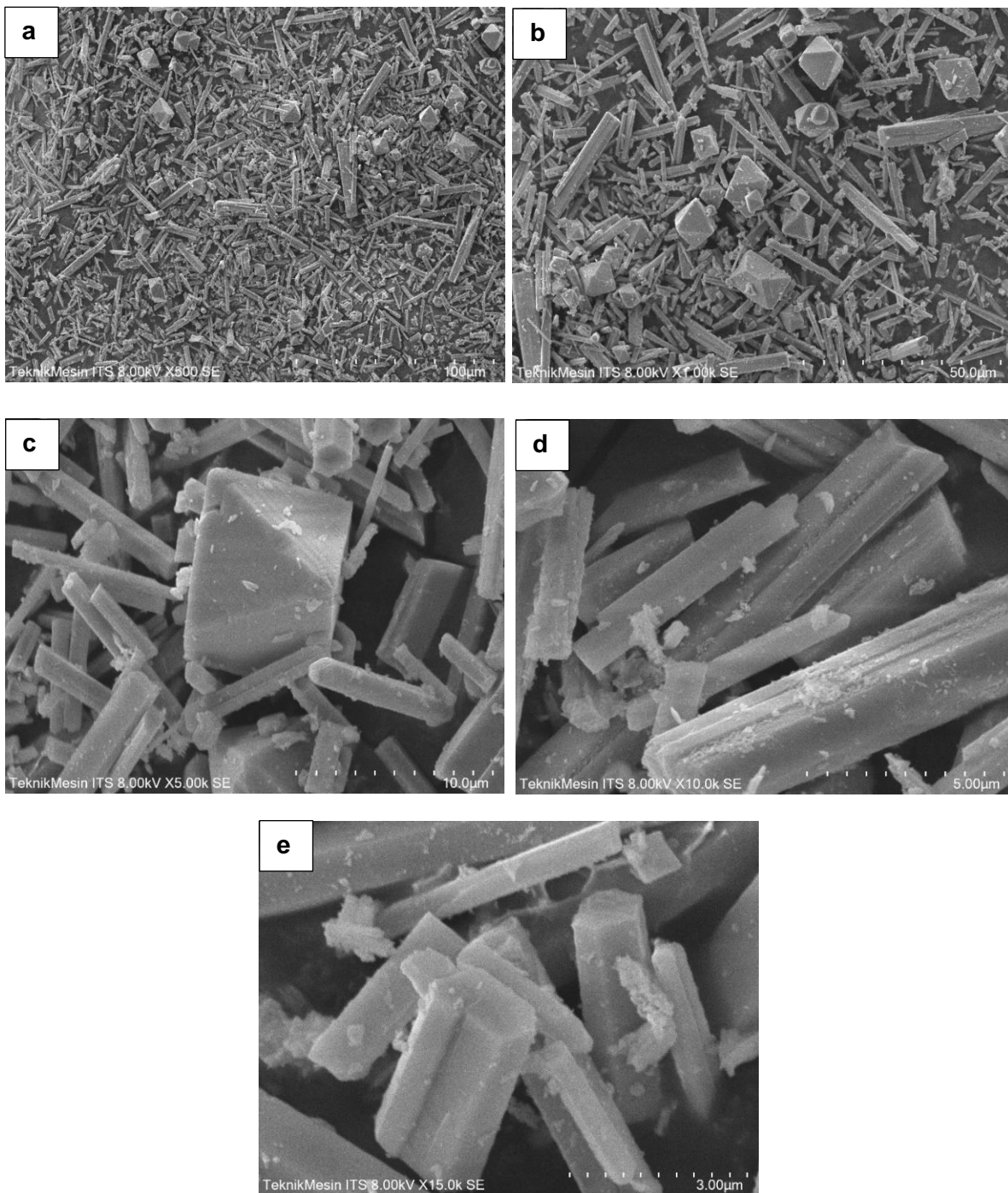
L.7.2 Gambar hasil *stacking* (menumpuk) secara manual antara difraktogram kompleks Ce(III)-BTC pada jurnal penelitian (Peng, et al., 2019) dengan difraktogram hasil sintesis variasi 15, 30, dan 45 menit



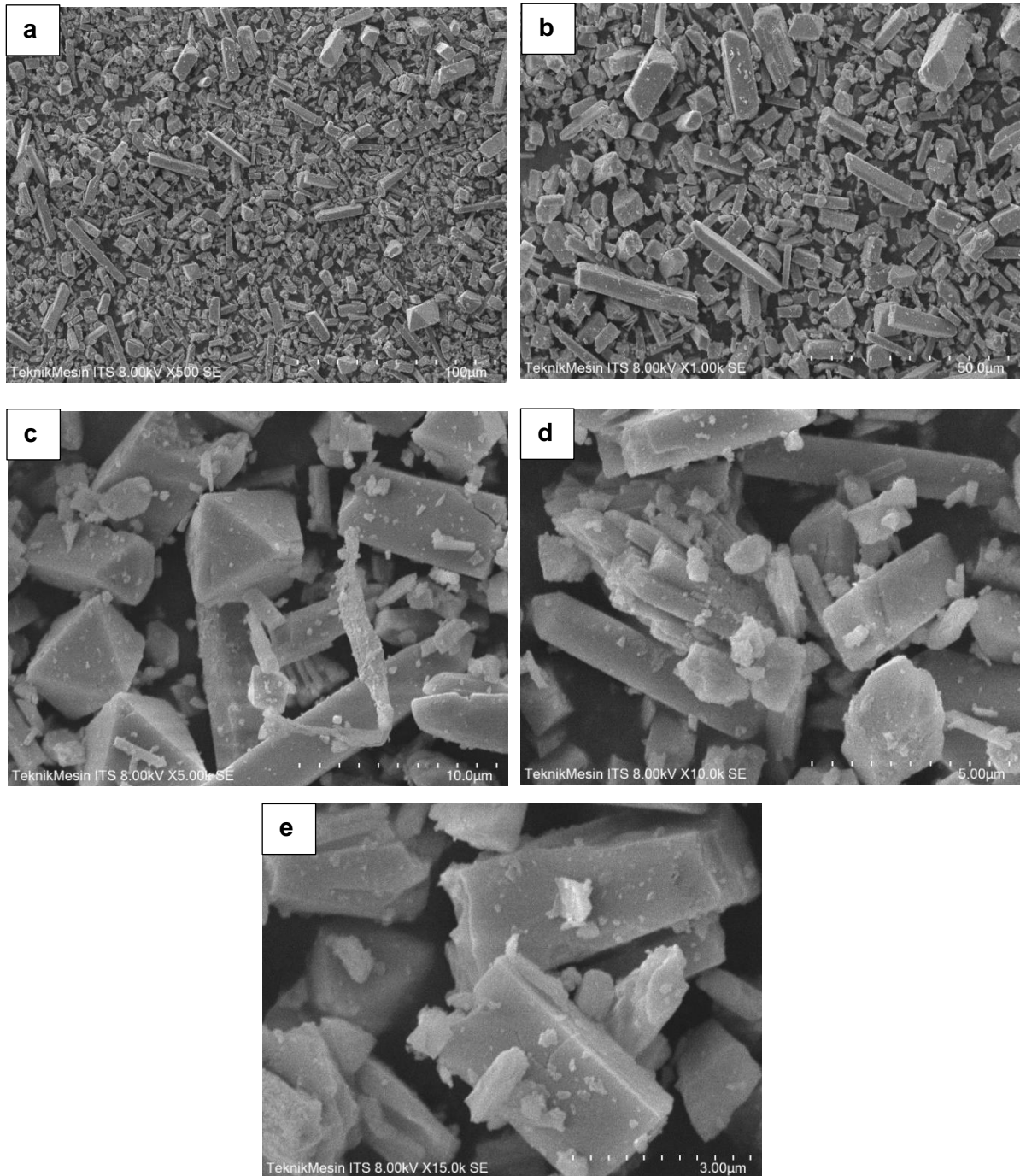
L.7.3 Hasil *stacking* (menumpuk) secara manual antara difraktogram kompleks Ce(III)-BTC pada jurnal penelitian (Almasi, et al., 2015) dengan jurnal penelitian (Peng, et al., 2019)



