

**SINTESIS KOMPLEKS SERIUM (III) DENGAN LIGAN 1,3,5-BENZENATRIKARBOKSILAT
(H₃BTC) MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
RISTA DWI NUR FITRI
NIM.19630067



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

**SINTESIS KOMPLEKS SERIUM (III) DENGAN LIGAN 1,3,5-BENZENATRIKARBOKSILAT
(H₃BTC) MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL**

SKRIPSI

**Oleh:
RISTA DWI NUR FITRI
NIM. 19630067**

**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 KOMPLEKS SERIUM (III) DENGAN LIGAN 1,3,5-BENZENATRIKARBOKSILAT
(H₃BTC) MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
RISTA DWI NUR FITRI
NIM.19630067

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.19810811 200801 2 010

**SINTESIS KOMPLEKS SERIUM (III) DENGAN LIGAN 1,3,5-BENZENATRIKARBOKSILAT
(H₃BTC) MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
RISTA DWI NUR FITRI
NIM.19630067

**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 : Dr. Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

(.....)

Ketua Penguji : Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si
NIP. 19890527 201903 2 016

(.....)

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. 19810814 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rista Dwi Nur Fitri
NIM : 19630067
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis Kompleks Serium (III) Dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H_3BTC) Menggunakan Metode Solvotermal

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



Rista Dwi Nur Fitri
NIM. 19630067

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirabbil'amin, puji syukur kepada Allah Swt atas segala nikmat, ridho, dan ketentuannya yang telah menggariskan takdir terbaik dari untaian harapan yang selalu dipanjatkan sehingga skripsi yang masih jauh dari kata sempurna ini dapat terselesaikan dengan baik.

Lantunan Al-Fatihah yang turut serta diiringi dengan shalawat serta do'a saya persembahkan karya tulisan sederhana ini untuk kedua orang tua saya. Bapak Samugi & Almh. Ibu Sumiatin yang selalu mendukung dan mengiringi setiap langkah yang saya ambil. Terima kasih atas segala nasihat, dukungan dan kepercayaan yang tak terhingga sehingga karya tulisan sederhana dapat terselesaikan dengan baik.

Untuk kakak saya, yang terus percaya dan mendukung untuk hidup saya terutama dalam menyelesaikan skripsi ini. Dan keluarga besar yang selalu memberikan dukungan dan nasihat dalam proses pengerjaan skripsi. Serta sahabat SMP saya yaitu Ziza, Riris, dan Anls yang selalu menemani saya baik dalam keadaan susah maupun bahagia dalam proses pengerjaan skripsi.

Untuk para dosen serta laboran program studi kimia UIN Malang yang telah memberikan ilmu, wawasan dan pengalaman kepada saya. Terutama untuk Ibu Nur Aini, M.Si selaku pembimbing yang selalu memberikan pelajaran berharga, nasihat, dan kesabaran selama proses bimbingan serta Bapak Dr. Tri Kustono Adi, M.Sc selaku pembimbing agama yang selalu sabar dalam membimbing agama untuk skripsi ini. Ibu Dr. Suci Amalia, M.Sc dan Ibu Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si selaku dosen penguji yang sabar memberikan bimbingan, arahan, nasihat dalam pembenahan skripsi sehingga dapat terselesaikan dengan baik.

Untuk seluruh teman-teman yang telah memberikan informasi, bantuan, dan motivasi. Khususnya 3 muskeeters yaitu Rahma dan Deby yang selalu ada mendampingi, memberikan bantuan, dan memotivasi selama proses penyelesaian skripsi serta anak bimbingan bu Ai yang selalu membantu dalam pengerjaan skripsi. Semoga segala kebaikan yang sudah diberikan kepada saya kelak akan kembali ke kalian semua.

Tak lupa untuk diri saya sendiri yang tidak menyerah selama proses pengerjaan skripsi ini yang tentunya tidak mudah. Semoga dengan adanya skripsi ini membuat saya menjadi lebih banyak belajar dalam hal akademik maupun kehidupan.

MOTTO

"You are strong, you are strong even before you know you are strong"

-Syabda Perkasa Belawa-

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, selawat serta salam kita haturkan kepada baginda kita yakni Nabi Muhammad SAW. yang telah memberikan suri tauladan kepada umatnya, sehingga dalam proses penulisan proposal penelitian 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 Muhammada SAW. Amin.

Skripsi yang berjudul **“Sintesis Kompleks Serium (III) dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat Menggunakan Metode Solvotermal”** dibuat untuk mengikuti memenuhi. Proposal penelitian ini 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. Zainnudin, M.A., selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M. Si, selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Nur Aini, M.Si, selaku dosen pembimbing karena atas bimbingan, pengarahan, dan kesabarannya penulisan laporan seminar hasil ini dapat terselesaikan.
5. Bapak Tri Kustono Adi, M.Sc, selaku dosen pembimbing agama yang selalu memberikan arahan dan nasehat dalam penyelesaian proposal penelitian ini pada bagian integrasi sains dan islam.
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. Kedua orang tua dan teman-teman yang selalu mendukung dan memotivasi.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun dari berbagai pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana pembuka ilmu pengetahuan baru, bermanfaat bagi kita semua dan untuk peradaban yang akan datang, Aamiin.

Malang, 20 Desember 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	v
HALAMAN PERNYATAAN	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	ix
MOTTO	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR LAMPIRAN	xxiii
ABSTRAK	xxv
ABSTRACT	xxv
ملخص البحث	xxvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Sintesis Kompleks sebagai <i>Drug Delivery System</i> (DDS)	5
2.2 Kompleks dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H ₃ BTC)	6
2.3 Kompleks Logam Serium (III) dengan Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H ₃ BTC)	8
2.4 Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC dengan Metode Solvotermal	12
BAB III METODE PENELITIAN	15
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	15
3.2 Alat	15
3.3 Bahan	15
3.4 Rancangan Penelitian	15
3.5 Tahapan Penelitian	16
3.6 Prosedur Kerja	16
3.6.1 Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC (100 ^o C)	16
3.6.2 Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC (130 ^o C)	16
3.7 Karakteristik dan Analisis Data Kompleks Ce(III)-BTC	16
3.7.1 Karakteristik dan Analisis Data Kompleks Ce(III)-BTC dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	16
3.7.2 Karakteristik dan Analisis Data Kompleks Ce(III)-BTC dengan <i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX)	17
3.7.3 Karakteristik dan Analisis Data Kompleks Ce(III)-BTC dengan <i>UV-Vis</i> <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (UV-Vis DRS)	17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	19
4.1 Hasil Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan Metode Solvotermal	19
4.2 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis	21
4.2.1 Hasil Karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan XRD <i>Powder</i>	21
4.2.2 Hasil Karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan SEM-EDX	25
4.2.3 Hasil Karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan UV-Vis DRS	29
4.3 Tinjauan Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC dalam Perspektif Islam	31

BAB V PENUTUP	35
5.1 Kesimpulan	35
5.2 Saran.....	35
DAFTAR PUSTAKA	37
LAMPIRAN	43

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Penelitian sintesis ligan BTC dengan logam tanah jarang dan transisi yang berhasil dilakukan	7
Tabel 2.2 Penelitian sintesis Ce(III)-BTC dengan metode solvotermal yang telah berhasil dilakukan	13
Tabel 4.1 Massa padatan kompleks Ce(III)-BTC yang diperoleh	20
Tabel 4.2 Puncak XRD Ce(III)-BTC hasil sintesis dengan standar	23
Tabel 4.3 Data kristalografi kompleks Ce(III)-BTC menggunakan metode Le Bail	25
Table 4.4 Hasil perhitungan ukuran kristal dan derajat kristalinitas Ce(III)-BTC	26
Tabel 4.5 Persentase unsur-unsur senyawa penyusun Ce(III)-BTC hasil EDX	29
Table 4.6 Nilai energi celah pita pada kompleks Ce(III)-BTC	32

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Ilustrasi pelepasan obat oleh MOF	5
Gambar 2.2	Struktur 1,3,5-benzotrikarboksilat atau H ₃ BTC	6
Gambar 2.3	Pola koordinasi ligan 1,3,5-benzotrikarboksilat dengan logam lantanida.....	7
Gambar 2.4	Struktur kompleks Ce(III)-BTC.....	8
Gambar 2.5	Struktur kompleks La-BTC.....	9
Gambar 2.6	Pola difraksi sinar-X senyawa kompleks Ce (III) dengan ligan 1,3,5- benzenatrikarboksilat (H ₃ BTC)	10
Gambar 2.7	Pola XRD pada sintesis kompleks logam Ce(III) dengan ligan 1,3,5- benzenatrikarboksilat (H ₃ BTC)	10
Gambar 2.8	Hasil SEM kompleks Ce(III)-BTC	11
Gambar 2.9	Spektra UV-Vis DRS (a) Ce(III)-BTC (b) Ce(III)-BTC setelah bereaksi.....	12
Gambar 2.10	Diagram skematik yang menunjukkan sintesis dengan metode solvotermal ..	13
Gambar 2.11	Mekanisme pengaruh penambahan pelarut pada sintesis NH ₂ -MIL-53(Al)	14
Gambar 4.1	(a) Produk setelah proses solvotermal; (b) Produk setelah pengeringan.....	20
Gambar 4.2	(a) Produk hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu 100 ⁰ C; (b) Produk hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu 130 ⁰ C	20
Gambar 4.3	Pola difraksi sinar-X hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC dengan variasi suhu yang berbeda.....	22
Gambar 4.4	Penumpukan pola difraksi XRD standar Ce(III)-BTC penelitian (a) Peng, dkk., 2019, (b) Zhang, dkk., 2018, (c) Almasi, dkk., 2014.....	22
Gambar 4.5	Plot hasil refinement kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu 100 ⁰ C.....	24
Gambar 4.6	Plot hasil refinement kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu 130 ⁰ C.....	24
Gambar 4.7	Mikrograf SEM Ce(III)-BTC 100 ⁰ C dengan perbesaran (a) 500x; (b) 1000x; (c) 5000x; (d) 1000x; (e) 15000x.....	26
Gambar 4.8	Mikrograf SEM Ce(III)-BTC 100 ⁰ C dengan perbesaran (a) 500x; (b) 1000x; (c) 5000x; (d) 1000x; (e) 15000x.....	27
Gambar 4.9	Distribusi diameter dan panjang partikel Ce(III)-BTC yang disintesis menggunakan variasi suhu (a) diameter 100 ⁰ C, (b) diameter 130 ⁰ C, (c) panjang 100 ⁰ C, dan (d) panjang 130 ⁰ C	28
Gambar 4.10	Hasil EDX Ce(III)-BTC dengan variasi suhu (a) 100 ⁰ C dan (b) 130 ⁰ C.....	29
Gambar 4.11	Spektra DRS hubungan panjang gelombang (sumbu x) dan % reflektansi (sumbu y) pada kompleks Ce(III)-BTC.....	30
Gambar 4.12	Spektra DRS hubungan F(R) dengan panjang gelombang Ce(III)-BTC dengan variasi suhu	31
Gambar 4.13	Spektra DRS energi celah pita kompleks Ce(III)-BTC	32

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir.....	43
Lampiran 2. Perhitungan	44
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD	45
Lampiran 4. Perhitungan Ukuran Kristal dan Derajat Kristalinitas Ce(III)-BTC	51
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX	52
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS	59
Lampiran 7. Rincian Anggaran Pembelanjaan Skripsi	61

ABSTRAK

Fitri, Rista Dwi Nur. 2023. **Sintesis Kompleks Serium (III) dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H₃BTC) Menggunakan Metode Solvotermal**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Dosen Pembimbing I: Nur Aini, M.Si; Dosen Pembimbing II: Dr. Tri Kustono Adi, M,Sc

Kata kunci : *Drug Delivery Sistem*, MOF, Solvotermal

Drug delivery system (DDS) atau sistem penghantaran obat adalah formulasi yang digunakan untuk memasukan obat ke dalam tubuh secara aman. Material yang dapat digunakan sebagai penghantar obat adalah kompleks polimer MOF. Salah satu material MOF yang dapat digunakan adalah kompleks Ce(III)-BTC. Ce(III)-BTC disintesis menggunakan metode solvotermal dengan variasi suhu pemanasan 100^oC dan 130^oC selama 24 jam. Karakter struktur dan mikrostruktur pada material hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrument XRD, SEM-EDX, serta UV-Vis DRS. Data XRD dianalisis dengan ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) untuk reaktan pada senyawa kompleks untuk mendapatkan struktur kristal. Data SEM-EDX berupa morfologi dianalisis lebih lanjut menggunakan *software image-J* untuk mendapatkan distribusi ukuran partikel serta data UV-Vis DRS dianalisis menggunakan persamaan Kubelka-Munk untuk mendapatkan energi celah pita.

Hasil yang diperoleh pada kompleks Ce(III)-BTC dengan variasi suhu berbentuk serbuk putih dengan sedikit kristal, dimana pada suhu 130^oC diperoleh massa yang lebih tinggi dibandingkan pada suhu 100^oC. Karakterisasi XRD menunjukkan adanya perubahan suhu mengakibatkan perubahan struktur. Hasil karakterisasi SEM-EDX menunjukkan bahwa rata-rata diameter dan panjang partikel pada suhu 100^oC adalah 5,15 μ m dan 20,47 μ m sedangkan pada suhu 130^oC sebesar 5,37 μ m dan 17,01 μ m serta unsur penyusun kompleks Ce(III)-BTC berupa Ce, O, dan C. Analisis UV-Vis DRS terhadap Ce(III)-BTC diperoleh energi celah pita masing-masing pada suhu 100^oC dan 130^oC sebesar 3,13 dan 3,12 eV dengan panjang gelombang 396,4 dan 397,7 nm.

ABSTRACT

Fitri, Rista Dwi Nur. 2023. **Synthesis of Complex Cerium (III) with 1,3,5-Benzenetricarboxylate (H₃BTC) Ligand Using Solvothermal Method**. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Nur Aini, M.Si; Supervisor II: Dr. Tri Kustono Adi, M.Sc

Keywords: *Drug delivery system*, MOF, Solvothermal

A drug delivery system (DDS) is a formulation used to safely enter drugs into the body. Materials that can be used as drug delivery are MOF polymer complexes. One of the MOF materials that can be used is the Ce(III)-BTC complex. Ce(III)-BTC was synthesized using the solvothermal method with variations in heating temperature of 100^oC and 130^oC for 24 hours. The structural and microstructural characters of the synthesized material were then characterized using XRD, SEM-EDX, and UV-Vis DRS instruments. XRD data were analyzed using ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) for reactants in complex compounds to obtain crystal structures. SEM-EDX data in the form of morphology was further analyzed using image-J software to obtain particle size distribution and UV-Vis DRS data were analyzed using the Kubelka-Munk equation to obtain band gap energy.

The results obtained from the Ce(III)-BTC complex with varying temperatures were in the form of a white powder with few crystals, where at a temperature of 130^oC a higher mass was obtained than at a temperature of 100^oC. XRD characterization shows that changes in temperature result in structural changes. SEM-EDX characterization results show that the average particle diameter and length at a temperature of 100^oC is 5.15 μm and 20.47 μm while at a temperature of 130^oC it is 5.37 μm and 17.01 μm and the constituent elements of the Ce(III)-BTC complex is in the form of Ce, O, and C. DRS UV-Vis analysis of Ce(III)-BTC obtained band gap energies at temperatures of 100^oC and 130^oC respectively of 3.13 and 3.12 eV with wavelengths of 396.4 and 397.7 nm.

ملخص البحث

فتري، ريستا ديوي نور. ٢٠٢٣. تخليق مركب السيريوم (الثالث) مع روابط ١،٣،٥- بنزينتريكاربوكسييلات (BTC₃H) باستخدام طريقة سولفوثيرم. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: نور عيني، الماجستير؛ المشرف الثاني: الدكتور تري كوستونو أدي، الماجستير

الكلمات الرئيسية: نظام توصيل الدواء، MOF، سولفوثيرم

نظام توصيل الدواء (DDS) أو نظام توصيل الدواء هو تركيبة تستخدم للدخول الآمن للأدوية إلى الجسم. المواد التي يمكن استخدامها كموصل للأدوية هي مركب بوليمر MOF واحدة من مواد MOF التي يمكن استخدامها هي مجمع Ce(III)-BTC. تم تصنيع Ce(III)-BTC باستخدام طريقة سولفوثيرم مع تغيرات درجة حرارة التسخين ١٠٠ درجة مئوية و ١٣٠ درجة مئوية لمدة ٢٤ ساعة. تم توصيف الخصائص الهيكلية والمجهرية للمادة المركبة باستخدام أجهزة DRS XRD و SEM-EDX و UV-VIS. تم تحليل بيانات XRD باستخدام ICSD (قاعدة بيانات بنية البلورة غير العضوية) للمواد المتفاعلة في المركبات المعقدة للحصول على بنية بلورية. تم تحليل البيانات المورفولوجية SEM-EDX بشكل أكبر باستخدام برنامج الصورة-J للحصول على توزيع حجم الجسيمات وتم تحليل بيانات DRS للأشعة المرئية وفوق البنفسجية باستخدام معادلة كوبيلكا-مونك للحصول على طاقة فجوة النطاق.

النتائج التي تم الحصول عليها في مركب Ce(III)-BTC مع تغيرات في درجات الحرارة على شكل مسحوق أبيض مع عدد قليل من البلورات، حيث عند درجة حرارة ١٣٠ درجة مئوية يتم الحصول على كتلة أعلى من ١٠٠ درجة مئوية. يظهر توصيف XRD تغيراً في درجة الحرارة مما يؤدي إلى تغيير في الهيكلي. أظهرت نتائج توصيف SEM-EDX أن متوسط قطر وطول الجسيمات عند ١٠٠ درجة مئوية كان ٥.١٥ ميكرومتر و ٢٠.٤٧ ميكرومتر بينما عند ١٣٠ درجة مئوية كانت ٥.٣٧ ميكرومتر و ١٧.٠١ ميكرومتر والعناصر المكونة لمركب Ce(III)-BTC هي Ce و C و O حصل تحليل DRS للأشعة المرئية وفوق البنفسجية ل Ce(III)-BTC على طاقة فجوة النطاق عند ١٠٠⁰ C و ١٣٠⁰ C على التوالي من ٣.١٣ و ٣.١٢ eV بأطوال موجية ٣٩٦.٤ و ٣٩٧.٧ نانومتر.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah SWT berfirman dalam Al-Quran surat Al-Baqarah ayat 29:

هُوَ الَّذِي خَلَقَ لَكُمْ مَّا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا ثُمَّ اسْتَوَىٰ إِلَى السَّمَاءِ فَسَوَّاهُنَّ سَبْعَ سَمَاوَاتٍ ۗ وَهُوَ بِكُلِّ شَيْءٍ عَلِيمٌ

Artinya : “Dialah (Allah) yang menciptakan segala apa yang ada di bumi untukmu kemudian Dia menuju ke langit, lalu Dia menyempurnakannya menjadi tujuh langit. Dan Dia Maha Mengetahui segala sesuatu.” (QS. Al-Baqarah: 29).