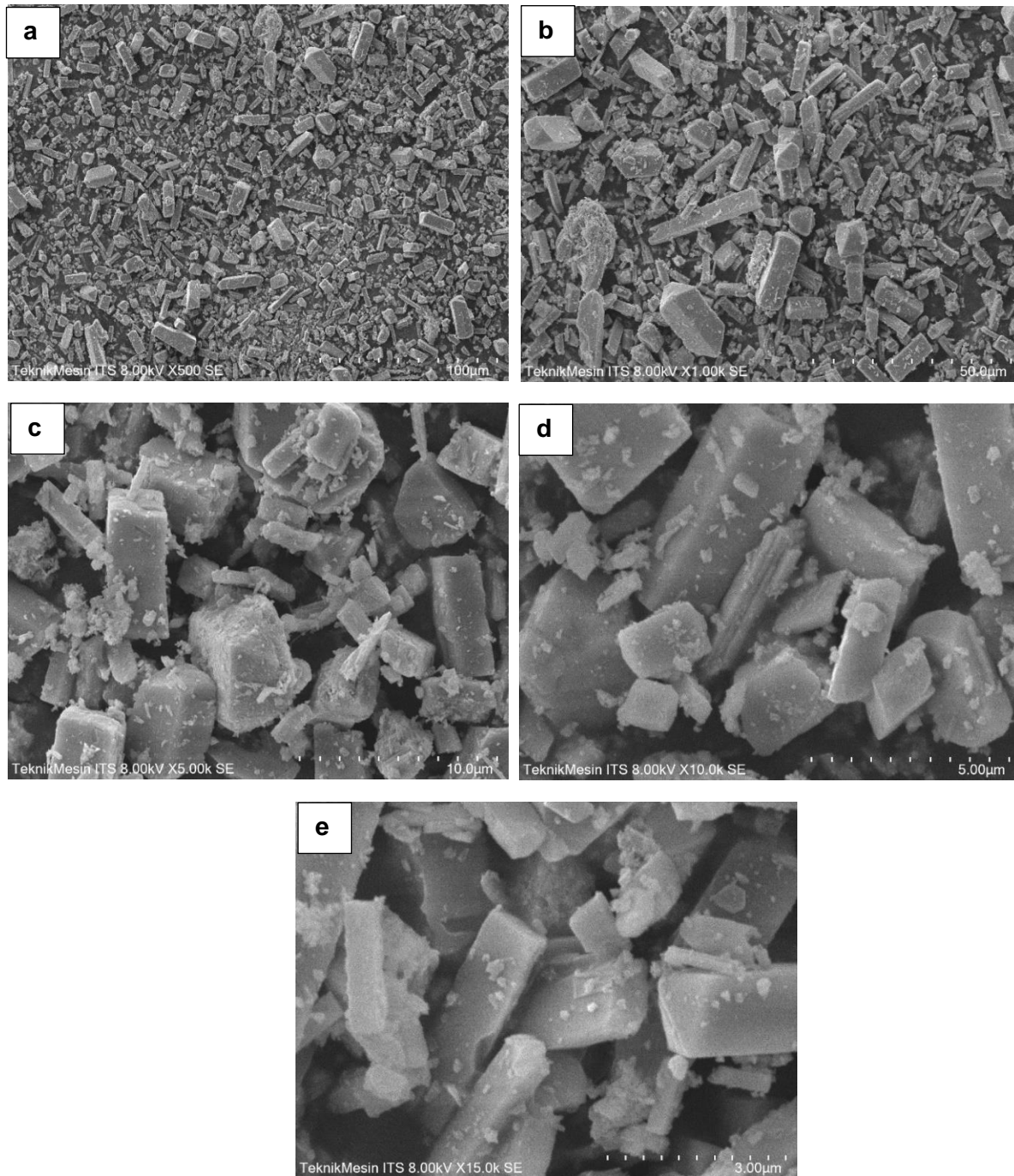
Gambar L.7.2 (a) Kompleks Ce(III)-BTC penelitian Peng, et al., (2019)
(b) Kompleks Ce(III)-BTC penelitian Almasi, et al., (2015)

Lampiran 8 Hasil Karakterisasi SEM**L8.1 Mikrograf SEM Kompleks Ce(III)-BTC Variasi Waktu Sonikasi 15 Menit**

Gambar L.8.1 Mikrograf SEM Kompleks Ce(III)-BTC Variasi Waktu Sonikasi 15 menit dengan Perbesaran (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x, (d) 10.000x, (e) 15.000x

L.8.2 Mikrograf SEM Kompleks Ce(III)-BTC Variasi Waktu Sonikasi 30 Menit

Gambar L.8.2 Mikrograf SEM Kompleks Ce(III)-BTC Variasi Waktu Sonikasi 30 menit dengan Perbesaran (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x, (d) 10.000x, (e) 15.000x

L.8.2 Mikrograf SEM Kompleks Ce(III)-BTC Variasi Waktu Sonikasi 30 Menit

Gambar L.8.3 Mikrograf SEM Kompleks Ce(III)-BTC Variasi Waktu Sonikasi 45 menit dengan Perbesaran (a) 500x, (b) 1000x, (c) 5000x, (d) 10.000x, (e) 15.000x

L.9.1 Variasi waktu 15 menit

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	18.20	35.33	163.67	7.15	0.1025	1.1968	0.4705	1.0000
O K	39.55	57.64	461.90	8.20	0.1476	1.1515	0.3242	1.0000
CeL	42.25	7.03	277.49	3.47	0.3389	0.7344	1.0920	1.0003

L.9.2 Variasi waktu 30 menit

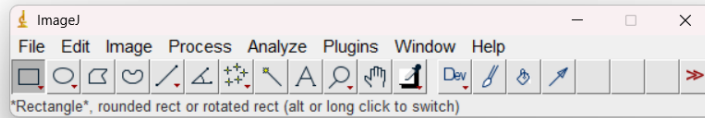
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	14.15	32.72	121.76	7.47	0.0809	1.2554	0.4553	1.0000
O K	32.67	56.73	387.97	8.17	0.1315	1.2085	0.3331	1.0000
CeL	53.19	10.55	342.21	3.15	0.4432	0.7749	1.0752	1.0002

L.9.3 Variasi waktu 45 menit

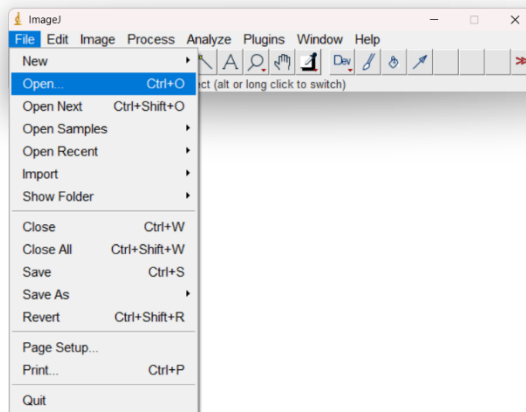
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	18.96	38.96	155.00	7.17	0.1090	1.2185	0.4716	1.0000
O K	34.23	52.80	344.93	8.45	0.1238	1.1728	0.3084	1.0000
CeL	46.81	8.24	277.84	3.46	0.3811	0.7498	1.0854	1.0002

Lampiran 10 Analisa SEM menggunakan Software *Image J*

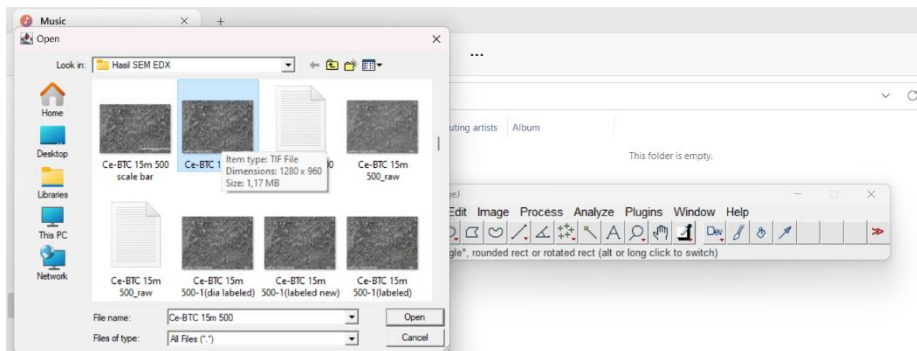
1. Install aplikasi *Image J* didesktop.
2. Setelah terinstall, buka aplikasi *Image J* dan akan muncul tampilan sebagai berikut:



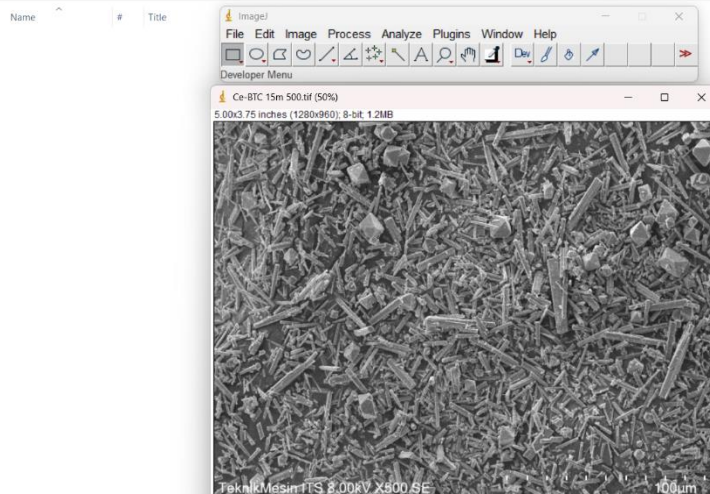
3. Buka gambar SEM yang akan dianalisis. Klik File → *Open*



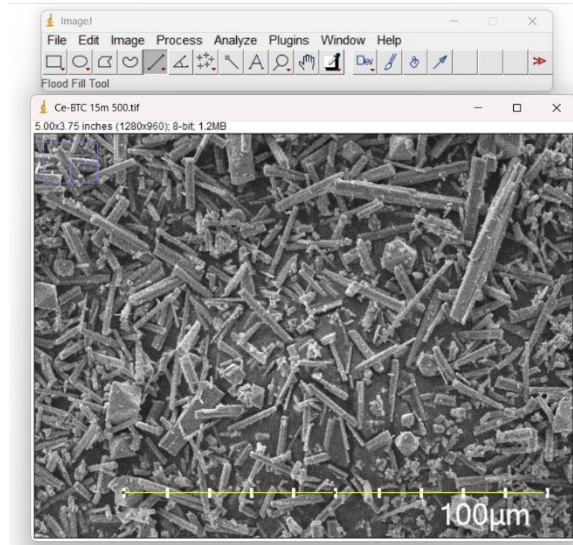
4. Pilih gambar SEM yang akan ditampilkan. Klik *Open*.



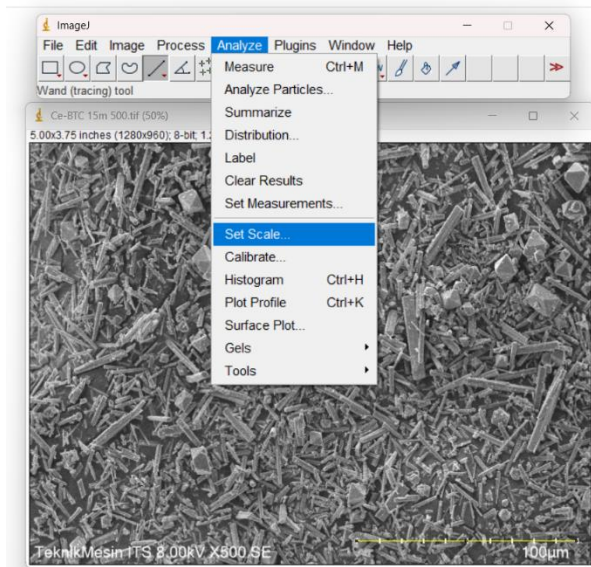
5. Tampilan akan berubah menjadi dua bagian yakni jendela aktif toolbar dan jendela aktif gambar SEM.