Menurut Hamka (1989) pada awal ayat ini menunjukkan betapa besarnya Allah menciptakan bumi beserta isinya untuk manusia. Seperti air yang mengalir, lautan yang terbentang, kayu yang tumbuh di hutan, binatang ternak, dan masih banyak lagi. Bahkan jika bumi digali juga akan terdapat kekayaan yang melimpah seperti minyak tanah, mangan, uranium, besi dan segala macam logam yang hendaknya dimanfaatkan oleh manusia dengan sebaik-baiknya. Segala kenikmatan tersebut dimanfaatkan menggunakan alat yang telah diberi oleh Allah berupa akal dan ilmu. Salah satu pemanfaatan terhadap berbagai kenikmatan Allah terutama logam yaitu dapat dimanfaatkan sebagai *drug delivery system* atau sistem penghantaran obat. Perkembangan zaman yang semakin pesat meningkatkan berbagai inovasi terutama dalam bidang obat-obatan yaitu salah satunya dengan memanfaatkan logam yang ada di bumi sebagai salah satu bahan utama untuk membentuk senyawa kompleks yang dikembangkan menjadi MOF sebagai sistem penghantaran obat.

Drug delivery system (DDS) atau yang sering disebut sistem penghantaran obat dibutuhkan untuk meningkatkan efisiensi dan mengurangi efek samping dari obat tersebut. Sistem ini harus mempertimbangkan obat tersebut masuk ke dalam tubuh mencapai area yang dibutuhkan serta mempertimbangkan cara obat di metabolisme oleh tubuh. Dosis yang tepat diperlukan agar *drug delivery* tersebut dapat masuk ke dalam tubuh (Bhownik, dkk., 2012). Beberapa material yang dapat digunakan sebagai *drug delivery* adalah polimer, zeolit, silica mesopori dan material baru MOF (*Metal Organic Framework*) yang merupakan senyawa kompleks (Winarti, 2013).

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang akan menyumbangkan elektronnya kepada atom pusat. Ion logam pusat dapat berasal dari logam transisi, alkali, maupun logam tanah jarang (Male, dkk., 20130). Senyawa kompleks dapat dikembangkan menjadi material MOF (*Metal Organic Framework*) yang dapat terbentuk melalui koodinasi ion logam dan ligan multidentat yang disebut dengan ligan jembatan (*bridging ligand*), dimana ligan anion yang memiliki atom nitrogen, oksigen, dan sulfur dapat digunakan sebagai ligan jembatan dalam pembentukan *metal organic framework* melalui ikatan koordinasi (Robin, dkk., 2006). Ligan dapat berbentuk bivalen atau polivalen aromatik maupun alifatik dan memiliki gugus karboksilat,

fosfonat, sulfonat, imidazolat, amina, atau pyridin, serta kombinasi lain. Pembentukan beberapa bentuk ligan dapat terjadi dengan berbagai logam yang ada di bumi.

Salah satu ligan yang dapat digunakan sebagai pembangun senyawa kompleks adalah ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) yang merupakan turunan benzena dengan tiga gugus karboksilat. Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat memiliki gugus karboksilat yang dapat membentuk ikatan kovalen koordinasi melalui atom O yang berikatan dengan atom pusat membentuk kompleks (Herbstein, 2005). Muatan yang dimiliki oleh ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat sebesar -3 (Almáši, dkk., 2014). Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat dapat membentuk kompleks dengan suatu logam dan menghasilkan polimer berpori sehingga dapat digunakan sebagai *drug delivery system* atau sistem penghantaran obat. Salah satu logam yang dapat membentuk kompleks dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat selain logam transisi adalah logam tanah jarang.

Logam tanah jarang merupakan suatu kelompok logam yang terdiri dari 17 unsur pada tabel periodik, yang meliputi 15 unsur dimulai dari lanthanum hingga lutetium yang biasa disebut kelompok lantanida, serta dua unsur lain yang memiliki sifat serupa yaitu yttrium dan skandium. Keberadaan logam tanah pada kerak bumi banyak tersebar luas dengan konsentrasi yang rendah (Ismawati dan Suparno, 2020). Sifat yang dimiliki dari ketujuhbelas unsur logam ini memiliki banyak kemiripan dan sering ditemukan di alam dalam satu endapan secara geologi. Diantara unsur logam tanah jarang yang memiliki kelimpahan paling tinggi adalah serium dengan kelimpahan sebesar 60 ppm (Rena, dkk., 2018). Salah satu logam tanah jarang yang dapat membentuk kompleks dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat adalah logam serium.

Serium (Ce) memiliki nomor atom 58 dengan elektron valensi ganda yaitu 3 dan 4 karena pada orbital f yang tidak terisi penuh dapat berikatan dengan pasangan elektron bebas dari ligan. Serium(III) memiliki bilangan koordinasi lebih besar sebanyak 8 sedangkan logam transisi seperti Cu dan Zn memiliki bilangan koordinasi sebanyak 5 (Siddiqui, dkk., 2022). Bilangan koordinasi yang semakin besar membuat tingkat kerapatan pada struktur kristal semakin tinggi. Serium(III) akan membentuk ikatan kovalen koordinasi yang stabil dengan mengikat 8 atom O pada karbonil ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat dan semua atom O pada karbonil ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat akan di deprotonasi oleh ion serium(III) pada ikatan kovalen koordinasi yang berbeda sehingga satu ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat dapat mengikat 6 atom serium(III). Selain itu kompleks Ce(III)-BTC memiliki luas permukaan yang lebih besar yaitu sebesar $806 \text{ m}^2/\text{g}$ dibandingkan dengan kompleks Zn-BTC yang memiliki luas permukaan sebesar $257 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan suhu sintesis yang sama sebesar 100°C (Anbia, dkk., 2015). Penggunaan serium(III) dalam bentuk garam berupa serium nitrat memiliki biokompatibilitas yang baik atau aman digunakan dalam tubuh tanpa adanya toksisitas dengan dibuktikan pada penelitian Barker, dkk (2022) yang

mengaplikasikan serium nitrat sebagai antimikrobia. Oleh karena itu logam serium(III) dapat digunakan pada sintesis kompleks sebagai kandidat *drug delivery system*.

Metode sintesis yang digunakan dalam penelitian ini yaitu solvotermal dengan memanfaatkan suhu dalam proses reaksinya. Suhu merupakan parameter yang sering digunakan untuk memperoleh karakteristik material selain variasi pelarut, sumber logam, dan waktu sintesis. Prinsip menggunakan metode solvotermal adalah reaksi kimia yang terjadi dalam autoklaf, ketika diberikan suhu pada titik kritis pelarut maka akan mengakibatkan tekanan dalam autoklaf meningkat sampai pada titik superkritis pelarut sehingga material yang berada didalam autoklaf dapat bereaksi (Ghows, dkk., 2010). Kelebihan penggunaan metode solvotermal adalah lebih efisien dalam sintesis karena bentuk dan ukuran partikelnya dapat dimodifikasi dengan cara mengatur parameter sintesis seperti, rasio perbandingan prekursor, pelarut, suhu, pencucian, dan waktu sintesis (Li, dkk., 1999).

Berbagai penelitian terus dilakukan untuk meningkatkan karakteristik optimum dari senyawa kompleks, salah satunya dengan adanya pengaruh suhu menggunakan metode solvotermal. Hasil penelitian Lee dan Choi (2022) yang mensintesis kompleks Cu-BTC menggunakan metode solvotermal pada suhu 75°C diperoleh struktur kristal Cu-BTC dengan ditunjukkan adanya pola difraksi 2θ : 6,6°; 9,5°; 11,6°; 13,8°; 17,5°; 19,2°; dan 20,4° serta morfologi kompleks Cu-BTC sebesar 0,5-5 μm dan berbentuk oktahedral. Sedangkan pada penelitian Liu, dkk (2020) yang juga mensintesis kompleks Cu-BTC menggunakan metode solvotermal pada suhu 120°C diperoleh struktur kristal Cu-BTC dengan ditunjukkan adanya pola difraksi 2θ : 6,8°; 9,6°; 11,7°; 13,6°; 17,6°; 19,3°; dan 20,1° serta morfologi kompleks Cu-BTC sebesar 10-20 μm dan berbentuk oktahedral. Hal ini menunjukkan suhu mempengaruhi ukuran dan morfologi kristal yang terbentuk.

Pada penelitian Zhang, dkk (2021) mengenai kompleks Ce(III)-BTC menunjukkan bahwa kompleks tersebut memiliki biokompatibilitas yang baik bagi tubuh tanpa menyebabkan toksisitas dengan adanya aktivitas oksidasi. Selain itu, penelitian mengenai sintesis kompleks Ce(III)-BTC yang juga dipengaruhi oleh suhu terdapat pada penelitian Chevinly, dkk (2016) menggunakan suhu 100°C diperoleh struktur kristal Ce(III)-BTC dengan ditunjukkan adanya pola difraksi 2θ : 8,4; 10,6; dan 18,1 serta morfologi kompleks Ce(III)-BTC sebesar 2-5 μm dengan partikel berbentuk jarum. Sedangkan pada penelitian Peng, dkk (2019) mensintesis kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu 130°C diperoleh struktur kristal Ce(III)-BTC dengan ditunjukkan adanya pola difraksi 2θ : 8,4; 10,6; dan 18,1 serta morfologi kompleks Ce(III)-BTC sebesar 10-20 μm dengan partikel berbentuk jarum. Hasil ukuran partikel yang semakin besar menunjukkan bahwa kompleks Ce(III)-BTC dapat digunakan sebagai salah satu kandidat material *drug delivery system*.

Selain struktur dan morfologi partikel dari hasil sintesis yang terbentuk juga menunjukkan spektra elektronik dan energi celah pita. Pada penelitian Peng, dkk (2019) yang mensintesis Ce(III)-BTC pada suhu 130°C menunjukkan bahwa terjadi transisi $\text{Ce}^{3+} \leftarrow$

O²⁻ dan mengalami oksidasi pada panjang gelombang 250 nm. Serta pada penelitian Rao dan Sahu (2001) yang mensintesis CeO₂-ZrO₂ diperoleh energi celah pita pada CeO₂ sebesar 3,1 eV, sedangkan pada penelitian Zhang, dkk (2019) yang mensintesis Ce(III)-BTC diperoleh energi celah pita sebesar 3,25 eV. Selain itu, pada penelitian Li, dkk (2019) mengenai oksidasi reduksi pada serium menunjukkan bahwa potensi oksidasi Ce³⁺ ke Ce⁴⁺ terjadi jika terdapat adanya transfer elektron dari Ce³⁺ menuju H dan terjadi pada suhu 30⁰C sedangkan pada pembentukan kompleks Ce(III)-BTC diperoleh ligan BTC yang sudah terdeprotonasi sehingga tidak terdapat atom H. Hal ini menunjukkan bahwa kompleks Ce(III)-BTC yang terbentuk merupakan Ce³⁺ dan dapat diketahui spektra elektroniknya berdasarkan transisi dan energi celah pita.

Penelitian mengenai sintesis kompleks menggunakan logam serium (Ce) dan ligan 1,3,5-benzenakarboksilat dengan metode solvotermal ini memiliki potensial yang besar untuk dikembangkan. Oleh karena itu dilakukan penelitian sintesis logam Ce(III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H₃BTC) menggunakan metode solvotermal dengan variasi suhu pemanasan 100⁰C dan 130⁰C yang bertujuan untuk memperoleh senyawa dengan struktur kristal, morfologi partikel, dan spektra elektronik yang optimal sebagai kandidat untuk material *drug delivery system* (DDS).

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana hasil karakteristik sintesis senyawa kompleks ion logam Ce(III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H₃BTC) menggunakan metode solvotermal variasi suhu dengan karakterisasi XRD, SEM-EDX, dan UV-Vis DRS?

1.3 Tujuan

Mengetahui hasil karakteristik sintesis senyawa kompleks ion logam Ce(III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H₃BTC) menggunakan metode solvotermal variasi suhu dengan karakterisasi XRD, SEM-EDX, dan UV-Vis DRS.

1.4 Batasan Masalah

1. Variasi suhu pemanasan yang digunakan adalah 100⁰C dan 130⁰C.
2. Metode yang digunakan adalah solvotermal.
3. Pelarut yang digunakan adalah DMF dan air.

1.5 Manfaat

Manfaat dari penelitian didapatnya informasi mengenai kompleks Ce(III)-BTC sebagai kandidat untuk material sistem penghantar obat atau *drug delivery system* serta untuk mentadaburi surat Al-Baqarah ayat 29.

BAB II

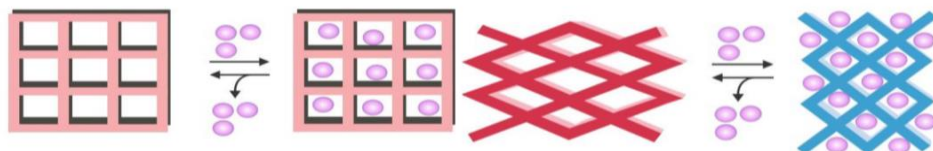
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Kompleks sebagai *Drug Delivery System*

Senyawa koordinasi adalah senyawa yang terbentuk karena adanya ikatan antara ligan dengan ion pusat. Ikatan yang terjadi adalah ikatan kovalen koordinasi karena adanya donasi pasangan elektron dari ligan ke dalam orbital kosong ion pusat (Hermawati, dkk., 2016). Kation atau logam berfungsi sebagai ion pusat sedangkan anion berfungsi sebagai ligan atau gugus pelindung. Atom pusat berada ditengah senyawa koordinasi yang dikelilingi oleh ligan. Atom pusat atau kation bertindak sebagai penerima pasangan electron yang berupa logam, sedangkan ligan bertindak sebagai pendonor elektron (Chang, 2004).

Senyawa kompleks yang dikembangkan sebagai *metal organic framework* (MOF) merupakan senyawa kompleks yang tersusun atas ion logam dengan ligan jembatan organik membentuk polimer secara berulang. Senyawa kompleks menggunakan ligan yang mengandung atom nitrogen, oksigen, dan sulfur yang berfungsi sebagai penyeimbang muatan melalui ikatan koordinasi (Noro, 2013). Senyawa kompleks memiliki karakteristik yang unik yaitu volume pori besar, luas permukaan besar, kristalinitas tinggi, serta kerapatan yang relatif rendah (Nordin, dkk., 2014).

Material berpori dengan luas permukaan yang besar dapat digunakan sebagai sistem pembawa atau penghantaran obat. Kompleks memiliki luas permukaan yang lebih besar daripada zeolit sehingga lebih sesuai jika diaplikasikan sebagai sistem penghantaran obat (Sculley, dkk., 2011). Pada penelitian Yanti, dkk (2016) diperoleh luas permukaan zeolit ZSM-5 sebesar 43,759 m²/g, sedangkan pada penelitian Volklinger, dkk (2008) diperoleh luas permukaan kompleks polimer MIL-68 sebesar 1117 m²/g. Selain itu, ukuran partikel juga mempengaruhi dalam penghantaran obat. Ukuran partikel dengan rentang 1 – 100 µm memungkinkan kompleks tersebut dapat digunakan sebagai sistem penghantaran obat. (Mahato, 2017). Mekanisme sistem penghantaran obat ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Ilustrasi pelepasan obat oleh MOF (Hanif, dkk., 2018).

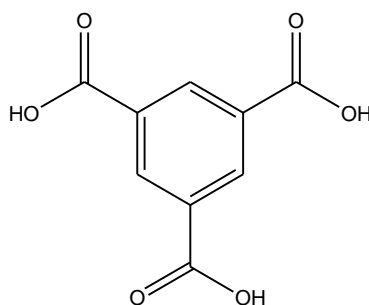
Beberapa senyawa kompleks yang telah diteliti dan dapat digunakan sebagai sistem penghantaran obat atau DDS diantaranya MIL-100 dengan logam Cr (III) dan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) dapat digunakan sebagai ibuprofen. ZIFs dengan logam Zn (II) dan ligan imidazolat serta turunannya banyak digunakan sebagai sistem penghantaran obat. Selain itu juga terdapat Zr-fum yang terdiri dari logam Zr (IV) dengan ligan fumarat yang

tetap stabil dalam larutan berair dan berpotensi besar sebagai sistem penghantaran obat (He, dkk., 2021).

2.2 Kompleks dengan Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC)

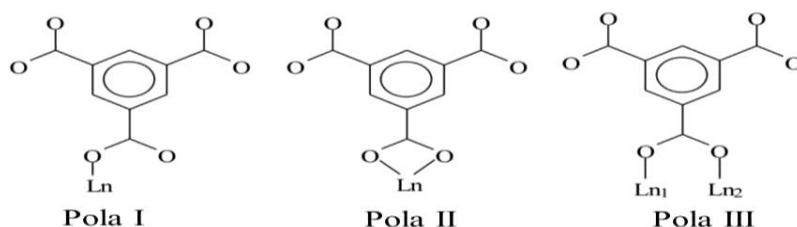
Ligan merupakan suatu molekul atau ion yang terikat langsung dengan atom pusat dan bertindak sebagai pendonor elektron karena memiliki pasangan elektron bebas dan tidak terdapat orbital yang kosong (Cotton dan Wilkinson, 1989). Donasi pasangan elektron dari ligan kepada ion atom pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi membentuk senyawa kompleks. Ligan akan mendonasikan pasangan elektronnya pada orbital kosong yang terdapat pada atom pusat sehingga terbentuk ikatan (Huhey dan James, 1993). Ligan yang digunakan pada penelitian ini adalah 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC).

Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) merupakan senyawa organik asam karboksilat dengan benzena yang memiliki tiga gugus karboksilat pada posisi 1,3, dan 5. Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) banyak digunakan dalam pembentukan kompleks karena adanya kemampuan gugus karboksilatnya yang dapat membentuk ikatan kovalen koordinasi melalui atom O yang berikatan dengan atom pusat. Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) termasuk dalam golongan senyawa anionik dan dapat bergabung dengan kation organik maupun anorganik (Herbstein, 2005). Struktur ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur 1,3,5-benzenatrikarboksilat atau H_3BTC (Herbstein, 2005)

Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat dapat membentuk ikatan dengan logam lantanida dan dapat mengadopsi beberapa pola koordinasi dalam pengikatannya dari unidentat, khelating, dan jembatan. Kompleks polimer koordinasi antara ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat dengan logam lantanida terdapat tiga pola koordinasi yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. Pola I merupakan ligan BTC yang bertindak sebagai ligan unidentat untuk mengikat satu ion logam. Pola II merupakan ligan BTC yang bertindak sebagai ligan bidentat untuk mengkhelat satu ion logam. Pola III merupakan ligan BTC yang bertindak sebagai gugus penghubung atau jembatan antara dua ion logam (Camara, dkk., 2014). Beberapa penelitian yang telah berhasil mensintesis ligan BTC dengan logam lantanida maupun transisi menggunakan metode solvotermal dengan berbagai pelarut dirangkum pada Tabel 2.1.



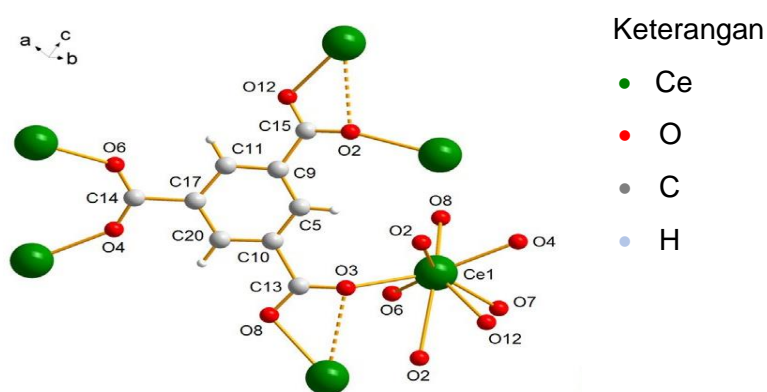
Gambar 2.3 Pola koordinasi ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat dengan logam lantanida (Camara, dkk., 2014).