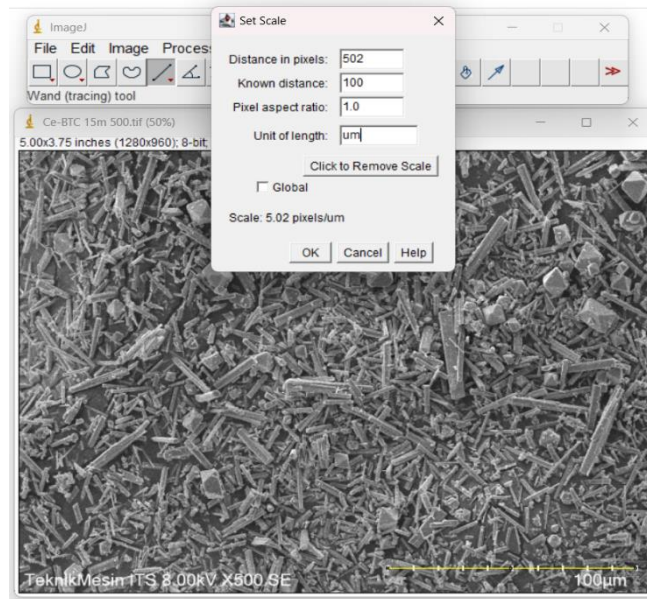
- Kemudian kalibrasi gambar SEM untuk mengatur ukuran bar yang akan ditampilkan oleh SEM sehingga dapat dideteksi. Klik *straight* → Buatlah garis yang sama panjangnya dengan bar SEM.



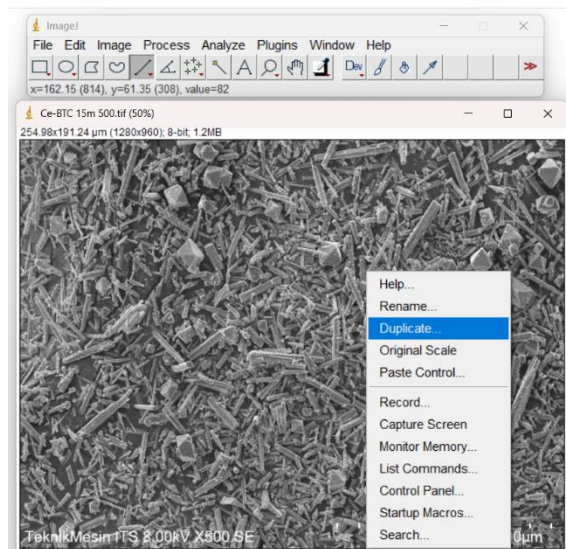
- Lalu Klik *Analyze* → *Set Scale*.



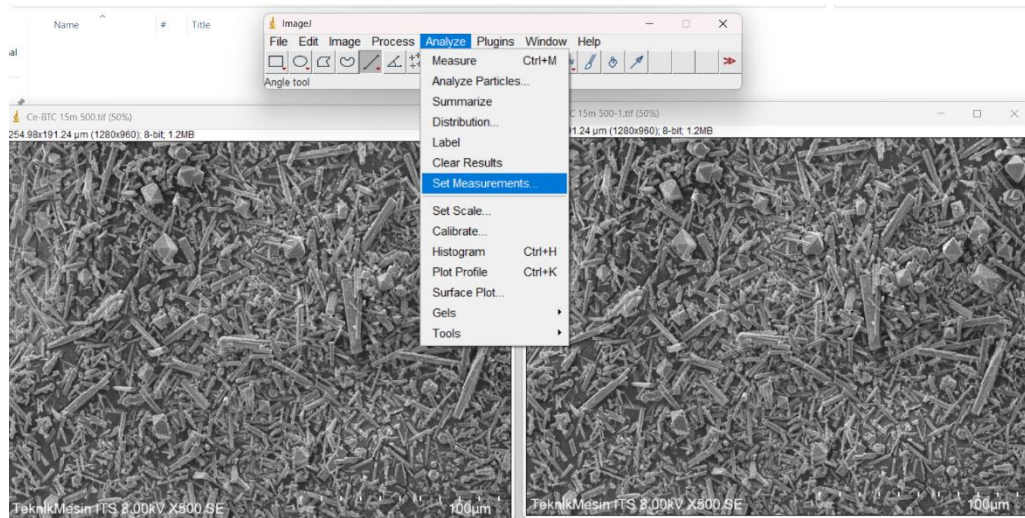
8. Setelah itu akan muncul jendela aktif Set Scale. Isi informasi pada kolom “*known distance*” untuk skala bar yang tertera pada gambar SEM dan “*unit of length*” untuk unit satuan yang digunakan (unit mikrometer atau μm). Klik OK.



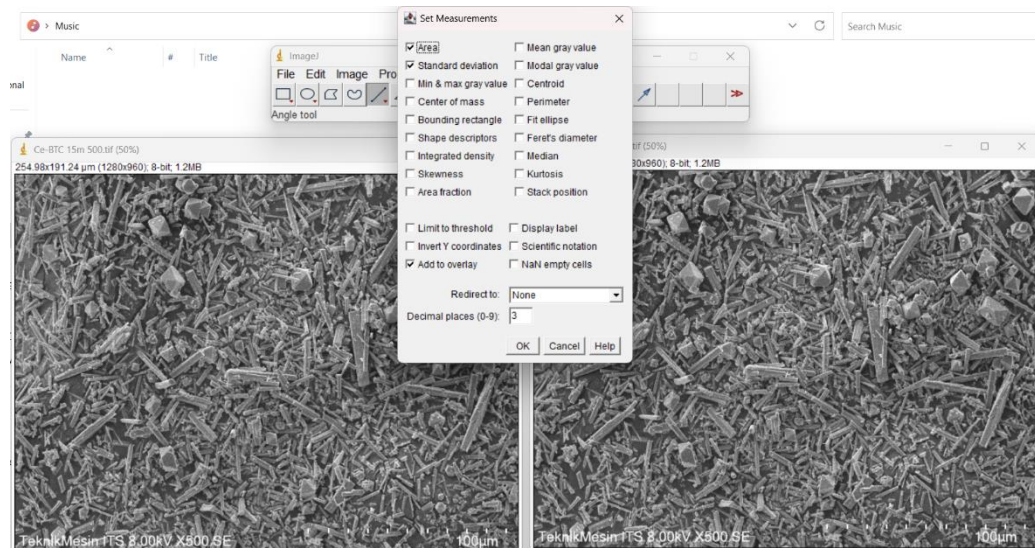
9. Klik kanan pada gambar, lalu pilih opsi *Duplicate* untuk menggandakan gambar SEM.



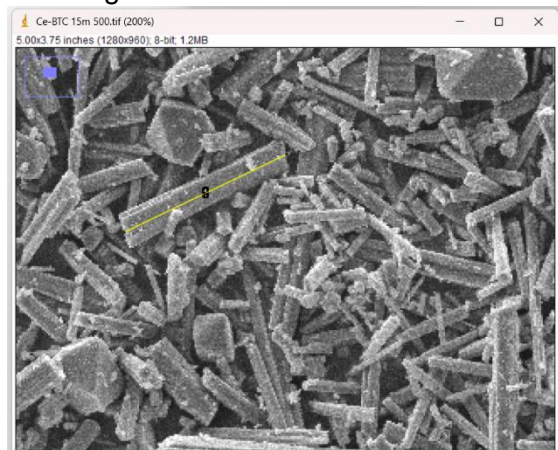
10. Klik *Analyze* → *Set Measurement*



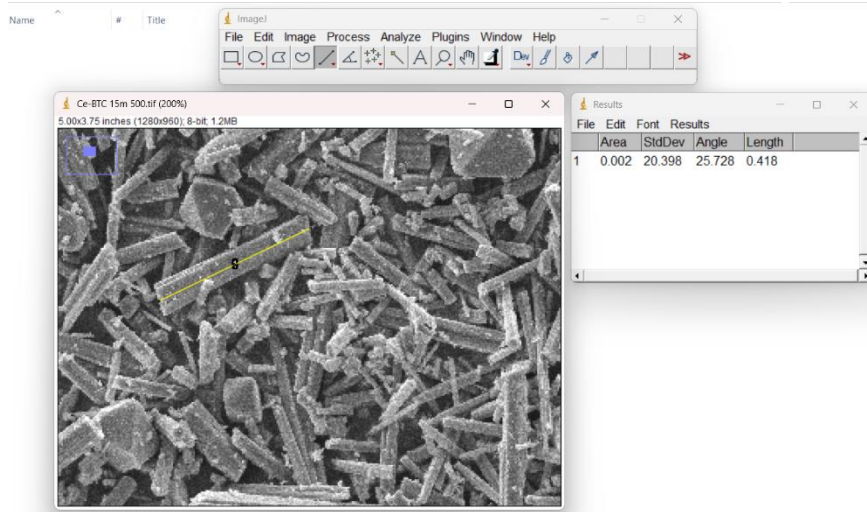
11. Pada set measurement pilih kolom *area*, *standard deviation*, dan *add to overlay* kemudian klik OK.



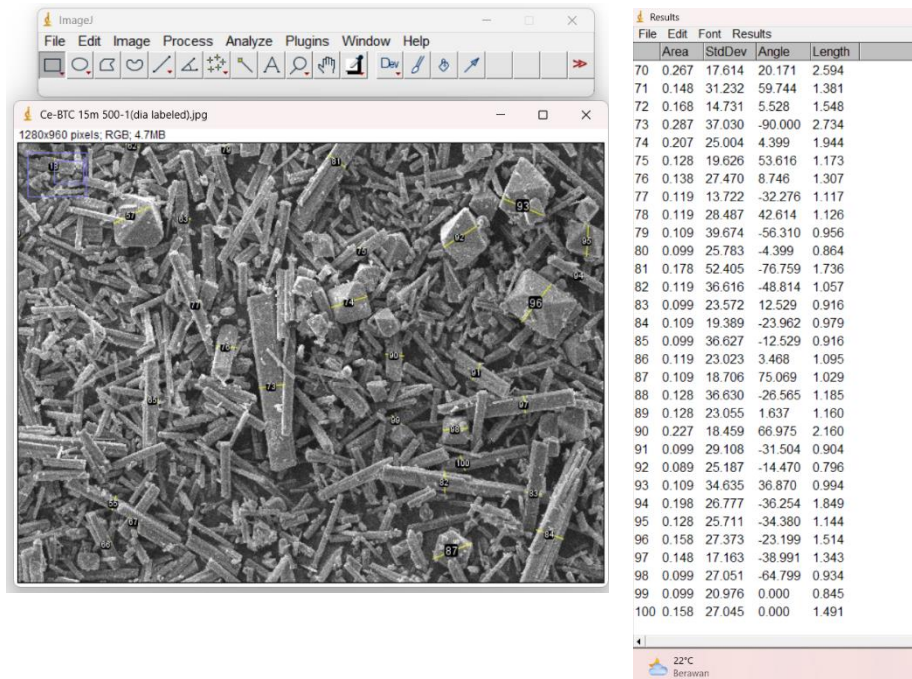
12. Selanjutnya adalah mengukur ukuran partikel dari gambar SEM. Perbesar gambar dengan klik CTRL → + secara bersamaan. Buat garis *straight*, pengukuran ditunjukkan oleh garis kuning.



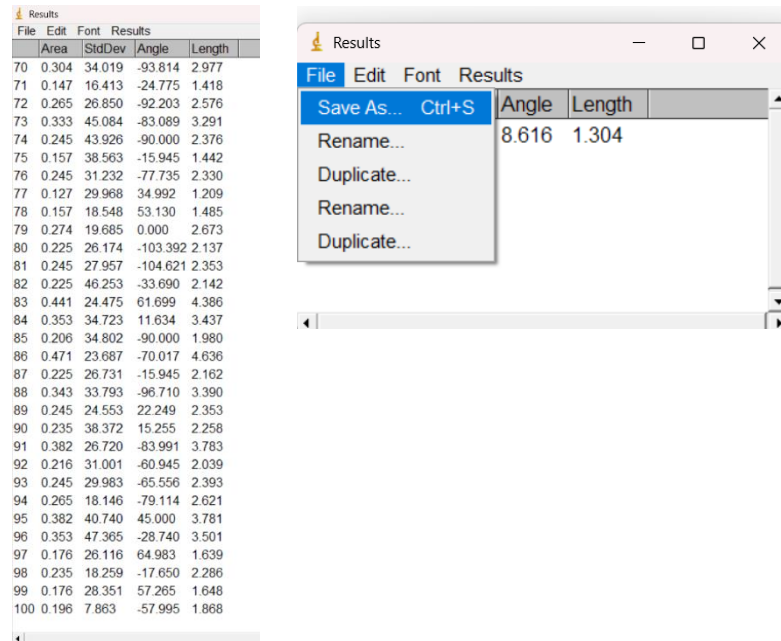
13. Klik *Analyze* → *measure* atau CTRL + M, maka akan muncul jendela aktif sebagai berikut:



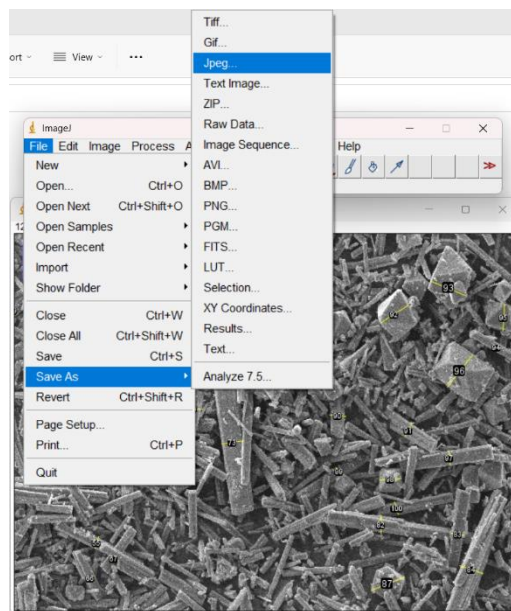
14. Untuk mendapatkan data yang lebih banyak atau mempresentasikan distribusi ukuran partikel secara homogen (asumsi), maka ulangi langkah 8 sesuai dengan jumlah data yang diinginkan. Pada penelitian ini saya menggunakan 100 data untuk objek partikelnya.