Tabel 2.1 Penelitian sintesis ligan BTC dengan logam tanah jarang dan transisi yang berhasil dilakukan

Kompleks [Sumber Pustaka]	Metode
Fe(III)-BTC [Zhu, dkk., 2012]	Metode : solvotermal, rasio mol 1:1 Suhu dan waktu : 150 ⁰ C dan 24 jam Bahan : FeCl ₃ .6H ₂ O, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF
Zn ₃ (BTC) ₂ [Anbia, dkk., 2015]	Metode : solvotermal Suhu dan waktu : 100 ⁰ C dan 12 jam Bahan : Zn(CH ₃ COO).2H ₂ O, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF dan etanol
Cu-BTC [Xie, dkk., 2012]	Metode : solvotermal Suhu dan waktu : 140 ⁰ C dan 24 jam Bahan : Cu(NO ₃) ₂ .3H ₂ O, 1,3,5-benzenatrikarboksilat Pelarut : DMF
Eu-BTC [Xu, dkk., 2012]	Metode : solvotermal, rasio mol 13:1 Suhu dan waktu : 60 ⁰ C dan 72 jam Bahan : Eu(NO ₃) ₃ .6H ₂ O, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF dan air
La-BTC [Laurikenas, dkk., 2018]	Metode : solvotermal Suhu dan waktu : 65 ⁰ C dan 24 jam Bahan : La(NO ₃) ₃ .6H ₂ O, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF dan air
Yb-BTC [Wang, dkk., 2020]	Metode : solvotermal Suhu dan waktu : 90 ⁰ C dan 19 jam Bahan : Yb(NO ₃) ₃ .5H ₂ O, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF, sikloheksanol, air

2.3 Kompleks Logam Serium (III) dengan Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC)

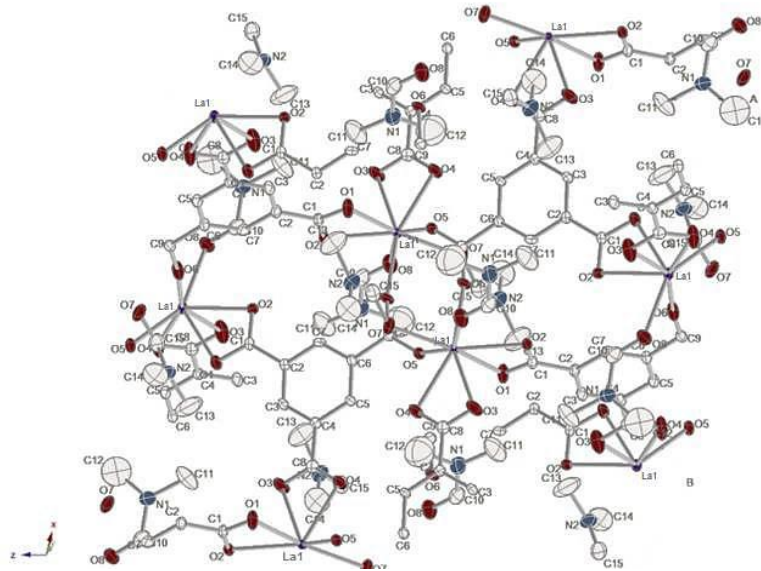
Serium adalah salah satu logam tanah jarang dengan nomor atom 58 dan massa atom relatif (Ar) 140, memiliki konfigurasi elektron $[Xe] 4f^1 5d^1 6s^2$ dengan dua keadaan oksidasi utama (+3 dan +4) dan empat isotop alami (^{136}Ce , ^{138}Ce , ^{140}Ce , dan ^{142}Ce) serta memiliki spesi yang berbeda dalam kondisi tertentu (Rena, dkk., 2018). Konfigurasi elektron pada Ce(III) yaitu $4f^1$ dengan kulit yang tidak terisi penuh. Orbital f yang tidak terisi penuh akan berikatan dengan pasangan elektron bebas dari ligan. Ce (III) memiliki tiga elektron valensi sedangkan atom O memiliki enam elektron valensi. Atom O akan mendonorkan elektronnya terhadap Ce untuk dipakai secara bersama-sama sehingga membentuk ikatan kovalen koordinasi. Pada Gambar 2.4 ditunjukkan struktur kompleks serium dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat yang dikarakterisasi menggunakan XRD *single crystal*.



Gambar 2.4 Struktur kompleks Ce(III)-BTC (Almási, dkk., 2014)

Kompleks Ce(III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) membentuk kompleks kristal tetragonal non-centrosimetrik kiral dengan space group $P4_3$. Pada Gambar 2.4 menunjukkan bahwa semua atom oksigen pada ligan H_3BTC akan membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan logam Ce(III) pada pola koordinasi yang berbeda. Tiap satu ion BTC^{3-} akan mengalami ikatan kovalen koordinasi dengan enam Ce(III). Atom Ce (III) yang memiliki delapan bilangan koordinasi maka akan mengikat delapan atom O baik dari ligan BTC ataupun molekul air (Almási, dkk., 2014).

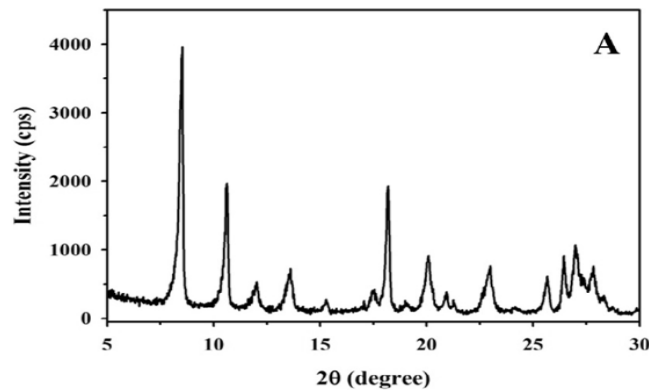
Pada penelitian Laurikenas, dkk (2018) yang mensintesis empat belas logam lantanida (III) termasuk logam Ce dengan ligan BTC dan diperoleh struktur yang sangat mirip, salah satunya ditunjukkan pada struktur La-BTC yang terdapat pada Gambar 2.5. La (III) yang berperan sebagai atom pusat memiliki delapan bilangan koordinasi yang mengikat delapan atom O dari empat ligan BTC melalui dua gugus karboksilat sebagai pengkelat dan dua molekul DMF sebagai jembatan. Tiap satu La (III) dihubungkan dengan empat gugus fenil melalui dua gugus khelat bidentat karboksilat dan dua gugus karboksilat monodentat (Laurikenas, dkk., 2018).



Gambar 2.5 Struktur kompleks La-BTC (Laurikenas, dkk., 2018)

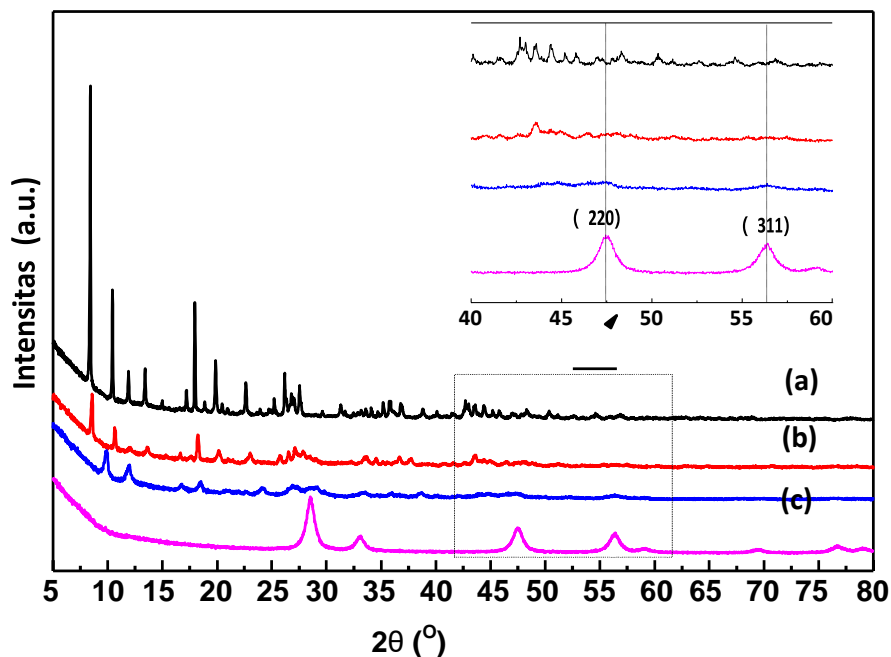
Kompleks Ce(III)-BTC memiliki biokompabilitas yang baik pada sel dan memiliki antibakteri yang baik dengan adanya aktiitas oksidasi (Zhang, dkk., 2021). Pada penelitian Kalyaranaman, dkk (2019) menunjukkan bahwa nanopartikel CeO_2 berupa *powder* yang diaplikasikan sebagai implan bedah tidak menunjukkan adanya toksisitas. Selain itu tidak adanya perubahan klinis, biokimia, hematologi atau hispatologi yang terlihat. Sedangkan pada penelitian Grall, dkk (2015) ligan BTC pada kompleks MIL-100 dengan logam Fe, Cr, dan Al tidak menunjukkan adanya toksisitas pada sel *in vitro* bahkan dengan dosis yang tinggi.

Hasil karakterisasi menggunakan XRD-*Powder* yang terdapat pada penelitian Peng, dkk (2019) yang ditunjukkan pada Gambar 2.6 bahwa logam Ce(III) yang disintesis dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode solvotermal pada suhu 130°C diperoleh kristalinitas yang baik dan cukup tinggi. Diperoleh kompleks Ce(III)-BTC yang dikarakterisasi menggunakan XRD akan menghasilkan puncak khas pada daerah $2\theta = 8,4^\circ$, $10,6^\circ$, dan $18,4^\circ$. Dari beberapa literatur juga menyebutkan bahwa keluarga MOF-76 memiliki dua puncak karakteristik yaitu $8,4^\circ$ dan $10,6^\circ$.



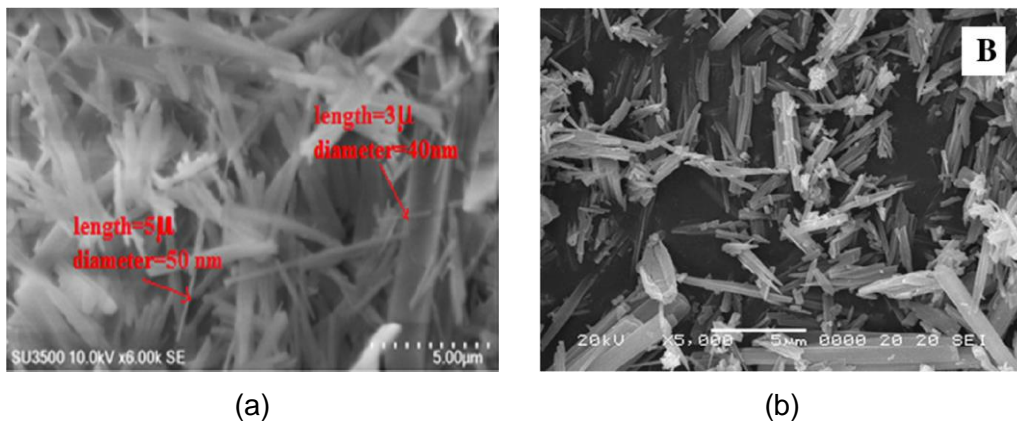
Gambar 2.6 Pola difraksi sinar-X senyawa kompleks Ce (III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) (Peng, dkk., 2019).

Selain penelitian tersebut juga dibuktikan oleh penelitian Zhang, dkk (2018) yang ditunjukkan pada Gambar 2.7 bagian (a) juga mensintesis kompleks Ce(III)-BTC pada suhu $130^{\circ}C$ selama 24 jam menghasilkan puncak khas pada daerah $2\theta = 8,4^{\circ}$, $10,6^{\circ}$, dan $18,1^{\circ}$. Namun ketika temperatur dinaikkan pada suhu $250^{\circ}C$ posisi daerah puncak $8,4^{\circ}$ dan $10,6^{\circ}$ (2θ) mengalami pergeseran akibat distorsi kisi pada struktur kristal yang asli yang ditunjukkan pada Gambar 2.7 bagian (c). Hal ini juga didukung oleh Almási, dkk (2010) yang menyebutkan bahwa kerangka kristal stabil setelah pemanasan pada suhu hingga $100^{\circ}C$, namun setelah pemanasan hingga suhu $200^{\circ}C$ terbentuk adanya pelebaran garis dan penurunan intensitas puncak difraksi tetapi sampel tetap berbentuk kristal. Pemanasan hingga $300^{\circ}C$ mengakibatkan kerangka pada kristal runtuh atau hancur.



Gambar 2.7 Pola XRD pada sintesis kompleks logam Ce(III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) (Zhang, dkk., 2018).

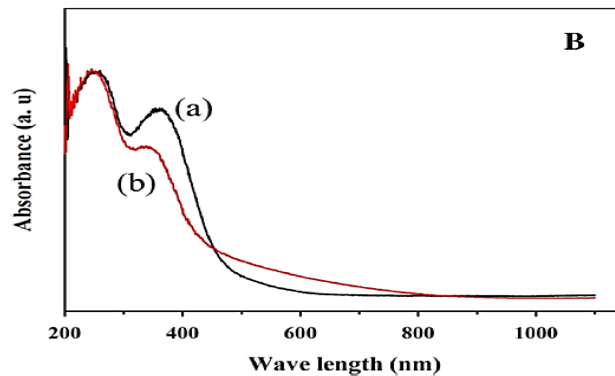
Analisis SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi, distribusi ukuran partikel, serta komposisi unsur pada hasil sintesis. Pada penelitian Chevinly, dkk (2016) ditunjukkan hasil karakterisasi SEM yang terdapat pada Gambar 2.8 (a) mensintesis logam Ce(III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode solvotermal pada suhu $100^{\circ}C$ selama 17 jam diperoleh morfologi kristal sebesar 2-5 μm , diameter antara 40-300 nm dan berbentuk seperti jarum. Sedangkan pada penelitian Peng, dkk (2019) yang juga mensintesis kompleks Ce(III)-BTC ditunjukkan pada Gambar 2.8 (b) menggunakan metode solvotermal pada suhu $130^{\circ}C$ selama 24 jam diperoleh morfologi permukaan kristal sebesar 10-20 μm dengan bentuk seperti jarum.



Gambar 2.8 Hasil SEM kompleks Ce(III)-BTC (a) Chevinly, dkk., (2016), (b) Peng, dkk., (2019).

Selain analisis di atas, juga dianalisis menggunakan UV-Vis DRS untuk mengetahui spektra elektronik dari kompleks yang terbentuk dengan melihat energi celah pita dan transisi. Menurut Benzalem (1992) bahwa serapan panjang gelombang UV sangat sensitif terhadap ukuran partikel bahan semikonduktor seperti serium. Pada penelitian Peng, dkk (2019) yang mensintesis Ce(III)-BTC menggunakan metode solvotermal pada suhu $130^{\circ}C$ menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang 200 – 1200 nm dan transisi $Ce^{3+} \leftarrow O^{2-}$ pada panjang gelombang 250 nm serta terjadi oksidasi. Hal ini menunjukkan bahwa kompleks yang terbentuk merupakan Ce^{3+} yang berikatan dengan dengan atom O pada ligan BTC. Hal ini sesuai pada penelitian Rao dan Sahu (2001) yang mensintesis larutan padatan CeO_2-ZrO_2 menggunakan metode pembakaran diperoleh dua panjang gelombang sebesar 250 nm dan 297 nm pada spektra CeO_2 . Panjang gelombang 250 nm menunjukkan adanya transisi transfer muatan $Ce^{3+} \leftarrow O^{2-}$ dan 297 nm menunjukkan adanya transisi transfer muatan $Ce^{4+} \leftarrow O^{2-}$. Serta diperoleh nilai celah pita energi CeO_2 sebesar 3,1 eV, sedangkan pada penelitian Zhang, dkk (2019) yang mensintesis kompleks Ce(III)-BTC diperoleh nilai energi celah pita sebesar 3,25 eV. Selain itu, pada penelitian Li, dkk (2019) mengenai oksidasi reduksi pada serium menunjukkan bahwa potensi oksidasi Ce^{3+} ke Ce^{4+} terjadi jika terdapat adanya transfer elektron dari Ce^{3+} menuju H dan terjadi pada suhu $30^{\circ}C$ sedangkan

pada pembentukan kompleks Ce(III)-BTC diperoleh ligan BTC yang sudah terdeprotonasi sehingga tidak terdapat atom H. Spektra UV-Vis DRS pada Ce(III)-BTC yang diperoleh ditunjukkan pada Gambar 2.9.

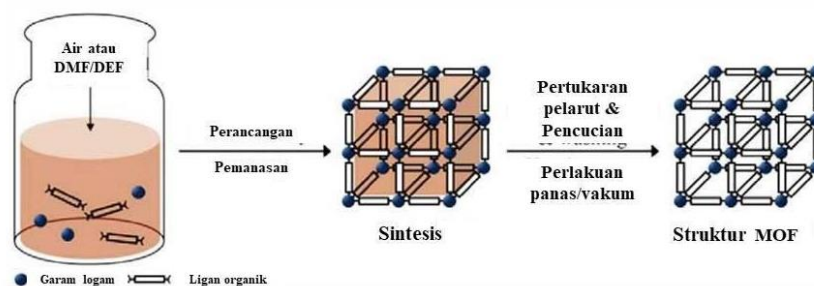


Gambar 2.9 Spektra UV-Vis DRS (a) Ce(III)-BTC (b) Ce(III)-BTC setelah bereaksi (Peng, dkk., 2019)

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

Sintesis solvotermal merupakan metode sintesis untuk mendapatkan kristal dari suatu campuran larutan pada suhu tinggi. Pelarut yang digunakan dibawah tekanan sedang dan tinggi (antara 1 atm dan 10.000 atm) dan suhu (antara 100⁰C dan 1000⁰C). Proses pelarutan dan pertumbuhan kristal dilakukan dalam bejana yang disebut autoklaf, yaitu wadah yang terbuat dari baja tahan pada suhu dan tekanan tinggi (Agustinus, 2009). Sintesis solvotermal menggunakan pelarut *N,N*-dimetilformamida (DMF) merupakan suatu metode yang efektif dalam mendapatkan kristal dari kompleks polimer yang berkualitas dengan tipe ligan karboksilat. Amina yang terbentuk akan menyebabkan karboksilat memiliki kemampuan dalam menjembati logam pusat (Noro, 2013).

Metode sintesis dapat mempengaruhi sifat hasil material kompleks. Pada penelitian Mulyati, dkk., (2015) diperoleh kompleks polimer hasil sintesis menggunakan metode solvotermal dengan kristalinitas tinggi, luas permukaan dan ukuran pori yang besar. Hasil tersebut memberikan kelebihan tersendiri dibandingkan dengan metode lain. Tahapan atau skema sintesis kompleks polimer menggunakan metode solvotermal ditunjukkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Diagram skematik yang menunjukkan sintesis dengan metode solvotermal (Lee, dkk., 2013).

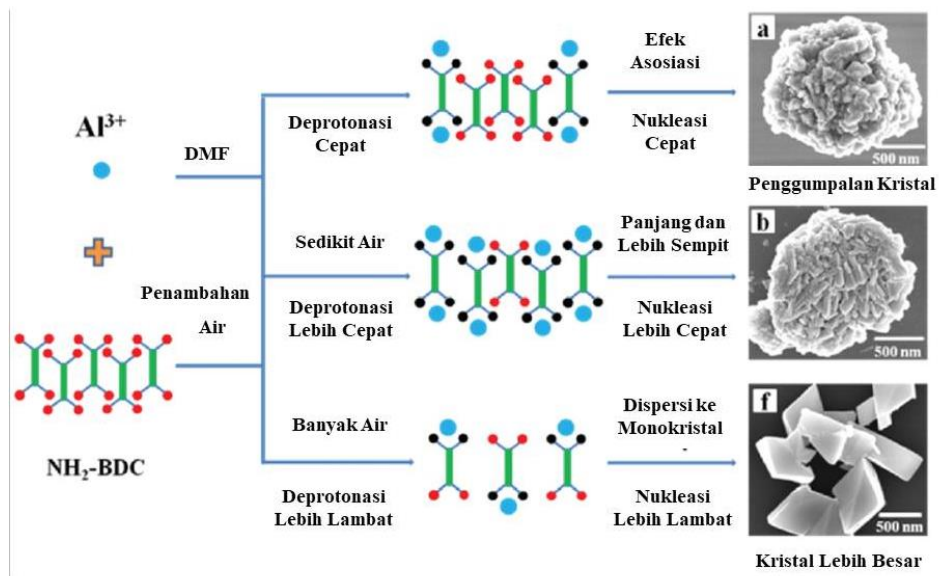
Metode sintesis solvotermal telah luas diaplikasikan dalam sintesis material organik-anorganik seperti polimer koordinasi. Beberapa penelitian yang berhasil dilakukan untuk mensintesis kompleks Ce(III)-BTC dengan metode solvotermal dirangkum pada Tabel 2.2 yang menunjukkan rentang suhu sintesis kompleks Ce(III)-BTC antara 65°C - 130°C. Berdasarkan rangkuman tersebut maka pada penelitian ini diambil variasi suhu sebesar 100°C, dan 130°C.

Tabel 2.2 Penelitian sintesis Ce(III)-BTC dengan metode solvotermal yang telah berhasil dilakukan

Kompleks [Sumber Pustaka]	Metode
Ce(III)-BTC [Chevinly, dkk., 2016]	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(III)-BTC [Zhang, dkk., 2018]	Metode : solvotermal Suhu dan waktu : 130°C dan 24 jam Bahan : Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF
Ce(III)-BTC [Peng, dkk., 2019]	Metode : solvotermal Suhu dan waktu : 130°C dan 24 jam Bahan : Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF
Ce(III)-BTC [Almasi, dkk., 2014]	Metode : solvotermal Suhu dan waktu : 100°C dan 60 jam Bahan : Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (BTC) Pelarut : DMF
Ce(III)-BTC [Laurikenas, dkk., 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 (3:1)

Metode sintesis solvotermal memiliki kemampuan dalam meningkatkan kelarutan reaktan, reaktivitas pada reaktan lebih meningkat, dan material-material kristal akan tumbuh secara sempurna (Feng dan Guanghua, 2011). Penggunaan pelarut merupakan salah satu parameter yang mempengaruhi terbentuknya hasil sintesis. Beberapa penelitian sintesis kompleks Ce(III)-BTC ada yang menggunakan pelarut DMF murni dan pelarut campuran DMF:air. Pada penelitian Laurikenas, dkk (2018) yang mensintesis kompleks Ce(III)-BTC menggunakan metode solvotermal menggunakan pelarut DMF:air yang memiliki rasio sebesar 3:1. Pengaruh penggunaan pelarut DMF dan air dibuktikan pada penelitian Cheng, dkk (2013) yang mensintesis NH₂-MIL-53(AI) menggunakan metode solvotermal menyebutkan bahwa penggunaan pelarut DMF murni tanpa adanya campuran membuat proses deprotonasi gugus COO⁻ menjadi cepat. Namun dengan adanya penambahan sedikit

air membuat proses deprotonasi gugus COO^- menjadi semakin cepat, akan tetapi penambahan air yang terlalu banyak akan mengakibatkan proses deprotonasi gugus COO^- menjadi lambat seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Mekanisme pengaruh penambahan pelarut pada sintesis $\text{NH}_2\text{-MIL-53(Al)}$ (Cheng, dkk., 2013).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juli-September, di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Adapun untuk karakterisasi XRD dilakukan di Greenlabs Bandung, SEM-EDX di Laboratorium SEM Departemen Teknik Mesin Institut Teknologi Sepuluh November, dan UV-Vis DRS di Laboratorium Kimia Fisik Edukasi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: autoklaf baja tahan karat 100 mL, gelas arloji, spatula, botol semprot, bola hisap, corong pisah, aluminium foil, neraca analitik, oven, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 25 mL, pipet tetes, beaker gelas 100 mL, Erlenmeyer 100 mL, Difraksi Sinar-X (XRD) *Perqin-Elmer 2400 II*, *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) *Hitachi Flexsem 100*, UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS).

3.3 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serium nitrat hexahidrat ($\text{CeH}_{12}\text{N}_3\text{O}_{15}$), 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) Sigma Aldrich Kode 1003380670, *N,N*-dimetil formamida (DMF) Merck 103053, aquades, dan etanol.

3.4 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis kompleks serium (III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode solvotermal dengan prekursor serium nitrat hexahidrat, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC), pelarut *N,N*-dimetil formamida, aquades serta etanol sebagai pencuci dengan menggunakan variasi suhu pemanasan 100°C dan 130°C selama 24 jam. Hasil sintesis untuk mengetahui struktur kristal kompleks Ce(III)-BTC menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD), morfologi ukuran dan bentuk partikel kompleks Ce(III)-BTC menggunakan SEM-EDX, dan spektra elektronik kompleks Ce(III)-BTC menggunakan UV-Vis DRS.

3.5 Tahapan Penelitian

1. Sintesis kompleks Ce(III)-BTC menggunakan metode solvotermal dengan pelarut DMF dan air menggunakan variasi suhu pemanasan 100°C dan 130°C .
2. Uji karakterisasi struktur kristal kompleks Ce(III)-BTC menggunakan XRD.

3. Uji karakterisasi untuk mengetahui ukuran dan morfologi pada kompleks Ce(III)-BTC menggunakan SEM-EDX.
4. Uji karakterisasi untuk mengetahui spektra elektronik pada kompleks Ce(III)-BTC menggunakan UV-Vis DRS.

3.6 Prosedur Kerja

3.6.1 Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC (100°C dan 130°C)

Proses sintesis diawali dengan melarutkan padatan Ce(III) yang berasal dari $\text{CeH}_{12}\text{N}_3\text{O}_{15}$ (0,108 gram; 0,25 mmol) dan ligan yang berasal dari 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) (0,105 gram; 0,5 mmol) dengan pelarut *N,N*-dimetil formamida (DMF) dan air menggunakan rasio 3:1 sebanyak 20 mL pada beaker gelas 100 mL. Kemudian kedua larutan tersebut di stirrer hingga homogen selama 1 jam dan dicampurkan dalam autoklaf baja tahan karat 100 mL, kemudian direaksikan secara solvotermal pada suhu 100°C selama 24 jam. Campuran hasil sintesis didinginkan pada suhu ruang hingga suhu normal selama 2-3 hari. Selanjutnya endapan dan filtrat disaring dan dipisahkan. Endapan yang dihasilkan dicuci dengan DMF dan etanol. Endapan yang telah dicuci dengan DMF dan etanol kemudian dikeringkan di vakum oven pada temperatur 79°C selama 1 jam. Kemudian dilakukan sintesis kembali dengan suhu 130°C dengan metode yang sama seperti sebelumnya. Hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDX, dan UV-Vis DRS.

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

3.7.1 Karakterisasi dan Analisis Data Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fasa, struktur, derajat kristalinitas sampel, dan menganalisa hasil produk sintesis. Pengukuran dilakukan pada suhu kamar menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD) dengan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ pada 40 kV dan 300 mA. Rentang yang digunakan adalah $2\theta = 5^\circ - 30^\circ$ dengan langkah $2\theta = 5^\circ$ dan 1 detik/langkah. Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan data standar *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) untuk reaktan pada senyawa kompleks dan kompleks Ce(III)-BTC pada penelitian terdahulu (Peng, dkk., 2019). Hal ini bertujuan untuk mengidentifikasi data kristalografi, selain itu juga menunjukkan kristalinitas dan kemurnian senyawa hasil sintesis. Kemudian data XRD di *refinement* menggunakan program Rietica dan metode Le-Bail. Perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Debye-Scherrer pada Persamaan 3.1.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (3.1)$$

dengan D merupakan ukuran kristal (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi, K adalah konstanta (0,9), dan β merupakan integrasi luas puncak refleksi.

3.7.2 Karakterisasi dan Analisis Data Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX akan diperoleh morfologi dan ukuran partikel. Langkah awal yang dilakukan adalah sampel ditempatkan dan diletakkan pada SEM spesimen holder. Dilakukan pengujian dengan perbesaran 500x, 1000x, 5000x, 10000x, dan 15000x. Selanjutnya dikarakterisasi dan dianalisis berdasarkan morfologi, komposisi, dan distribusi ukuran partikel kompleks Ce(III)-BTC menggunakan SEM-EDX. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan SEM berupa morfologi permukaan. Analisis lebih lanjut dilakukan dengan *software image-J* untuk mendapatkan distribusi ukuran partikel Ce(III)-BTC. Sedangkan EDX berupa persentase komposisi unsur dari Ce(III)-BTC. Hasil tersebut dibandingkan dengan penelitian terdahulu (Chevinly, dkk., 2016 dan Peng, dkk., 2019).

3.7.3 Karakterisasi dan Analisis Data Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS)

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS dilakukan dengan sampel yang berbentuk serbuk halus ditempatkan pada sample holder. Sampel akan diukur pada panjang gelombang 200-800 nm. Hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS dianalisis menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada Persamaan 3.2.

$$F(R) = \left(\frac{(t-R)^2}{2R} = \frac{K}{S} \right) \dots\dots\dots(3.2)$$

- F(R) : faktor Kubelka Munk
- K : koefisien absorpsi molar
- S : koefisien *scattering*
- R : nilai reflektan yang diukur

Nilai energi celah pita ditentukan dengan membuat plot antara energi foton ($h\nu$) sebagai sumbu x dan $(F(R).h\nu)^{1/2}$ sebagai sumbu y. Energi foton ($h\nu$) dapat dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana $h\nu = hc/\lambda$ dengan c adalah tetapan cahaya dan h adalah tetapan Planck. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x ($h\nu =$ energi celah pita) ketika $y = 0$.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini, sintesis senyawa kompleks Ce(III)-BTC dilakukan dengan mereaksikan larutan $CeH_{12}N_3O_{15}$ dan larutan 1,3,5-benzenatrikarboksilat yang telah dilarutkan dengan pelarut N,N-dimetilformamida (DMF) dan air. Sintesis ini dilakukan dengan metode solvotermal dengan variasi suhu sebesar $100^{\circ}C$ dan $130^{\circ}C$ selama 24 jam. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*, dan *UV-Vis Diffuse Reflectance (UV-Vis DRS)*.

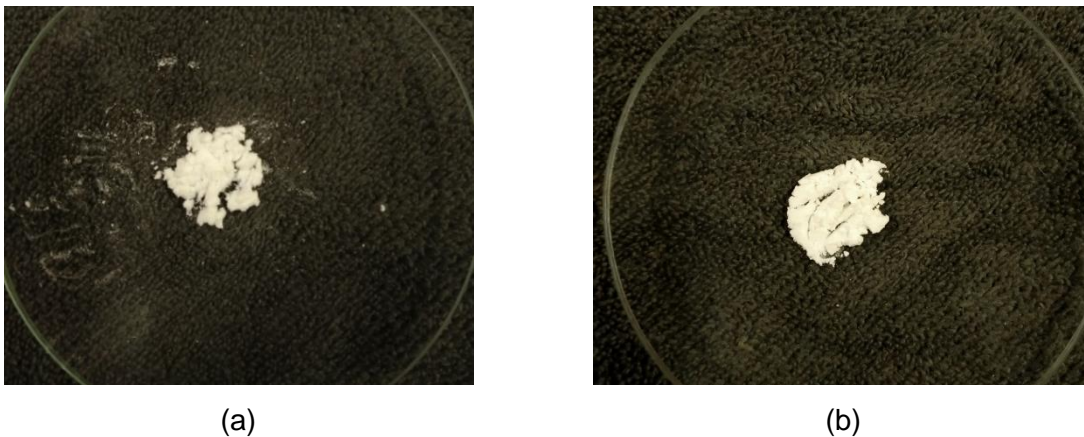
4.1 Hasil Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan Metode Solvotermal

Proses sintesis ini diawali dengan pembuatan larutan logam serium dan ligan BTC menggunakan pelarut DMF:air dengan perbandingan 3:1. Penggunaan perbandingan pelarut DMF: air dengan perbandingan 3:1 bertujuan untuk mempercepat proses deprotonasi gugus COO^- pada ligan. Penambahan sedikit air dapat mempercepat proses deprotonasi gugus COO^- dikarenakan adanya ikatan hidrogen yang dapat menarik H^+ dari gugus karboksil. Langkah selanjutnya campuran *distirer* selama 1 jam untuk homogenisasi reaktan. Hasil penghomogenan terbentuk larutan berwarna bening sehingga tidak memerlukan filtrasi. Produk hasil sintesis setelah proses solvotermal pada suhu $100^{\circ}C$ dan $130^{\circ}C$ dilakukan pendinginan pada suhu ruang selama 2 hari bertujuan untuk memaksimalkan pengendapan agar produk yang diperoleh semakin banyak seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1 (a) dan kemudian produk tersebut dicuci menggunakan DMF dan etanol bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang masih terdapat pada produk hasil sintesis dan tidak mempengaruhi produk hasil sintesis dikarenakan produk hasil sintesis tidak larut dalam pelarut DMF dan etanol. Pencucian menggunakan DMF bertujuan untuk menghilangkan reaktan yang sudah tidak bereaksi sedangkan etanol digunakan untuk menghilangkan DMF yang digunakan untuk pencucian tersebut. Proses pengeringan produk dilakukan dengan dioven pada suhu $79^{\circ}C$ selama 1 jam yang bertujuan untuk menghilangkan larutan pencuci etanol yang masih tertinggal dan terbentuk produk seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 (b).



Gambar 4.1 (a) Produk setelah proses solvotermal; (b) Produk setelah pengeringan.

Pengamatan secara visual dari produk sintesis keseluruhan berupa serbuk berwarna putih dan perbedaan dari kedua variasi tersebut berada pada tekstur dan massa padatan yang diperoleh. Pada Gambar 4.2 (a) dan (b) ditunjukkan bahwa pada hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu 100°C memiliki tekstur lebih kasar dibandingkan dengan padatan hasil kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu 130°C . Sedangkan untuk massa padatan yang diperoleh berdasarkan hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.1.



Gambar 4.2 Produk hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu (a) 100°C ; (b) 130°C .

Berdasarkan Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa dengan adanya perbedaan variasi suhu maka massa produk sintesis yang dihasilkan akan berbeda. Hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC masing-masing dilakukan sebanyak 5 kali dan pada suhu 100°C menghasilkan rata-rata massa produk sebesar 0,092 gram sedangkan kompleks Ce(III)-BTC pada suhu 130°C sebesar 0,108 gram. Hasil yang didapat tergolong sedikit jika dibandingkan dengan jumlah reaktan yang dipakai. Hal ini dikarenakan reaktan yang tidak bereaksi masih berada di dalam larutan dan tidak membentuk endapan sebagai produk. Perbedaan rata-rata massa produk dari kedua variasi suhu tersebut dikarenakan semakin tinggi suhu maka proses reaksi di dalam autoklaf menjadi lebih maksimal sehingga memaksimalkan hasil produk yang

terbentuk. Namun jika suhu terlalu tinggi juga dapat menyebabkan struktur kristal yang terbentuk mengalami kerusakan. Hal ini dibuktikan pada penelitian Almasi, dkk (2010) yang mensintesis Ce(III)-BTC pada suhu 200°C terbentuk adanya pelebaran garis dan penurunan intensitas puncak difraksi akibat adanya distorsi kisi kristal pada struktur kristal.

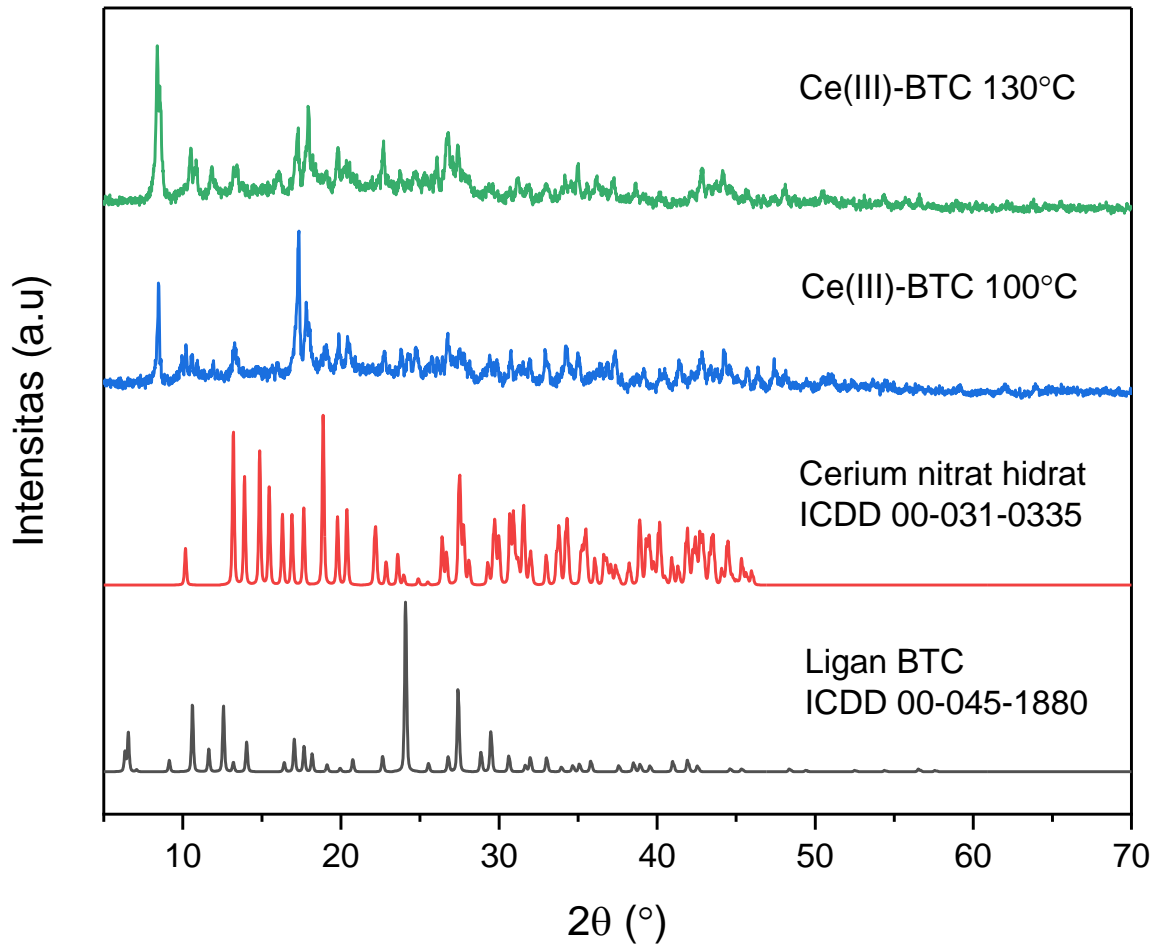
Tabel 4.1 Massa padatan kompleks Ce(III)-BTC yang diperoleh

Sampel	Massa Ce(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O	Massa 1,3,5- benzenatrikarboksilat	Wujud Produk	Massa Produk
Ce(III)-BTC (100°C) 1	0,108 g	0,105 g	Serbuk Putih	0,107 g
Ce(III)-BTC (100°C) 2				0,093 g
Ce(III)-BTC (100°C) 3				0,085 g
Ce(III)-BTC (100°C) 4				0,094 g
Ce(III)-BTC (100°C) 5				0,081 g
rata-rata massa produk				0,092 g
Ce(III)-BTC (130°C) 1	0,108 g	0,105 g	Serbuk Putih	0,151 g
Ce(III)-BTC (130°C) 2				0,067 g
Ce(III)-BTC (130°C) 3				0,14 g
Ce(III)-BTC (130°C) 4				0,093 g
Ce(III)-BTC (130°C) 5				0,088 g
rata-rata massa produk				0,108 g

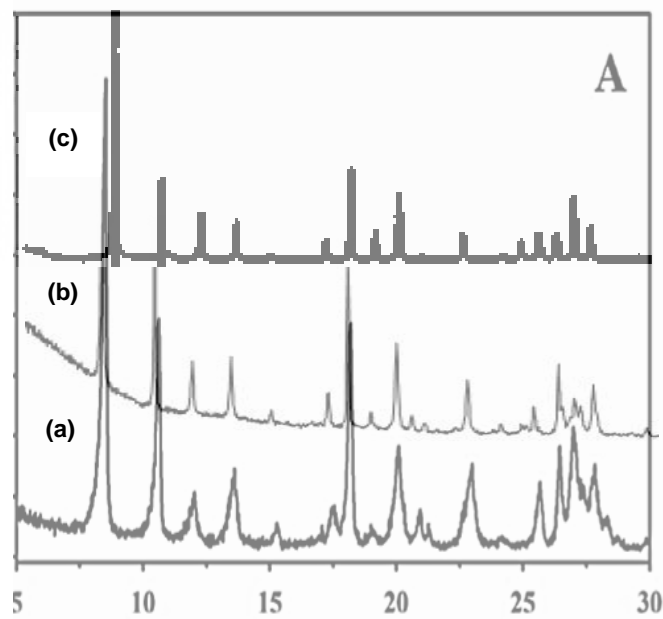
4.2 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis

4.2.1 Hasil Karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan XRD Powder

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk menganalisis perbedaan struktur dan tingkat kristalinitas pada variasi suhu yang berbeda. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD tersebut maka akan dibandingkan dengan data standar kompleks Ce(III)-BTC. Pola difraksi sinar-X dari hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan pola difraksi sinar-X penelitian terdahulu pada Gambar 4.4.



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC dengan variasi suhu yang berbeda



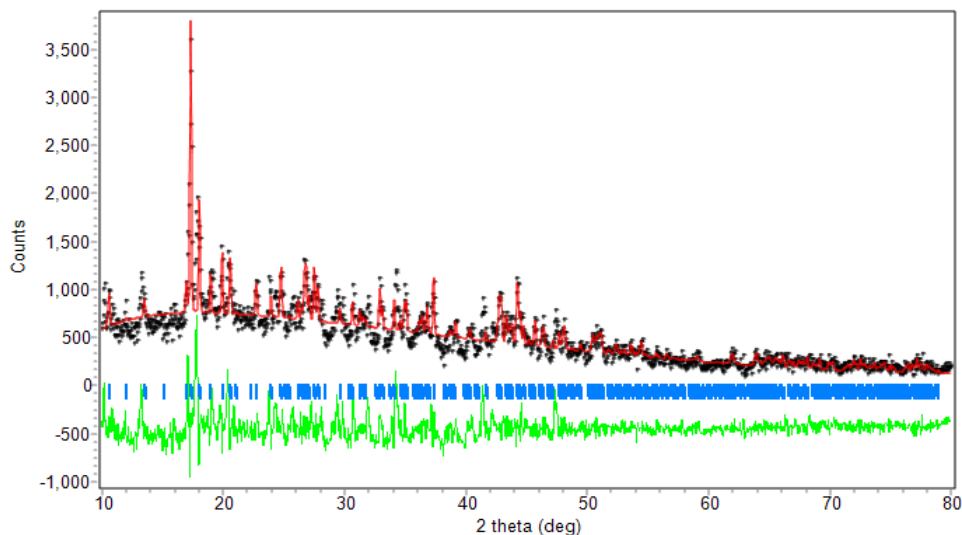
Gambar 4.4 Penumpukan pola difraksi XRD Ce(III)-BTC penelitian terdahulu (a) Peng, dkk., 2019, (b) Zhang, dkk., 2018, (c) Almasi, dkk., 2014.

Tabel 4.2 Puncak XRD Ce(III)-BTC hasil sintesis dengan penelitian terdahulu

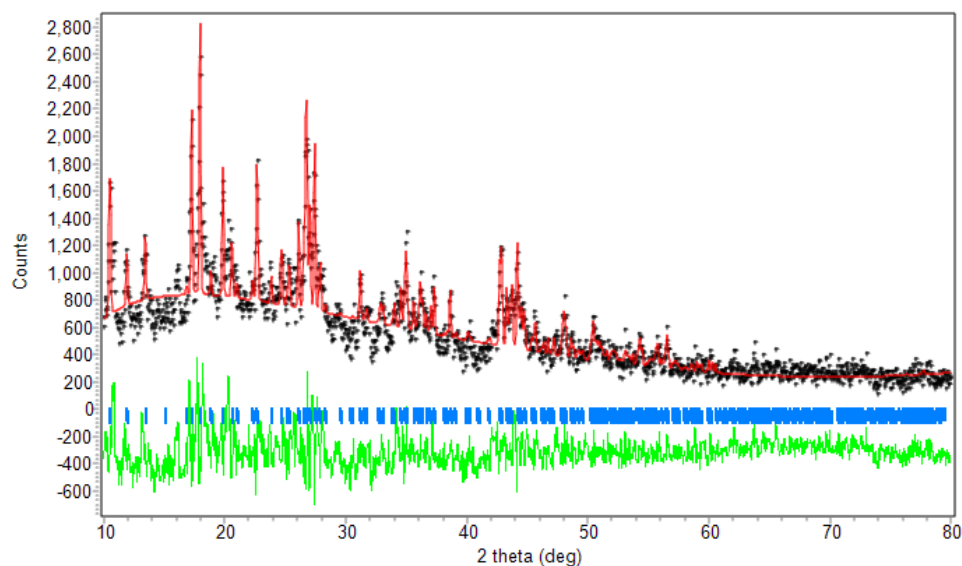
Ce(III)-BTC	Puncak XRD		
	2 θ (°)	2 θ (°)	2 θ (°)
Hasil sintesis suhu 100°C	8,47	10,91	17,83
Hasil sintesis suhu 130°C	8,38	10,48	17,9
Peng, dkk., 2019	8,4	10,6	18,1
Zhang, dkk., 2018	8,4	10,6	18,1

Berdasarkan Gambar 4.3 menunjukkan bahwa pola difraksi sinar-X kompleks Ce(III)-BTC dengan adanya variasi suhu memiliki perbedaan intensitas pada tiap puncak. Jika dibandingkan dengan kedua reaktan berupa standar ICDD serium nitrat hidrat 00-031-0335 dan standar ICDD ligan BTC 00-045-1880 mengalami perubahan sehingga mengindikasikan terbentuknya produk baru. Pada Gambar 4.4 diperoleh penumpukan pola XRD Ce(III)-BTC penelitian Peng, dkk., 2019, Zhang, dkk., 2018, dan Almasi, dkk., 2014 yang menunjukkan ketiga penelitian tersebut memiliki puncak khas yang sama. Berdasarkan Tabel 4.2 ditunjukkan bahwa puncak khas XRD pada hasil sintesis mengalami pergeseran puncak jika dibandingkan dengan puncak XRD penelitian terdahulu pada Gambar 4.4. Pergeseran puncak hasil sintesis tersebut dengan penelitian terdahulu juga ditunjukkan dalam Lampiran L.3.4. Hal tersebut diakibatkan adanya penggunaan pelarut yang berbeda pada penelitian terdahulu yaitu menggunakan DMF saja. Perbedaan tersebut menyebabkan perubahan struktur kristal atau kisi kristal dengan ditandai pergeseran puncak (Chen, dkk., 2008). Perbedaan intensitas puncak khas pada suhu 100°C dan 130°C menunjukkan semakin tinggi suhu maka intensitas puncak yang terbentuk semakin tinggi. Hal ini dikarenakan semakin tinggi suhu maka laju pertumbuhan kristal yang terbentuk semakin tinggi dengan dibuktikan adanya kenaikan intensitas puncak khas (Li, dkk., 2017).

Analisis data XRD selanjutnya dengan dilakukan *refinement* menggunakan program *Rietica* berdasarkan metode *Le Bail* untuk memperoleh data kristalografi. Proses *refinement* menggunakan data standar dari penelitian Almasi, dkk (2014) dikarenakan pola XRD di atas dibandingkan dengan penelitian Peng, dkk (2019) dan Almasi, dkk (2014) tetapi pada penelitian Peng, dkk (2019) tidak dicantumkan data kristalografi. Pada penelitian terdahulu Almasi, dkk (2014) Ce(III)-BTC memiliki kisi kristal tetragonal dengan *space group P43*, parameter kisi kristal $a = 10,4629 \text{ \AA}$; $c = 14,1275 \text{ (\AA)}$; $Z = 4$. Hasil plot *refinement* ditampilkan pada Gambar 4.5 dan Gambar 4.6 sedangkan data kristalografi yang diperoleh secara lengkap ditunjukkan pada Tabel 4.3.



Gambar 4.5 Plot hasil *refinement* kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu 100⁰C



Gambar 4.6 Plot hasil *refinement* kompleks Ce(III)-BTC dengan suhu 130⁰C

Hasil plot *refinement* yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan 4.6 terdapat adanya garis hitam, merah, hijau, dan biru. Garis titik hitam menunjukkan adanya puncak hasil sintesis dari difraktogram sedangkan garis merah menunjukkan puncak hasil secara teoritis. Adanya garis titik hitam dan merah yang saling tumpang tindih menunjukkan kesesuaian difraktogram hasil karakterisasi dengan teoritis. Kesesuaian yang terbentuk dari kedua garis tersebut akan menghasilkan garis hijau yang cenderung rata sedangkan jika garis hijau yang terbentuk tidak teratur menunjukkan kesesuaian yang terbentuk cenderung rendah antara hasil karakterisasi dengan perhitungan secara teoritis. Garis biru yang terbentuk menunjukkan adanya puncak yang seharusnya ada di sekitar 2θ (Ladd dan Palmer, 2003).

Tabel 4.3 Data kristalografi kompleks Ce(III)-BTC menggunakan metode Le Bail

Parameter	Cerium Nitrat Hidrat ^a	Ligan BTC ^b	{[Ce(BTC)(H ₂ O)] _n } (Almasi, dkk., 2014)	Ce(III)-BTC suhu 100°C	Ce(III)-BTC suhu 130°C
Sistem Kristal	<i>Triclinic</i>	<i>Monoclinic</i>	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Space Group	P-1	C2/c	<i>P43</i>	<i>P43</i>	<i>P43</i>
Satuan	2	48	4	4	4
Azimetrik (Z)	2	48	4	4	4
<i>a</i> (Å)	8,9050	26,9100	10,4629	10,5690	10,5822
<i>b</i> (Å)	10,6830	16,6200	-	-	-
<i>c</i> (Å)	6,6182	26,2300	14,1275	14,2939	14,2269
Volume sel (Å ³)	603,72	11727,71	1546,57	1596,69	1593,19
<i>R_p</i> (%)	-	-	-	15,67	14,24
<i>R_{wp}</i> (%)	-	-	-	21,32	18,45

Keterangan:

a: ICDD 00-031-0335

b: ICDD 00-045-1880

Berdasarkan Tabel 4.3 ditunjukkan bahwa kisi kristal yang diperoleh dari hasil sintesis masing-masing suhu memiliki perbedaan kisi kristal pada reaktan yang digunakan sehingga menunjukkan adanya perubahan kisi kristal. Selain itu, nilai residu profil (*R_p*) dan nilai residu profil berbobot (*R_{wp}*) yang diperoleh di atas 10%. Semakin kecil nilai *R_p* dan *R_{wp}* mengindikasikan bahwa kompleks Ce(III)-BTC yang telah disintesis memiliki kecocokan yang tinggi dengan standar yang digunakan. Menurut Andrieu, dkk (2018) nilai-nilai kesesuaian parameter diperoleh jika nilai *R_p* < 15% dan nilai *R_{wp}* < 20%. Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa pada suhu 130°C memiliki nilai *R_p* dan *R_{wp}* yang kecil dibandingkan dengan suhu 100°C dan nilai parameter kisi kristal mendekati dengan standar penelitian Almasi, dkk (2014). Hal ini juga dibuktikan dengan kesesuaian puncak khas dan intensitas pada suhu 130°C lebih mendekati dengan standar. Adanya perbedaan nilai *R_p*, *R_{wp}*, dan parameter kisi pada hasil sintesis juga menunjukkan bahwa variasi suhu cukup mempengaruhi struktur kristal. Selain itu, parameter kisi kristal yang terbentuk pada hasil sintesis sedikit berbeda dengan standar.

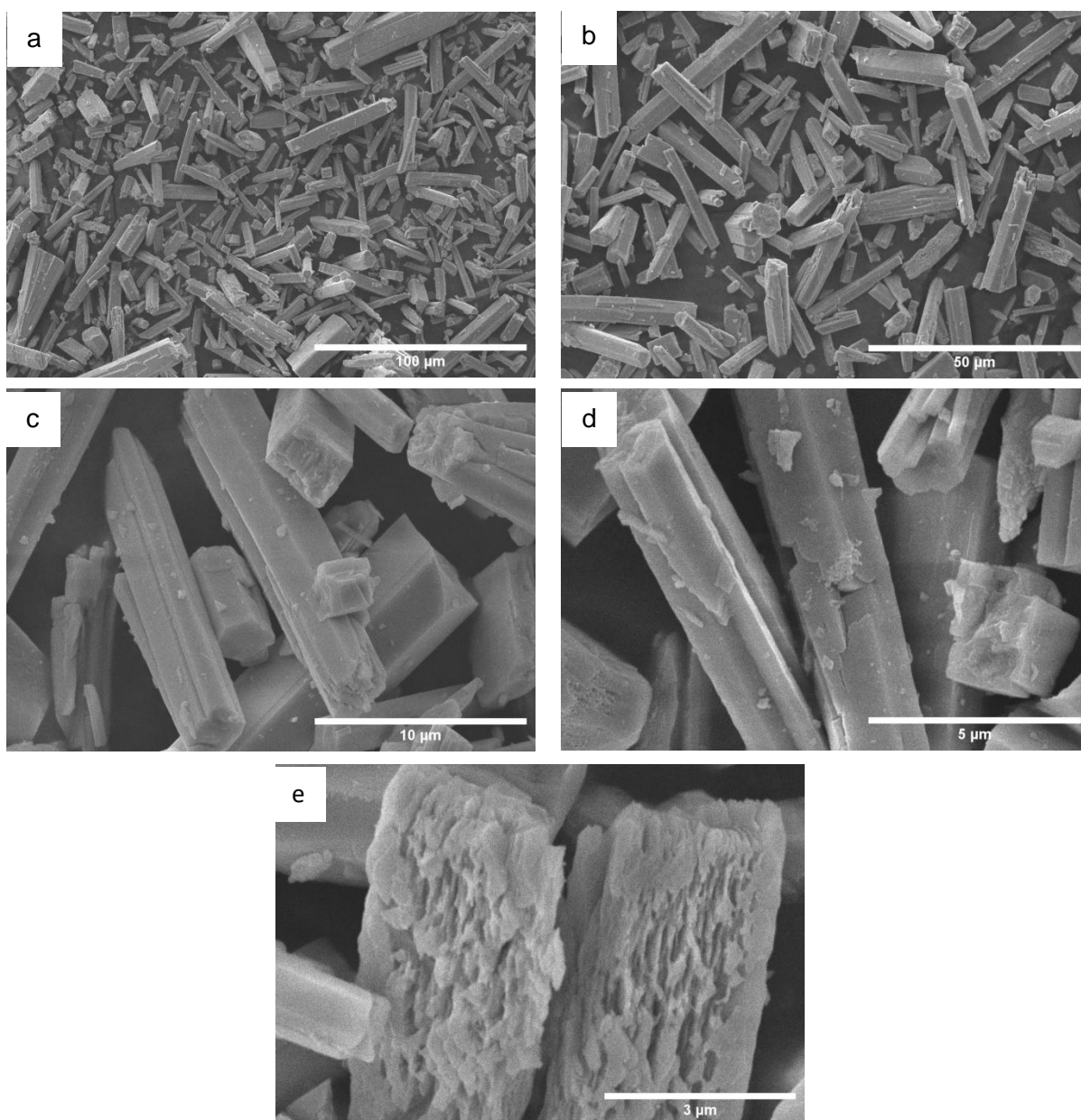
Berdasarkan lebar puncak dari hasil difraktogram tersebut diperoleh ukuran kristal dan derajat kristalinitas dengan menggunakan perhitungan *Debye-Scherrer*. Hasil perhitungan ukuran kristal dan derajat kristalinitas Ce(III)-BTC ditunjukkan pada Tabel 4.4. Berdasarkan hasil tersebut semakin tinggi suhu sintesis menghasilkan ukuran kristal yang semakin kecil. Penurunan ukuran kristal pada suhu sintesis yang tinggi dimungkinkan karena adanya susunan struktur kristal yang lebih teratur dan ikatan antar partikel semakin meningkat pada suhu tinggi (Kurniawan, dkk., 2014). Selain itu juga diperoleh hasil derajat kristalinitas Ce(III)-BTC yang menunjukkan semakin tinggi suhu sintesis derajat kristalinitas semakin turun. Penurunan derajat kristalinitas pada suhu sintesis yang tinggi dimungkinkan karena adanya laju difusi atom atau molekul dalam larutan yang semakin meningkat mengakibatkan pembentukan kristal yang kurang sempurna (Purnama, 2006).

Tabel 4.4 Hasil perhitungan ukuran kristal dan derajat kristalinitas Ce(III)-BTC

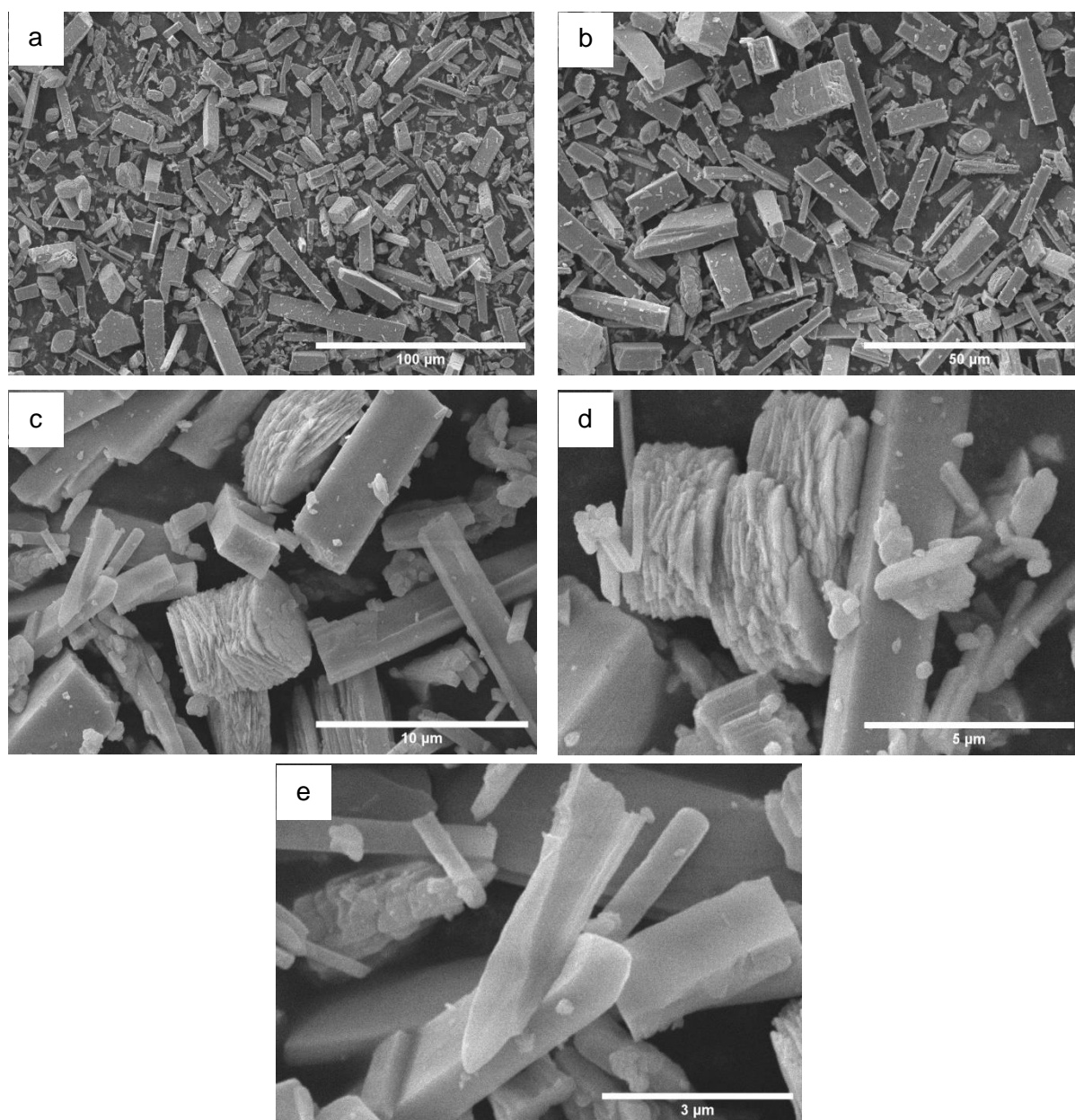
Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Derajat Kristalinitas (%)
Ce(III)-BTC suhu 100 ^o C	57,45	96,50
Ce(III)-BTC suhu 130 ^o C	22,14	91,03

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

Karakterisasi pada kompleks Ce(III)-BTC menggunakan SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi, ukuran partikel, dan unsur yang terdapat pada hasil produk sintesis dengan adanya pengaruh variasi suhu. Mikrograf SEM hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.7 dan Gambar 4.8 dengan perbesaran 500x; 1000x; 5000; 10000x; dan 15000x. Adanya perbesaran yang lebih kecil maka luas permukaan yang dipindai semakin lebar.



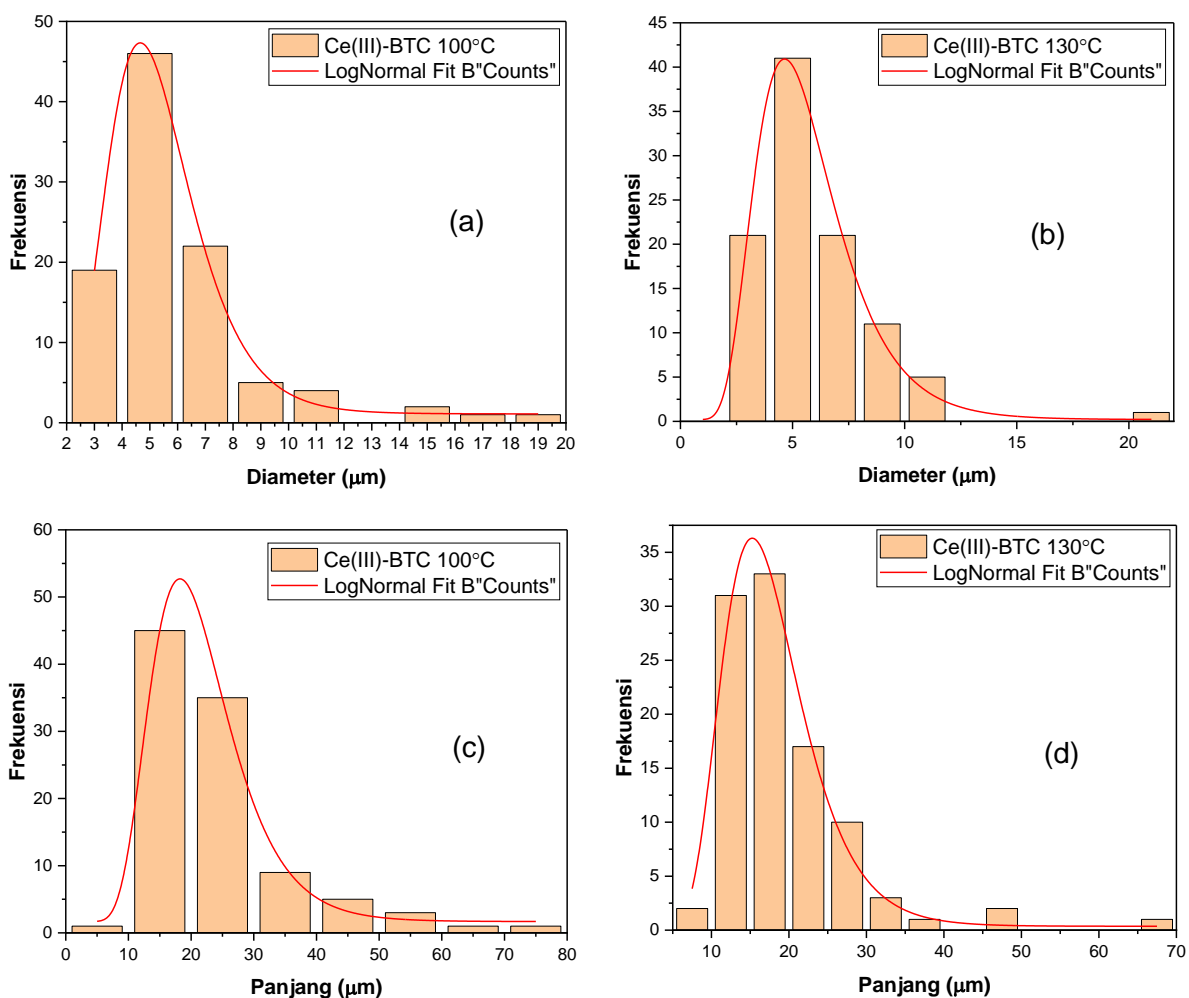
Gambar 4.7 Mikrograf SEM Ce(III)-BTC 100^oC dengan perbesaran (a) 500x; (b) 1000x; (c) 5000x; (d) 10000x; (e) 15000x



Gambar 4.8 Mikrograf SEM Ce(III)-BTC 130⁰C dengan perbesaran (a) 500x; (b) 1000x; (c) 5000x; (d) 10000x; (e) 15000x.

Hasil mikrograf SEM yang telah diperoleh menunjukkan bahwa morfologi pada kompleks Ce(III)-BTC dengan variasi suhu berupa partikel berbentuk *microrods* atau berupa batang dengan perbedaan pada panjang dan diameter. Hal ini sesuai dengan penelitian Zhu, dkk (2020) dan Laurikenas, dkk (2018) yang mensintesis kompleks Ce(III)-BTC menggunakan metode solvotermal dengan pelarut DMF dan air menghasilkan bentuk *microrods*. Namun hasil morfologi kompleks Ce(III)-BTC pada sintesis ini berbeda dengan penelitian Peng, dkk (2019) dan Zhang, dkk (2018) menggunakan metode solvotermal dengan hasil berbentuk jarum dan *straw-sheaves*. Hal ini dikarenakan pelarut yang digunakan berbeda yaitu DMF sedangkan pada penelitian Chevinly, dkk (2018) dengan pelarut DMF dan air menghasilkan morfologi yang berbeda berbentuk jarum dikarenakan adanya perubahan pH dengan penambahan tetrametilamonium hidroksida sehingga

menyebabkan perbedaan morfologi. Perbedaan pelarut dapat menyebabkan morfologi yang terbentuk berbeda dikarenakan pelarut air memiliki ikatan hidrogen sehingga menyebabkan partikel yang terbentuk semakin besar. Perbedaan morfologi Ce(III)-BTC hasil sintesis dengan penelitian terdahulu ditunjukkan pada lampiran L.5.5. Selain itu, *microrods* yang terbentuk memiliki porositas yang dapat diamati pada Gambar 4.7 (e) dan Gambar 4.8 (d). Morfologi pada produk sintesis yang telah diperoleh pada kompleks Ce(III)-BTC 100°C memiliki ukuran partikel yang lebih panjang, kecil, serta sedikit lebih tajam sedangkan pada kompleks Ce(III)-BTC 130°C ukuran partikelnya lebih pendek, besar, serta tumpul. Hal ini dibuktikan dengan hasil perhitungan distribusi diameter dan panjang partikel yang ditunjukkan pada Gambar 4.9.



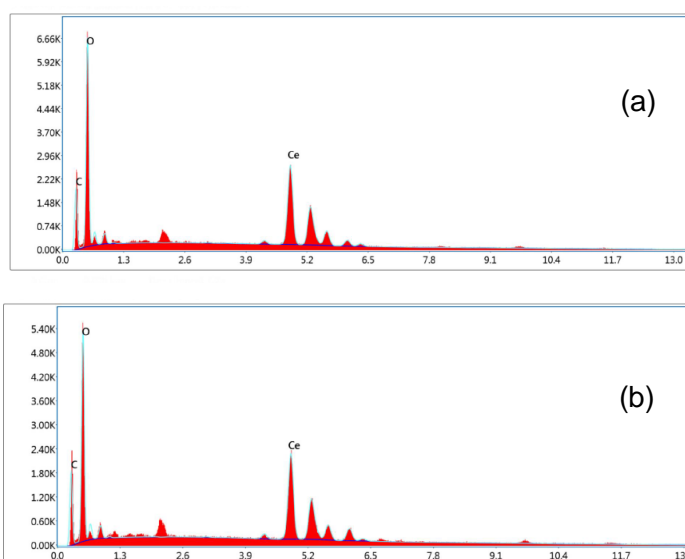
Gambar 4.9 Distribusi diameter dan panjang partikel Ce(III)-BTC dengan variasi suhu (a) diameter 100°C, (b) diameter 130°C, (c) panjang 100°C, dan (d) panjang 130°C

Berdasarkan Gambar 4.9 menunjukkan hasil distribusi diameter dan panjang partikel menggunakan aplikasi *image-J*. Pengukuran menggunakan aplikasi *image-J* dilakukan pada hasil mikroskop perbesaran 500x. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa pada Ce(III)-BTC suhu 100°C memiliki diameter partikel antara 2,5 μm – 19 μm dengan diameter maksimum pada 5,15 μm, sedangkan panjang partikel berada diantara 5 μm – 75 μm

dengan panjang maksimum pada 20,47 μm . Pada Ce(III)-BTC suhu 130⁰C memiliki diameter partikel antara 2,6 μm – 23 μm dengan diameter maksimum pada 5,37 μm , sedangkan panjang partikel berada diantara 7,5 μm – 67,5 μm dengan panjang maksimum pada 17 μm . Hasil distribusi partikel yang diperoleh mendekati rentang ukuran partikel pada penelitian Peng, dkk (2019) sebesar 10-20 μm dan penelitian Zhu, dkk (2020) dengan diameter partikel 5-10 μm . Berdasarkan hasil analisis data menggunakan *image-J* diperoleh semakin besar suhu maka diameter partikel semakin besar dan panjang partikel semakin pendek. Hal ini dikarenakan pada suhu yang terlalu tinggi dapat menghambat mobilitas permukaan dan membuat permukaan menjadi tidak aktif untuk mengalami pertumbuhan sehingga mengakibatkan panjang partikel pada suhu tinggi mengalami penurunan (Sufyan, dkk., 2021). Berbeda dengan diameter partikel pada suhu tinggi semakin besar dikarenakan adanya penggabungan antar partikel sehingga mengakibatkan diameter menjadi besar (Asmin, dkk., 2015). Hal ini sesuai dengan pencitraan yang didapat dari SEM serta hasil dari distribusi diameter dan panjang partikel menunjukkan bahwa kompleks Ce(III)-BTC pada sintesis ini sesuai untuk diaplikasikan sebagai *drug delivery system* dikarenakan pada penelitian Mahato (2017) menyatakan bahwa mikropartikel dapat digunakan sebagai kandidat *drug delivery system* dengan rentang 1-100 μm . Selain itu untuk mengetahui unsur penyusun kompleks Ce(III)-BTC ditunjukkan pada Tabel 4.5 dan Gambar 4.10.

Tabel 4.5 Persentase unsur-unsur senyawa penyusun Ce(III)-BTC hasil EDX

Senyawa	Kadar Ce (%)	Kadar C (%)	Kadar O (%)	Rasio Mol
Ce(III)-BTC 100 ⁰ C	9,32	30,50	60,18	1:6:3
Ce(III)-BTC 130 ⁰ C	9,27	33,33	57,41	1:6:3

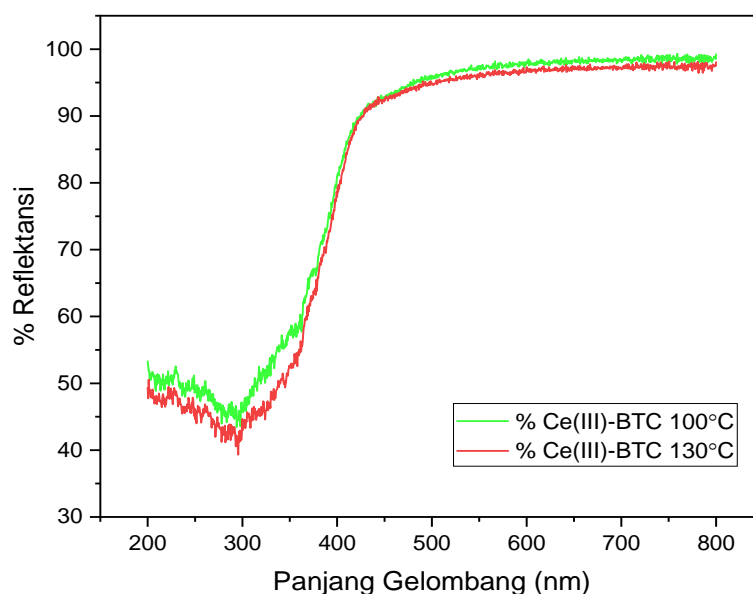


Gambar 4.10 Hasil EDX Ce(III)-BTC dengan variasi suhu (a) 100⁰C dan (b) 130⁰C.

Berdasarkan hasil EDX pada Tabel 4.5 dan Gambar 4.10 menunjukkan unsur penyawa penyusun Ce(III)-BTC terdiri dari Ce, C, dan O. Masing-masing variasi suhu memiliki perbandingan rasio mol Ce:C:O sebesar 1:6:3 dengan perhitungan yang terdapat pada Lampiran L.5.4. Jika dibandingkan dengan penelitian Almasi, dkk (2014) yang memiliki rasio mol sebesar 1:9:7 menunjukkan adanya perbedaan dengan rasio mol hasil sintesis. Hal tersebut memiliki kesesuaian dengan hasil XRD yang juga memiliki perbedaan puncak dengan penelitian Almasi, dkk (2014). Perbedaan tersebut dapat disebabkan adanya penggunaan pelarut yang berbeda serta pada EDX memiliki keterbatasan dalam menganalisa permukaan pada sampel yang dikenai sinar X sehingga rasio yang diperoleh berbeda dan tidak mencakup rasio keseluruhan pada sampel (Umam dan Rosyidah, 2013).

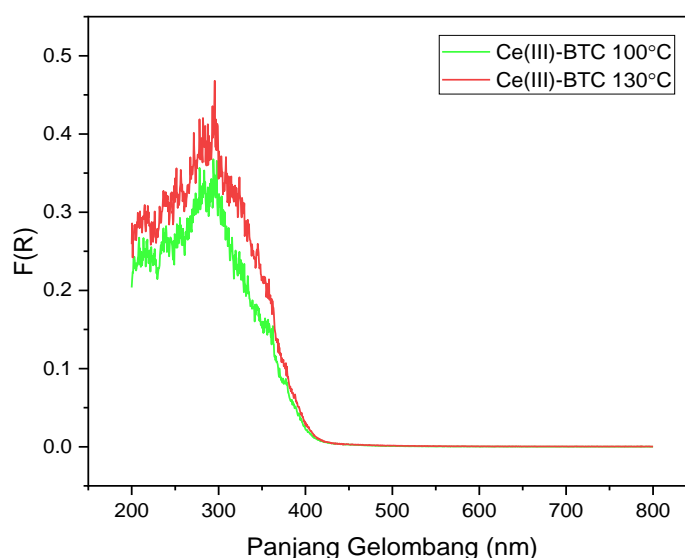
4.2.3 Hasil Karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi UV-Vis DRS pada kompleks Ce(III)-BTC dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang dan energi celah pita. Karakterisasi UV-Vis DRS menghasilkan nilai panjang gelombang dan % reflektansi. Hasil UV-Vis DRS ditunjukkan pada Gambar 4.11 dengan adanya perbedaan nilai % reflektansi dan panjang gelombang pada kompleks Ce(III)-BTC 100°C dan 130°C. Berdasarkan Gambar 4.11 menunjukkan perubahan nilai % reflektansi berada daerah UV dengan rentang pengukuran 200-400 nm. Pada Ce(III)-BTC suhu 100°C memiliki nilai % reflektansi yang tinggi dibandingkan Ce(III)-BTC pada suhu 130°C. Nilai % reflektansi yang rendah pada daerah UV menunjukkan absorbansi yang tinggi pada daerah tersebut.

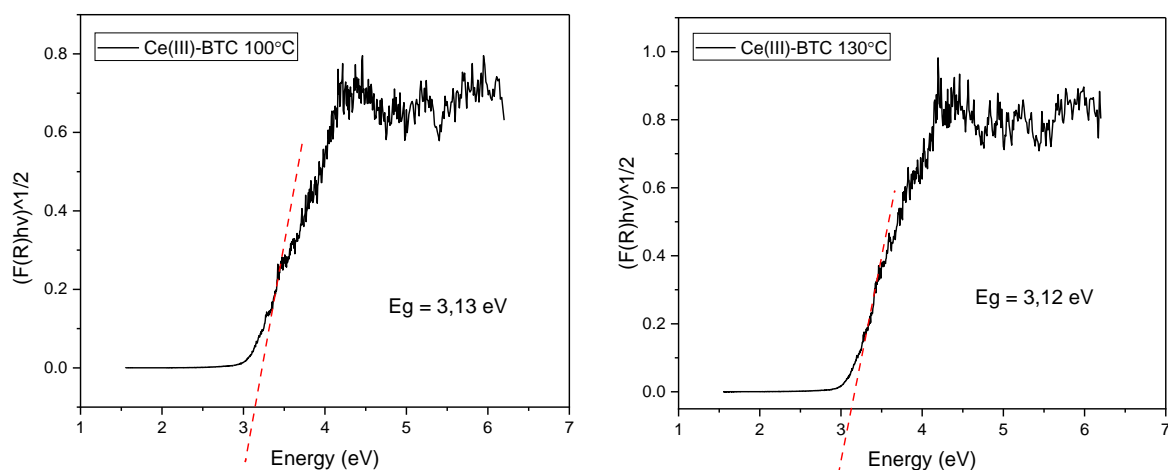


Gambar 4.11 Spektra DRS hubungan panjang gelombang (sumbu x) dan % reflektansi (sumbu y) pada kompleks Ce(III)-BTC

Hasil UV-Vis DRS juga menghasilkan grafik yang menjelaskan hubungan antara panjang gelombang dan nilai absorbansi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.12. Berdasarkan grafik tersebut diperoleh perubahan berada pada daerah UV dengan rentang panjang gelombang 200-400 nm. Kompleks Ce(III)-BTC pada suhu 130°C memiliki nilai absorbansi yang tinggi dibanding kompleks Ce(III)-BTC suhu 100°C. Puncak tertinggi absorbansi pada Ce(III)-BTC 100°C sebesar 294 nm sedangkan 130°C sebesar 295 nm. Berdasarkan penelitian Rao dan Sahu (2001) diperoleh nilai absorbansi berada pada panjang gelombang 250 nm terdapat adanya transfer muatan ligan ke logam dari $O^{2-} \rightarrow Ce^{3+}$ sedangkan pada 297 nm menunjukkan adanya transfer muatan ligan ke logam dari $O^{2-} \rightarrow Ce^{4+}$. Nilai absorbansi Ce^{3+} berupa $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ pada penelitian Veranitisagul, dkk (2011) diperoleh pada panjang gelombang sebesar 265 nm. Dari kedua hasil sintesis tersebut diperoleh nilai absorbansi pada panjang gelombang yang mendekati 297 nm sehingga pada Ce(III)-BTC hasil sintesis terdapat adanya transfer muatan $O^{2-} \rightarrow Ce^{4+}$. Selain itu, pada penelitian Bensalem dan Bozon (1992) juga diperoleh nilai absorbansi sebesar 280 nm yang menunjukkan adanya transfer muatan $O^{2-} \rightarrow Ce^{4+}$. Hal tersebut menunjukkan bahwa serium yang terbentuk pada kompleks ini berupa Ce^{4+} . Data yang telah diperoleh di atas kemudian dianalisis menggunakan persamaan Kubelka Munk untuk menentukan nilai energi celah pita dengan pemotongan grafik antara sumbu x yang merupakan $h\nu$ atau energi (eV) dan sumbu y merupakan $(F(R)h\nu)^{1/2}$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.13 serta hasil karakterisasi UV-Vis DRS secara lebih lengkap ditunjukkan pada Tabel 4.6.



Gambar 4.12 Spektra DRS hubungan $F(R)$ dengan panjang gelombang Ce(III)-BTC dengan variasi suhu.



Gambar 4.13 Spektra DRS energi celah pita kompleks Ce(III)-BTC.

Tabel 4.6 Nilai energi celah pita pada kompleks Ce(III)-BTC

Sampel	Panjang Gelombang	Energi Celah Pita
Ce(III)-BTC suhu 100 ^o C	396,4 nm	3,13 eV
Ce(III)-BTC suhu 130 ^o C	397,7 nm	3,12 eV

Pada penelitian Zhang, dkk (2019) diperoleh energi celah pita kompleks Ce(III)-BTC sebesar 3,25 eV. Hasil tersebut memiliki perbedaan dengan energi celah pita pada hasil sintesis dikarenakan adanya perbedaan lingkungan saat melakukan sintesis seperti suhu, waktu sintesis, dan pelarut yang digunakan sehingga menyebabkan struktur elektronik yang terbentuk berbeda. Berdasarkan Tabel 4.5 menunjukkan nilai energi celah pita cenderung menurun dengan peningkatan suhu sintesis. Pada penelitian Kumar dan Pandey (2017) menyatakan bahwa suhu sintesis yang tinggi dapat mengakibatkan energi celah pita menurun disebabkan oleh adanya pembentukan struktur kristal yang sempurna dan meningkatnya ukuran diameter partikel. Ketika ukuran partikel melebar maka ruang antar pita menjadi lebih kecil dikarenakan parameter kisi menurun dengan seiring diameter yang membesar. Selain itu energi celah pita juga menurun seiring ukuran kristal menurun hal ini diakibatkan adanya cacat massal atau *bulk defects* yang menyebabkan delokalisasi orbital molekul pada tepi pita konduksi dan energi elektron terperangkap secara dalam (Simsek, dkk., 2022). Jika hasil UV-Vis DRS dibandingkan dengan hasil XRD menunjukkan bahwa pada suhu 130^oC ukuran kristal mengalami penurunan. Hal ini sesuai dengan hasil UV-Vis DRS pada suhu 130^oC mengalami penurunan energi celah pita. Selain itu panjang gelombang ambang yang diperoleh dari hasil sintesis kompleks Ce(III)-BTC berada pada daerah sinar UV yaitu 200-400 nm.

4.3 Tinjauan Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC dalam Perspektif Islam

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, ditemukan bahwa kompleks Ce(III)-BTC, jika dinilai dari distribusi ukuran partikelnya, memiliki potensi sebagai sistem penghantaran obat dengan ukuran partikel 5,15 μm dan 20,47 μm pada suhu 100^oC, serta

5,37 μm dan 17 μm pada suhu 130⁰C. Temuan ini mengindikasikan bahwa bahan yang sebelumnya dianggap tidak berharga, seperti logam, dapat dimanfaatkan untuk tujuan yang bermanfaat. Meskipun demikian, penggunaan sintesis ini belum optimal dan belum umum dalam pengolahan di Indonesia. Kendalanya terletak pada kurangnya penelitian khusus mengenai potensi dan pemanfaatan unsur tanah jarang. Dalam konteks ini, Al-Quran dalam surat Al-Baqarah: 29 juga menggarisbawahi pemanfaatan berbagai sumber daya alam termasuk unsur tanah jarang sebagai karunia Allah SWT yang berbunyi:

هُوَ الَّذِي خَلَقَ لَكُمْ مَّا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا ثُمَّ اسْتَوَىٰ إِلَى السَّمَاءِ فَسَوَّاهُنَّ سَبْعَ سَمَاوَاتٍ ۗ وَهُوَ بِكُلِّ شَيْءٍ عَلِيمٌ

Artinya : *“Dialah (Allah) yang menciptakan segala apa yang ada di bumi untukmu kemudian Dia menuju ke langit, lalu Dia menyempurnakannya menjadi tujuh langit. Dan Dia Maha Mengetahui segala sesuatu.”* (QS. Al-Baqarah: 29).

Pada awal ayat ini, Hamka (1989) menginterpretasikan bahwa Allah menciptakan bumi dan isinya dengan tujuan memberikan sebanyak mungkin kenikmatan kepada manusia. Bumi menyediakan berbagai kenikmatan melimpah, termasuk air yang mengalir, lautan yang luas, pohon kayu di hutan, hewan ternak, dan beragam sumber daya lainnya. Kenikmatan tersebut tidak hanya terbatas pada yang terlihat di permukaan. Akan tetapi juga mencakup kekayaan yang tersembunyi di dalam bumi, seperti minyak tanah, mangan, uranium, besi, dan berbagai logam lainnya. Semua kenikmatan ini diberikan agar manusia dapat memanfaatkannya sebaik mungkin, menggunakan akal dan ilmu yang Allah anugerahkan. Dengan pesatnya perkembangan zaman, terutama dalam bidang obat-obatan, inovasi semakin berkembang. Salah satu contohnya adalah pemanfaatan logam yang ada di bumi sebagai bahan utama untuk menciptakan senyawa kompleks yang dikembangkan menjadi MOF (*Metal-Organic Framework*) sebagai sistem penghantaran obat. Hal ini mencerminkan kreativitas manusia dalam memanfaatkan sumber daya alam yang melimpah. Ayat ini juga menekankan bahwa semua kenikmatan yang Allah berikan, termasuk sumber daya alam, seharusnya tidak disia-siakan. Sebaliknya, manusia diingatkan untuk memanfaatkannya sebaik-baiknya. Prinsip ini sejalan dalam surat Shaad: 27 yang menegaskan pentingnya tidak menyia-nyiakan karunia Allah yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۗ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya : *“Kami tidak menciptakan langit dan bumi serta apa yang ada di antara keduanya secara sia-sia. Itulah anggapan orang-orang yang kufur. Maka celakalah orang-orang yang kufur (mereka akan masuk) neraka”.*

Shihab (2002) menafsirkan ayat 27 dari surat Shaad yang menyatakan, "Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya secara sia-sia," sebagai bukti bahwa penciptaan langit, bumi, dan segala isinya termasuk mineral, logam,

udara, dan lain-lain tidak dilakukan tanpa tujuan yang jelas oleh Allah SWT. Semua ini disajikan dengan tujuan yang benar dan bermakna. Mereka yang tidak mengakui hikmah di balik penciptaan segala sesuatu di bumi dan langit, tanpa menyadari hikmah atau manfaatnya dapat dianggap sebagai orang-orang yang tidak beriman. Ayat tersebut mengajak manusia yang mampu berfikir untuk bersyukur atas nikmat Tuhan yang diberikan. Salah satu wujud syukur tersebut adalah dengan mengembangkan dan menggali sumber daya alam yang ada di sekitar mereka serta memanfaatkannya sebaik-baiknya. Dengan demikian, pengertian akan tujuan penciptaan yang tidak sia-sia akan mendorong manusia untuk lebih menghargai dan mengelola sumber daya alam dengan bijaksana.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan diperoleh kesimpulan bahwa sintesis kompleks Ce(III)-BTC dapat dilakukan dengan metode solvotermal pada suhu 100^oC dan 130^oC. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan adanya perubahan struktur dengan adanya variasi suhu. Hasil SEM menunjukkan morfologi pada Ce(III)-BTC berbentuk *microrods* dengan perbedaan diameter dan panjang partikel sedangkan hasil EDX menunjukkan unsur penyusun Ce(III)-BTC adalah Ce, C, dan O. Hasil UV-Vis DRS berupa energi celah pita masing-masing pada suhu 100^oC dan 130^oC sebesar 3,13 eV dan 3,12 eV dengan panjang gelombang 396,4 nm dan 397,7 nm yang berada pada daerah sinar UV dan serium yang terbentuk berupa Ce⁴⁺.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan adalah sebagai berikut:

1. Diperlukan karakterisasi lebih lanjut untuk mengetahui sifat kompleks Ce(III)-BTC seperti menggunakan FTIR, BET, dan SAA.
2. Diperlukan pengujian lebih lanjut untuk mengetahui efektifitas kompleks Ce(III)-BTC digunakan sebagai *drug delivery system*.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustinus, E. T. S. 2009. Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit): Perbedaan Perlakuan Statis dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas dan Kualitas Kristal. *Puslit Geoteknologi Komplek LIPI*.
- Anbia, M., Faryadras, M., Ghaffarinejad, A. 2015. Synthesis and Characterization of Zn₃(BTC)₂ Nanoporous Sorbent and Its Application for Hydrogen Storage at Ambient Temperature. *Journal of Applied Chemical Research*. 9(3): 33-41.
- Andrieux, J., Gardiola, B., dan Dezellus, O. 2018. Synthesis of Ti Matrix Composites Reinforced with TiC Particles: in Situ Synchrotron X-Ray Diffraction and Modeling. *Journal of Material Science*. 53(13): 9533-9544.
- Asmin, L. O. 2015. Fabrikasi Nanopartikel Zinc Ferrite (ZnFe₂O₄) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya. *Spektra: Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. 16(3): 62-66.
- Barker, E., Shephred, J., dan Asencio, I., O. 2022. The Use of Cerium Compounds as Antimicrobials for Biomedical Application. *Molecules*. 27(2678): 1-23.
- Bensalem, A., Muller, J. C., Tessier, D., dan Bozon-Verduraz, F. 1992. *J. Chem. Soc., Faraday Trans*. 88: 153.
- Bhownik, D., Gopinath, H., Kumar, B. P., Duraivel, S., Kumar, K. P. S. 2012. Recent Advances in Novel Topical Drug Delivery System. *The Pharma Innovation Journal*. 1(9): 12-31.
- Almáši, M., Zeleňák, V., Císařová, I., Bell, A. 2010. A Novel Cerium Metal-Organic Framework.
- Almáši, M., Zeleňák, V., Opanasenko, M., Císařová, I. 2014. Ce(III) and Lu(III) Metal-Organic Framework with Lewis Acid Metal Sites: Preparation, Sorption Properties and Catalytic Activity in Knoevenagel Condensation. *Catalysis Today*.
- Alwin, E., Koci, K., Wojcieszak, R., Zielinski, M., Edelmanna, M., Pietrowski, M. 2020. *Materials*. 13(2576): 1-19.
- Camara, M., Daiguebonne, C., Guillou, O., Badiane, A. M., Badiane, I., Yague, S., Dret, F. L. 2014. Synthesis and Crystal Structure of A New Calcium-Containing Trimesate Coordination Polymer: [Ca₃(BTC)₂(H₂O)₁₂]_∞. *J. Soc. Ouest-Afr. Chim*. 035: 57-63.
- Chang, Raymond. 2004. *Kimia Dasar: Konsep-Konsep Inti*. Ed. Ke-3. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Chen, J., Wang, J., Ulrich, J., Yin, Q., dan Xue, L. 2008. Effect of Solvent on the Crystal Structure and Habit of Hydrocortisone. *Crystal Growth & Design*. 8(5): 1490-1494.
- Cheng, X., Zhang, A., Hou, K., Liu, M., Wang, Y., Song, C., Zhang, G., Guo, X. 2013. Size and Morphology Controlled NH₂-MIL-53(Al) Prepared in DMF-Water Mixed Solvents. *Dalton. Trans*. 42: 13698-13705.
- Chevinly, A. S., Mobtaker, H. G., Yousefi, T., Shirani, A. S., Aghayan, H. 2016. {[Ce(BTC)(H₂O)].DMF}_n Metal Organic Frameworks as A New Adsorbent for Removal of Neodymium Ions. *Inorganica Chimica Acta*.

- Cotton, F. A., dan Wilkinson, G. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia.
- Feng, S., dan Guanghua, L. 2011. *In Modern Inorganic Synthetic Chemistry*. Amsterdam: Elsevier. 63 – 95.
- Ghows, N., dan Entezari, M. H. 2010. A Novel Method for The Synthesis of CdS Nanoparticles Without Surfactant. *J. Ultsonch*. 18: 269 – 275.
- Grall, R., Hidalgo, T., Delic, J., Garcia-Marquez, A., Chevillard, S., Horcajada, P. In Vitro Biocompatibility of Mesoporous Metal (III; Fe, Al, Cr) Trimesate MOF Nanocarriers. *Journal of Materials Chemistry B*. 3(8279): 1-38.
- Hamka. 1989. *Tafsir Al-Azhar Jilid 1*. Jakarta: Pustaka Nasional PTE LTD Singapura.
- Hanif, Q. A., Nugraha, R. E., dan Lestari, W. W. 2018. Kajian Metal-Organic Frameworks (MOFS) Sebagai Material Baru Pengantar Obat. *Jurnal Penelitian Kimia*. 14(1): 16-36.
- 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*.
- Herbstein, F. H. 2005. *Crystalline Molecular Complexes and Compounds Volume* . New York: Oxford University Press Inc.
- Hermawati, E. S. Suhartana, Taslimah. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 19(3): 94-98.
- Huheey, and James E. 1993. *Inorganic Chemistry: Principle of Structure and Reactivity Edition 4*. Harper & Row.
- Ismawati, L., dan Suparno, F. A. D. 2020. Logam Tanah Jarang, Kedaulatan dan Keamanan Nasional. *Prosiding TPT XXIX PERHAPI*.
- Khan, M. E., Khan, M. M., Cho, M. H. 2017. Ce³⁺-ion, Surface Oxygen Vacancy, and Visible Light-induced Photocatalytic Dye Degradation and Photocapacitive Performance of CeO₂-Graphene Nanostructures. *Scientific Reports*. 7: 5928.
- Kumar, A., dan Pandey, G. 2017. Synthesis, Characterization, Effect of Temperature on Band Gap Energy of Molybdenum Oxide Nano Rods and Their Antibacterial Activity. *American Journal of Nanosciences*. 3(4): 81-85.
- Kurniawan, A., Nizar, M., Rijal, M., Bagas, R., Setyarsih, W. 2014. Studi Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi Terhadap Kekerasan Bentuk Morfologi dan Analisis Porositas Nanokomposit CAO/SiO₂ untuk Aplikasi Bahan Biomaterial. *Jurnal Pendidikan Fisika dan Aplikasinya*. 4(2): 22-26.
- Ladd dan Palmer. 2003. *Structure Determination by X-Ray Crystallography Fourth Edition*. New York: Springer Science + Business Media.
- Laurikenas, A., Beganskiene, A., Kareiva, A. 2018. On The Synthesis and Characterization of Lanthanide Metal-Organic Frameworks. *Ceramics*. 54-64.
- Lee, Y. R., Kim, J., dan Ahn, W. S. 2013. Synthesis of Metal-Organic Frameworks: A Mini Review. *Korean Journal of Chemical Engineering*. 30(9): 1667-1680.

- Lee, J. Y., dan Choi, J. H. 2022. Copper-Based Metal-Organic Framework for Highly Efficient Adsorption of Lead Ions from Aqueous Solution. *Mater Res. Express*.
- 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.
- Li, W., Yu, G., Wang, S., Ding, J., Xu, X., Gu, Q., Wang, D., Huang, P. 2017. Influence of Temperature on The Growth and Surface Morphology of Fe³⁺ Poisoned KDP Crystals. *Royal Society of Chemistry Advances*. 7: 17531-17538.
- Li, Z., Werner, K., Qian, K., You, R., Plucienik, A., Jia, A., Wu, L., Zhang, L., Pan, H., Kühlenbeck, H., Shaikhutdinov, S., Huang, W., dan Freund, H. J. 2019. Oxidation of Reduced Ceria by Incorporation of Hydrogen. *Angewandte Chemie International Edition*. 58: 14686-14693.
- Liu, Z., Fan, A., Ho, C. H. 2020. Preparation of AC/Cu-BTC Composite and Its Adsorption Mechanisms. *J. Environ. Eng.* 146(4).
- Mahato, R. 2017. Multifunctional Micro and Nanoparticles. Emerging Nanotechnologies for Diagnostics, *Drug Delivery, and Medical Devices*.
- Male, Y. T., Tehubijuluw, H., Pelata, P. M. 2013. Synthesis of Binuclear Complex Compound of {[Fe(L)(NCS)₂]₂oks} (L= 1,10-phenantroline and 2,2'-bipyridine). *Ind. J. Chem. Res.* Vol 1: 15-22.
- 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.
- 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: 1358-1364.
- Rao, G., dan Sahu, H. R. 2001. XRD and UV-Vis Diffuse Reflectance Analysis of CeO₂-ZrO₂ Solid Solution Synthesized by Combustion Method. *Proc. Indian Acad. Sci. (Chem. Sci.)*. 113(5-6): 651 – 658.
- Rena, Zaharah, T. A., Shofiyani, A. 2018. Pengaruh pH Terhadap Adsorpsi Sesium (IV) Dari Tailing Peti Menggunakan Komposit Kitosan-Karbon Beads Terikat Silang Glutaraldehyd. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. 7(3): 27-33.
- Robin, A. Y., dan Katharina, M. F. 2006. Coordination Polymer Networks with O-and N-donors: What they are, why and how they are made. *Coordination Chemistry Reviews*. 250: 2127-2157.
- Sculley, J., Yuan, D., Zhou, H. 2011. The Current of Hydrogen Storage in Metal Organic Frameworks. *Energy Environmental Science*. 4: 2721-2735.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Quran Cet. 12*. Jakarta: Lentera Hati.

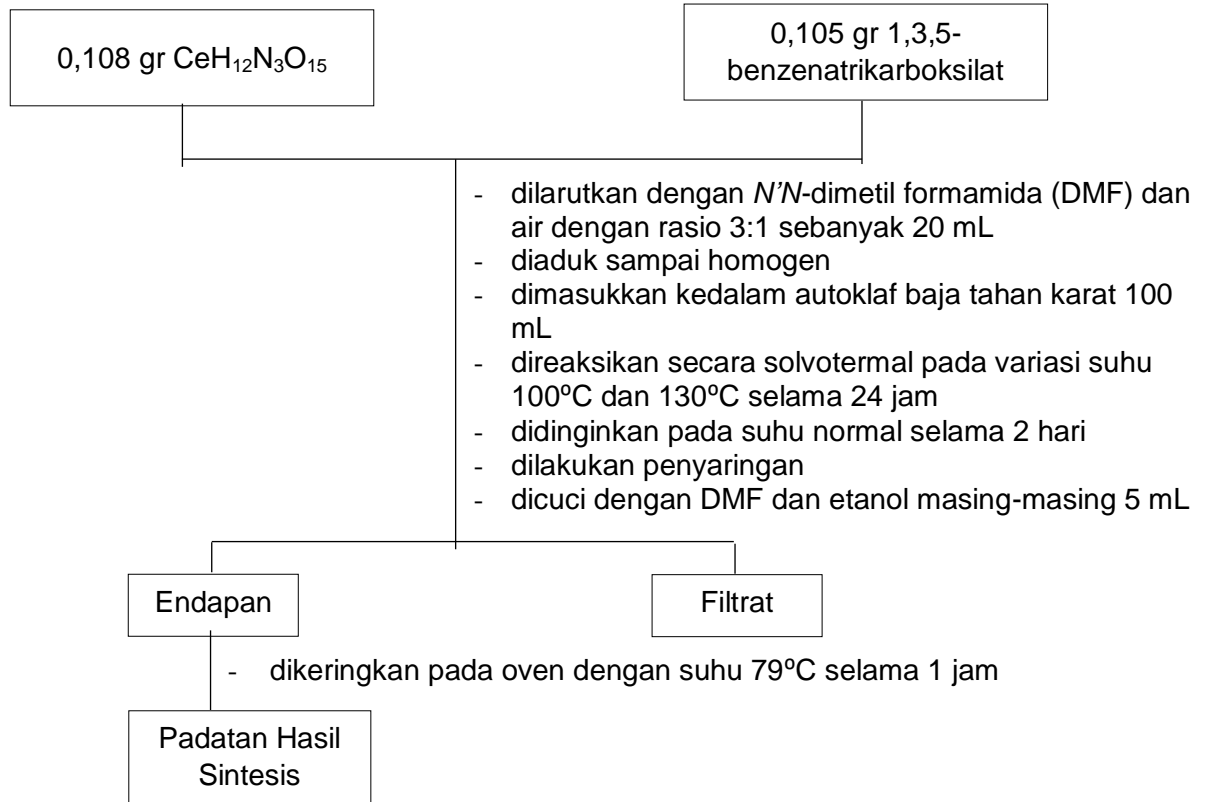
- Simsek, T., Ceylan, A., Askin, G. S., Ozcan, S. 2022. Band Gap Engineering of ZnO Nanocrystallites Prepared via Ball-Milling. *Politeknik Dergisi*. 25(1): 89-94.
- Sufyan, M., Mehmood, U., Gill, Y. Q., Nazar, R., Khan, A. U. H. 2021. Hydrothermally Synthesize Zinc Oxide (ZnO) Nanorods as an Effective Photoanode Material for Third-Generation Dye-Sensitized Solar Cells. *Material Letters*. 297: 1-4.
- Umam, J., dan Rosyidah, A. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Aurivillius $\text{CaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ dan $\text{LaBi}_2\text{TiNbO}_9$ dengan Metode Solid State. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*. 2(1): 2337-3520.
- Veranitisagul, C., Kaewvilai, A., Sangngern, S., Wattanathana, W., Suratmitr, S., Koonsaeng, N., Laobuthee, A. 2011. Novel Recovery of Nano-Structured Ceria (CeO_2) from Ce(III)-Benzoxazine Dimer Complexes via Thermal Decomposition. *International Journal of Molecular Sciences*. 12: 4365-4377.
- Volklinger, C., Meddouri, M., Loiseau, T., Guilou, N., Marrot, J., Ferey, G., Haouas, M., Taulelle, F., Audebrand, N., Latroche, M. 2008. The Kagome Topology of The Gallium and Indium Metal-Organic Framework Types with a MIL-68 Structure: Synthesis, XRD, Solid-State NMR Characterizations, and Hydrogen Adsorption. *Feng* . 47(24): 11892 – 11901.
- Wang, L., He, J., Chen, ., Lv, Y. 2020. A Lanthanide MOF Catalyst with An Excellent Thermal Stability for The Synthesis of Polycarbonate Diol. *Journal of the Chemical Society*.
- Winarti, L. 2013. Sistem Penghantaran Obat Tertarget, Macam, Jenis-Jenis Sistem Penghantaran, Dan Aplikasinya. *Stomatognatic-Jurnal Kedokteran Gigi*. 10(2): 75-81.
- Xie, J., Yan, N., Qu, Z., Yang, S. 2012. Synthesis, Characterization and Experimental Investigation of Cu-BTC as CO_2 Adsorbent from Flue Gas. *Journal of Environmental Sciences*. 24(4): 640-644.
- Xu, B., Guo, H., Wang, S., Li, Y., Zhang, H., Liu, C. 2012. Solvothermal Synthesis of Luminescent $\text{Eu}(\text{BTC})(\text{H}_2\text{O})\text{DMF}$ Hierarchical Architectures. *CrystEngComm*. 14: 2914-2919.
- Yanti, F. M., Murti, S. D. S., Krisnandi, Y. K. A. 2016. Partial Oxidation of Methane to Methanol Over Catalyst ZSM-5 From Coal Fly Ash and Rice Husk Ash. *MATEC Web of Conferences*. 101: 1-5.
- Zhang, ., Hou, F., Li, H., Yang, Y., Wang, Y., Liu, N., Yang, Y. 2018. A Strawsheave-Like Metal Organic Framework Ce-BTC Derivative Containing High Spesific Surface Area for Improving The Catalytic Activity of CO Oxidation Reaction. *Microporous and Mesoporous Materials*.
- Zhang, C., Xu, Y., Lv, C., Zhou, X., Wang, Y., Xing, W., Meng, Q., Kong, Y., Chen, G. 2019. Mimicking π Backdonation in Ce-MOFs for Solar-Driven Ammonia Synthesis. *ACS Applied Material & Interfaces*. 11: 29917-29923.
- Zhu, B. J., Yu, X. Y., Jia, Y., Peng, F. M., Sun, B., Zhang, M. Y., Luo, T., Liu, J. H., Huang, X. J. 2012. Iron and 1,3,5-Benzenetricarboxyli Metal-Organic Coordination Polymers Prepared by Solvothermal Method and Their Application in Efficient $\text{As}(\text{V})$ Remoal from Aqueous Solutions. *The Journal of Physical Chemistry*. 116: 8601-8607.

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(983): 1-14.

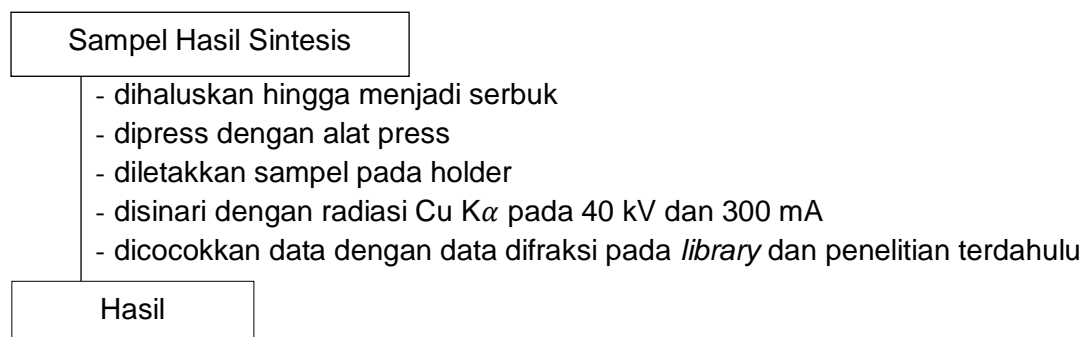
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

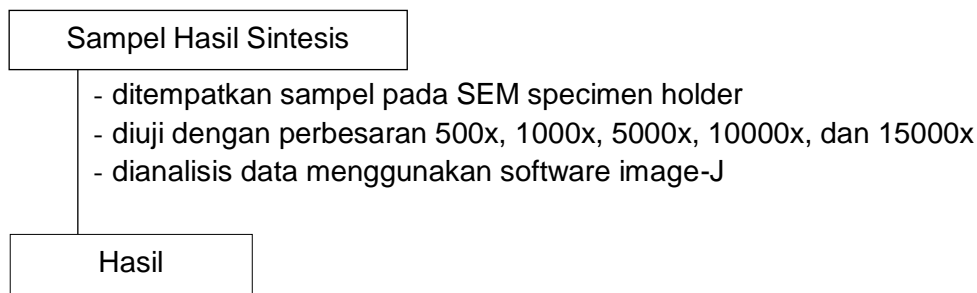
L.1.1 Sintesis Kompleks Ce(III)-BTC dengan Variasi Suhu 100°C dan 130°C menggunakan Metode Solvotermal



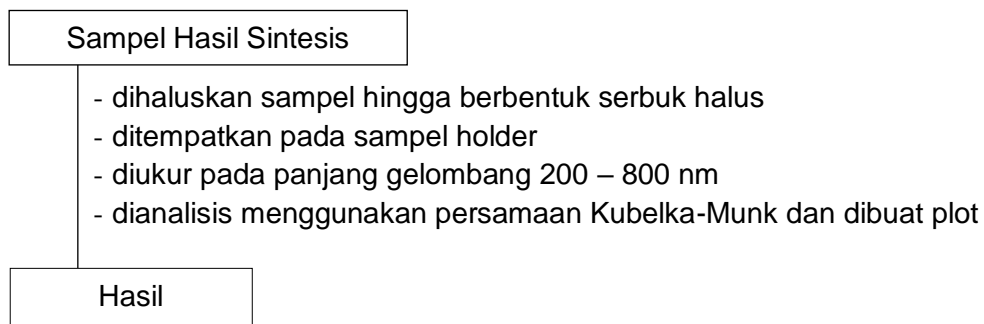
L.1.2 Karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan XRD



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



L.1.4 Karakterisasi Kompleks Ce(III)-BTC Menggunakan UV-Vis DRS



Lampiran 2. Perhitungan

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

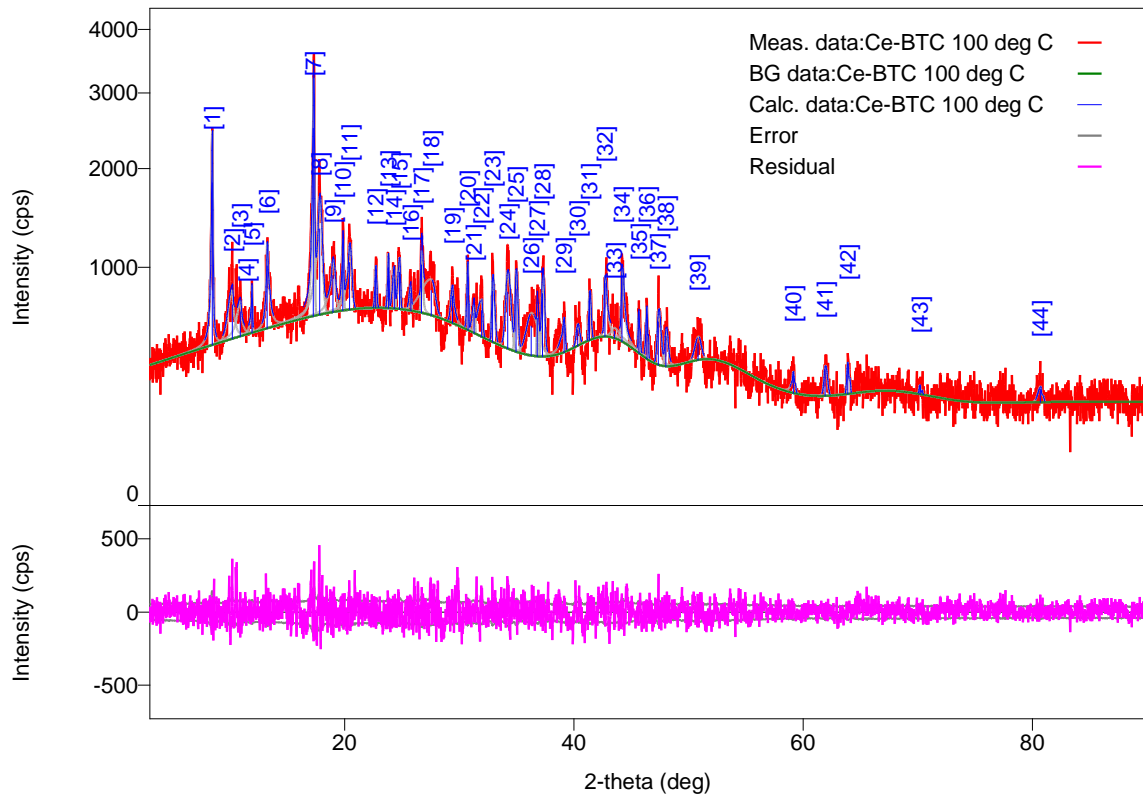
Mr Senyawa	= 434,22 g/mol
Mol Senyawa	= 0,25 mmol
Massa Senyawa	= mol x BM
	= 0,25 mmol x 434,22 g/mol
	= 0,108 g

L.2.2 Perhitungan Massa Senyawa 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (BTC)

Mr Senyawa	= 210,14 g/mol
Mol Senyawa	= 0,5 mmol
Massa Senyawa	= mol x BM
	= 0,5 mmol x 210,14 g/mol
	= 0,105 g

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

L.3.1 Data XRD Ce(III)-BTC 100°C



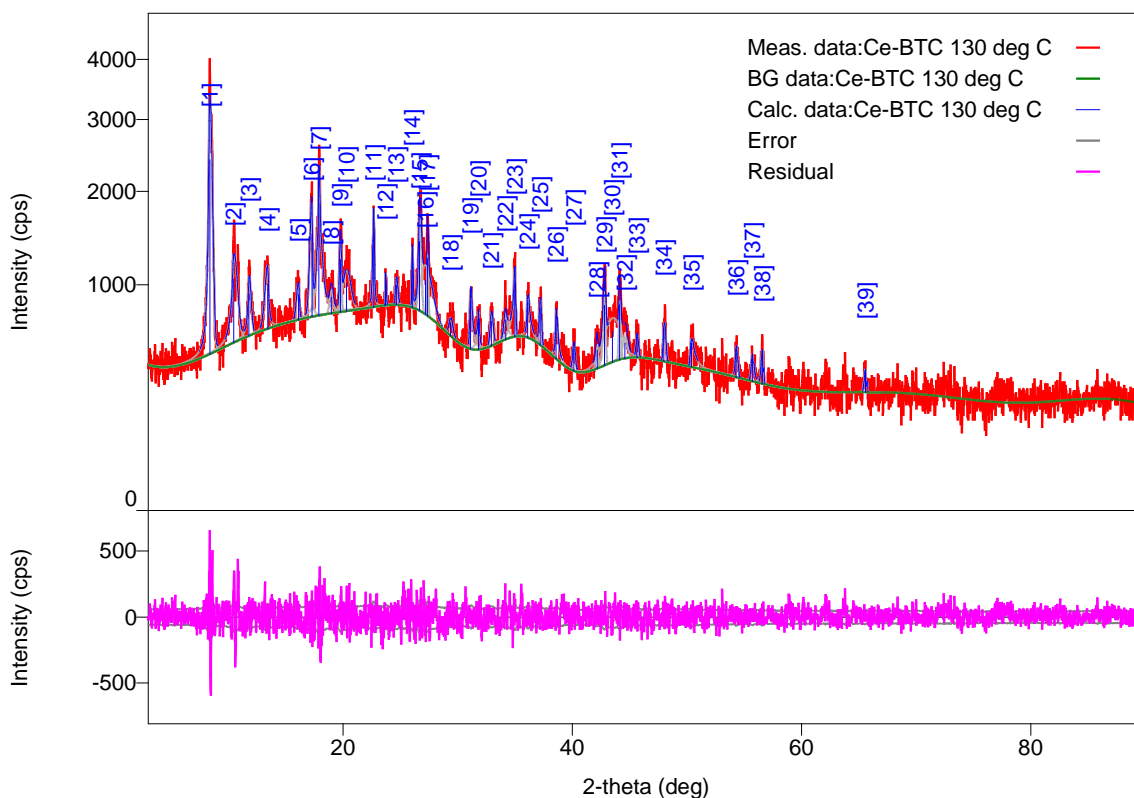
Gambar L.3.1 Difraktogram Ce(III)-BTC suhu 100°C

Tabel L.3.1 Data difraktogram XRD Ce(III)-BTC suhu 100°C

2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
8.474(9)	10.426(11)	1385(107)	0.139(12)	310(12)	0.22(3)	2.6(10)
10.21(2)	8.653(18)	220(43)	0.53(6)	152(17)	0.7(2)	4(2)
10.91(4)	8.10(3)	158(36)	0.46(11)	118(29)	0.7(4)	2.6(10)
11(17830)	8(8)	0.00(6)	6(77971)	0(58)	10(126210)	2.6(10)
11.939(8)	7.407(5)	229(44)	0.095(18)	41(4)	0.18(5)	5(2)
13.26(2)	6.671(10)	460(62)	0.21(3)	187(10)	0.41(8)	0.8(4)
17.290(5)	5.1246(14)	1879(125)	0.147(7)	416(17)	0.22(2)	0.88(7)
17.831(13)	4.970(4)	708(77)	0.45(3)	476(20)	0.67(10)	0.88(7)
18.99(2)	4.671(5)	277(48)	0.43(5)	178(15)	0.64(17)	0.88(7)
19.848(8)	4.4696(18)	447(61)	0.12(2)	83(9)	0.19(5)	0.88(7)
20.443(15)	4.341(3)	367(55)	0.37(4)	205(14)	0.56(12)	0.88(7)
22.73(4)	3.910(7)	233(44)	0.17(3)	43(9)	0.19(7)	1.2(10)
23.840(12)	3.7294(19)	314(51)	0.13(3)	44(6)	0.14(4)	2.9(10)
24.33(2)	3.655(3)	224(43)	0.23(4)	54(7)	0.24(8)	2.9(10)
24.81(2)	3.586(3)	278(48)	0.26(3)	77(8)	0.28(8)	2.9(10)
25.78(7)	3.453(9)	127(32)	0.19(7)	26(11)	0.21(14)	4(10)
26.70(2)	3.336(3)	367(55)	0.17(3)	77(11)	0.21(6)	0.5(3)
27.58(10)	3.232(11)	178(38)	1.38(10)	261(22)	1.5(4)	2.9(10)
29.42(5)	3.034(6)	187(39)	0.29(8)	79(18)	0.42(18)	1.7(11)
30.771(7)	2.9034(7)	381(56)	0.13(2)	54(6)	0.14(4)	5(3)
31.30(3)	2.855(2)	129(33)	0.24(7)