15. Simpan file 100 data tersebut dalam bentuk Ms.Excel. Klik File → Save As

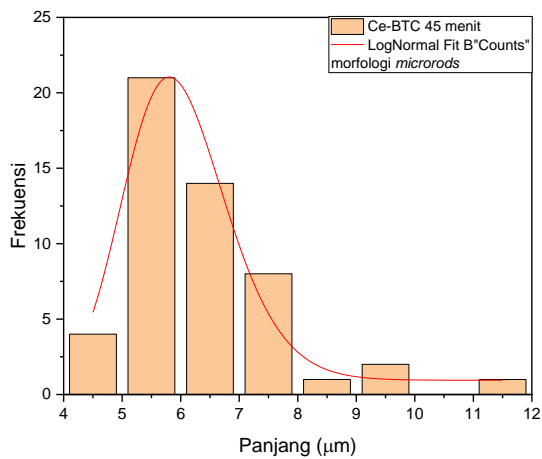
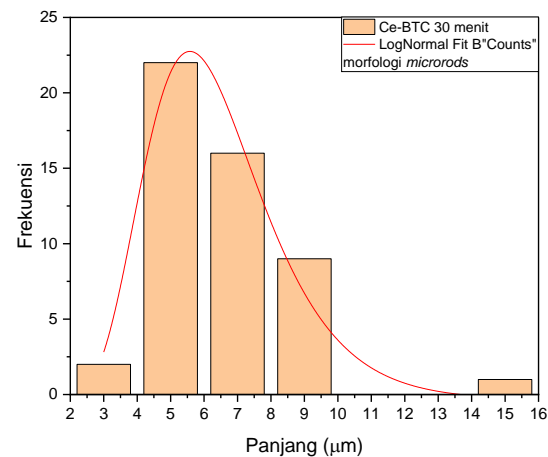
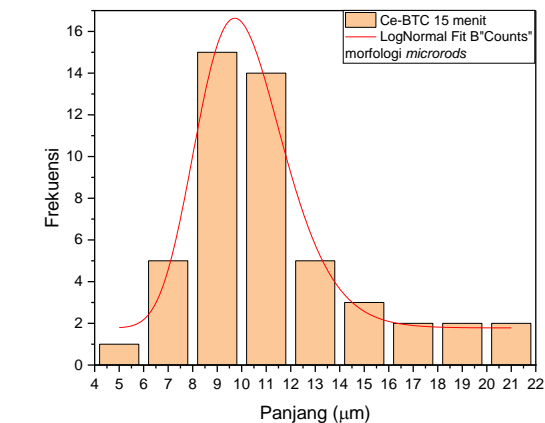


16. Simpan gambar SEM tersebut dalam bentuk JPEG. Klik File → Save As → Jpeg.



Lampiran 11 Analisa Distribusi Ukuran Partikel Hasil SEM

L.11.1 Distribusi Panjang Partikel Hasil SEM Morfologi *Microrods*



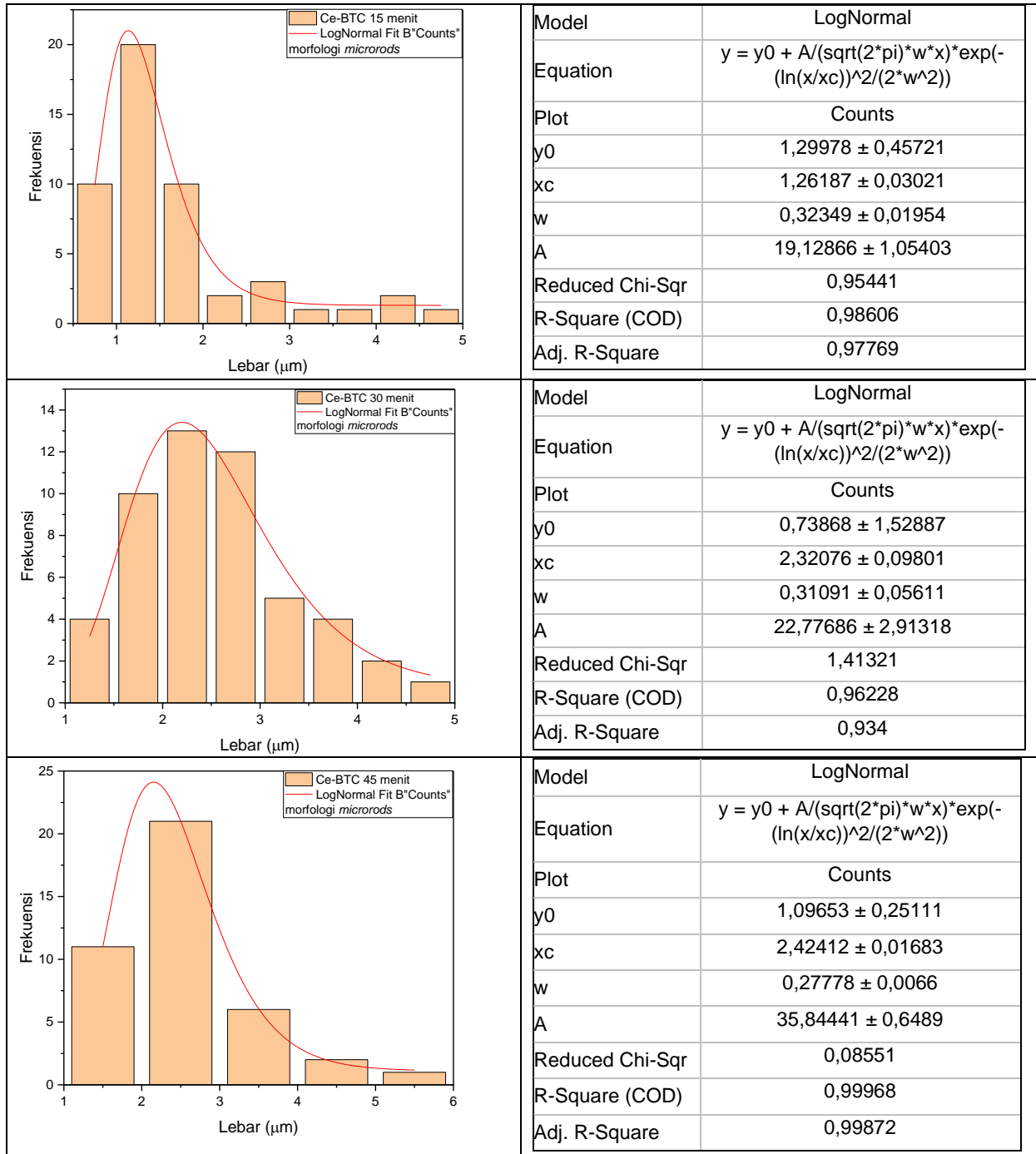
Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + A/(\sqrt{2\pi}) * w * x * \exp(-(\ln(x/x_c))^2 / (2 * w^2))$
Plot	Counts
y0	1,78059 ± 0,32133
xc	10,0347 ± 0,09106
w	0,17943 ± 0,01095
A	65,96544 ± 2,98872
Reduced Chi-Sqr	0,41356
R-Square (COD)	0,99086
Adj. R-Square	0,98538

Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + A/(\sqrt{2\pi}) * w * x * \exp(-(\ln(x/x_c))^2 / (2 * w^2))$
Plot	Counts
y0	-0,36098 ± 1,716
xc	6,14325 ± 0,22505
w	0,31117 ± 0,05287
A	105,49075 ± 10,734
Reduced Chi-Sqr	4,23525
R-Square (COD)	0,9729
Adj. R-Square	0,9458

Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + A/(\sqrt{2\pi}) * w * x * \exp(-(\ln(x/x_c))^2 / (2 * w^2))$
Plot	Counts
y0	0,94441 ± 1,11245
xc	5,93189 ± 0,10395
w	0,14713 ± 0,02081
A	43,50439 ± 4,69994
Reduced Chi-Sqr	4,1387
R-Square (COD)	0,95839
Adj. R-Square	0,92719

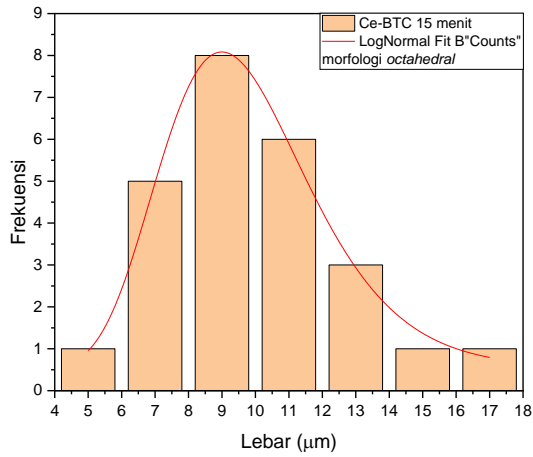
Gambar L.11.1 Distribusi Panjang Partikel Hasil SEM Morfologi *Microrods* Variasi Waktu Sonikasi (a) 15 menit, (b) 30 menit, dan (C) 45 menit

L.11.2 Distribusi Lebar Partikel Hasil SEM Morfologi *Microrods*

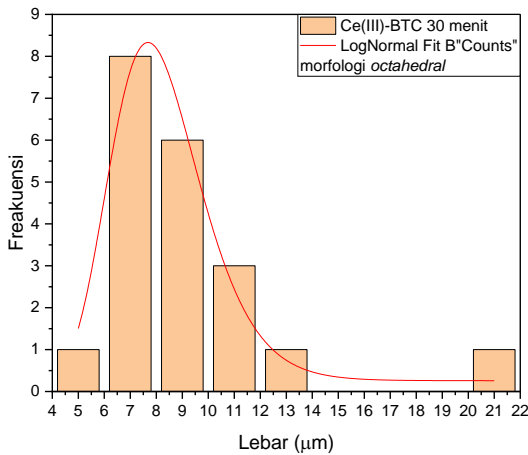


Gambar L.11.2 Distribusi Lebar Partikel Hasil SEM Morfologi *Microrods* Variasi Waktu Sonikasi (a) 15 menit, (b) 30 menit, dan (c) 45 menit

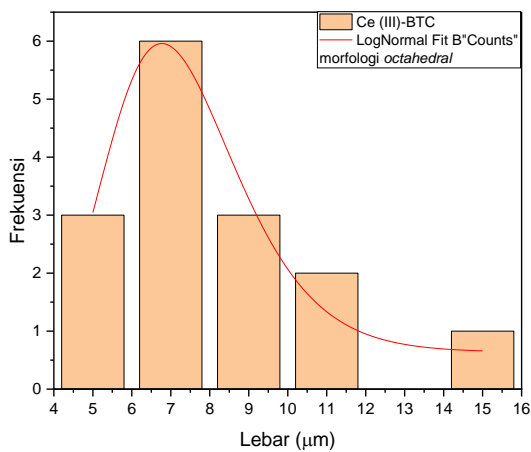
L.11.3 Distribusi Lebar Partikel Hasil SEM Morfologi *Octahedral*



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + A/(\sqrt{2\pi}) * w * x * \exp(-(\ln(x/x_c))^2 / (2 * w^2))$
Plot	Counts
y0	0,55215 ± 0,25599
xc	9,54147 ± 0,09906
w	0,24271 ± 0,01431
A	42,44879 ± 1,72775
Reduced Chi-Sqr	0,06848
R-Square (COD)	0,99569
Adj. R-Square	0,99139



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + A/(\sqrt{2\pi}) * w * x * \exp(-(\ln(x/x_c))^2 / (2 * w^2))$
Plot	Counts
y0	0,25794 ± 0,30658
xc	8,06974 ± 0,16037
w	0,22217 ± 0,02476
A	35,38824 ± 2,80821
Reduced Chi-Sqr	0,3652
R-Square (COD)	0,97297
Adj. R-Square	0,95675



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + A/(\sqrt{2\pi}) * w * x * \exp(-(\ln(x/x_c))^2 / (2 * w^2))$
Plot	Counts
y0	0,63669 ± 0,61819
xc	7,17454 ± 0,35428
w	0,24072 ± 0,04983
A	22,38101 ± 4,01424
Reduced Chi-Sqr	0,62272
R-Square (COD)	0,94207
Adj. R-Square	0,85518

Gambar L.11.2 Distribusi Lebar Partikel Hasil SEM Morfologi *Octahedral* Variasi Waktu Sonikasi (a) 15 menit, (b) 30 menit, dan (c) 45 menit

Lampiran 12. Perhitungan Rendemen

Rumus % Rendemen: $\frac{\text{Massa reaktan}}{\text{Massa produk}} \times 100\%$

1. Waktu 15 menit

$$(1) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.04} \times 100\% = 9.36\%$$

$$(2) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.04} \times 100\% = 9.36\%$$

$$(3) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.05} \times 100\% = 11.70\%$$

$$(4) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.06} \times 100\% = 14.04\%$$

$$(5) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.06} \times 100\% = 14.04\%$$

2. Waktu 30 menit

$$(1) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.07} \times 100\% = 16.38\%$$

$$(2) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.08} \times 100\% = 18.72\%$$

$$(3) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.06} \times 100\% = 18.72\%$$

$$(4) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.06} \times 100\% = 18.72\%$$

$$(5) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.10} \times 100\% = 23.41\%$$

3. Waktu 45 menit

$$(1) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.09} \times 100\% = 21.06\%$$

$$(2) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.10} \times 100\% = 23.41\%$$

$$(3) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.11} \times 100\% = 25.74\%$$

$$(4) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.12} \times 100\% = 28.09\%$$

$$(5) \% \text{ Rendemen} = \frac{0.4272}{0.19} \times 100\% = 44.47\%$$

Lampiran 13. Perhitungan Rasio Mol Berdasarkan Hasil EDX

1. Variasi 15 menit

$$a. O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 57,64 \text{ mol} = 921,67 \text{ g}$$

$$b. C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 35,33 \text{ mol} = 424,35 \text{ g}$$

$$c. Ce = Ar \times \% \text{ atomic} = 140,16 \text{ g/mol} \times 7,03 \text{ mol} = 985,32 \text{ g}$$

$$\text{Massa total} = 921,67 \text{ g} + 424,35 \text{ g} + 985,32 \text{ g} = 2332 \text{ g}$$

$$O = \frac{\text{massa O}}{\text{massa total}} = \frac{921,67 \text{ g}}{2332 \text{ g}} = 0,3952 \times 100\% = 39,55 \%$$

$$C = \frac{\text{massa C}}{\text{massa total}} = \frac{424,35 \text{ g}}{2332 \text{ g}} = 0,1820 \times 100\% = 18,20 \%$$

$$Ce = \frac{\text{massa Ce}}{\text{massa total}} = \frac{985,32 \text{ g}}{2332 \text{ g}} = 0,4225 \times 100\% = 42,25\%$$

Dari hasil %weight menunjukkan bahwa %atomic merupakan hasil mol dari setiap unsur, sehingga didapatkan perbandingan mol anatar unsur Ce:C:O adalah 1:5:8

2. Variasi 30 menit

$$a. O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 56,73 \text{ mol} = 907,11 \text{ g}$$

$$b. C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 32,72 \text{ mol} = 392,99 \text{ g}$$

$$c. Ce = Ar \times \% \text{ atomic} = 140,16 \text{ g/mol} \times 10,55 \text{ mol} = 1478,68 \text{ g}$$

$$\text{Massa total} = 907,11 \text{ g} + 392,99 \text{ g} + 1478,68 \text{ g} = 2779 \text{ g}$$

$$O = \frac{\text{massa O}}{\text{massa total}} = \frac{907,11 \text{ g}}{2779 \text{ g}} = 0,3264 \times 100\% = 32,67 \%$$

$$C = \frac{\text{massa C}}{\text{massa total}} = \frac{392,99 \text{ g}}{2779 \text{ g}} = 0,1414 \times 100\% = 14,15 \%$$

$$Ce = \frac{\text{massa Ce}}{\text{massa total}} = \frac{1478,68 \text{ g}}{2779 \text{ g}} = 0,5321 \times 100\% = 53,19 \%$$

Dari hasil %weight menunjukkan bahwa %atomic merupakan hasil mol dari setiap unsur, sehingga didapatkan perbandingan mol anatar unsur Ce:C:O adalah 1:3:5

3. Variasi 45 menit

$$a. O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 52,80 \text{ mol} = 844,272 \text{ g}$$

$$b. C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 38,96 \text{ mol} = 467,95 \text{ g}$$

$$c. Ce = Ar \times \% \text{ atomic} = 140,16 \text{ g/mol} \times 8,24 \text{ mol} = 1154,92 \text{ g}$$

$$\text{Massa total} = 844,272 \text{ g} + 467,95 \text{ g} + 1154,92 \text{ g} = 2467 \text{ g}$$

$$O = \frac{\text{massa O}}{\text{massa total}} = \frac{844,272 \text{ g}}{2467 \text{ g}} = 0,3423 \times 100\% = 34,23 \%$$

$$C = \frac{\text{massa C}}{\text{massa total}} = \frac{467,95 \text{ g}}{2467 \text{ g}} = 0,1896 \times 100\% = 18,96 \%$$

$$Ce = \frac{\text{massa Ce}}{\text{massa total}} = \frac{1154,92 \text{ g}}{2467 \text{ g}} = 0,4681 \times 100\% = 46,81 \%$$

Dari hasil %weight menunjukkan bahwa %atomic merupakan hasil mol dari setiap unsur, sehingga didapatkan perbandingan mol anatar unsur Ce:C:O adalah 1:4:6

Lampiran 14. Jadwal Pelaksanaan Penelitian Skripsi

JADWAL PELAKSANAAN PENELITIAN SKRIPSI

Nama / NIM	:	Rahma Fatimatuzzahro / 19630102
Nama Dosen Pembimbing Skripsi	:	Nur Aini, M.Si
Judul Skripsi	:	Sintesis Kompleks Cerium (III) Dengan Ligan 1,3,5-Benzenetrikarboksilat (H ₃ BTC) Menggunakan Metode Sonokimia

No	Kegiatan	Tanggal Kegiatan
1	Pelaksanaan seminar proposal skripsi	08 Mei 2023
2	Disetujui oleh pembimbing skripsi untuk perijinan masuk di laboratorium	22 Juni 2023
3	Disetujui oleh ketua laboratorium dan ketua prodi untuk perijinan masuk laboratorium	23 Juni 2023
4	Mulai masuk laboratorium untuk mengumpulkan data penelitian skripsi	10 Juli 2023
5	Mulai proses penulisan pembahasan hasil data penelitian skripsi	02 September 2023
6	Disetujui perijinan bebas tanggungan di laboratorium	
7	Mengikuti ujian komprehensif tulis bidang kimia dan status lulus	20 Juli 2023
8	Mengikuti ujian komprehensif tulis bidang agama dan status lulus	14 April 2023
9	Mendaftar seminar hasil	16 November 2023
10	Pelaksanaan seminar hasil	23 November 2023
11	Mendaftar ujian skripsi	06 November 2023
12	Pelaksanaan ujian skripsi	14 Desember 2023
13	Selesai revisi naskah setelah ujian skripsi	22 Desember 2023

Malang,
Mengetahui,
Dosen Pembimbing Skripsi

Nur Aini, M.Si
NIP. 198406082019032009

Lampiran 16. Rencana Anggaran Penelitian Skripsi

RENCANA ANGGARAN PENELITIAN SKRIPSI

Nama / NIM	:	Rahma Fatimatuzzahro / 19630102
Nama Dosen Pembimbing Skripsi	:	Nur Aini, M.Si
Judul Skripsi	:	Sintesis Kompleks Cerium (III) Dengan Ligan 1,3,5-Benzenetrikarboksilat (H ₃ BTC) Menggunakan Metode Sonokimia

No	Uraian	Merk	Jumlah	Satuan	Harga Satuan	Jumlah	Sumber Dana	Tempat Pembelian/ Analisa
1	Pembelian Logam Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O	Sigma Aldrich	-	-	-	-	Subsidi	-
2	Pembelian Ligan H ₃ BTC	Sigma Aldrich 1003380670	-	-	285.000	285.000	Mandiri	Sigma aldrich.com
3	Pembelian DMF	Merck 103053	600	mililiter	1.300	780.000	Mandiri	Shagufta laboratory
4	Pembelian Akuades	-	5	liter	1.000	5.000	Mandiri	Panadia
5	Pembelian Etanol 96%	-	1	liter	35.000	35.000	Mandiri	Panadia
6	Pembelian kertas saring	Whatman 42	30	biji	7.500	225.000	Mandiri	Nura Gemilang
7	Pembelian Tisu	NICE	5	pack	8.000	40.000	Mandiri	Nura Gemilang
7	Pembelian Aluminium foil	Klin pak	1	pack	8.000	8.000	Mandiri	Nura Gemilang
8	Pembelian Botol sampel	-	6	biji	1.000	6.000	Mandiri	Nura Gemilang
9	Karakterisasi XRD	-	3	sampel	278.000	834.000	Mandiri	Greenlabs Bandung
10	Karakterisasi SEM EDX	-	3	sampel	450.000	1.350.000	Mandiri	Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya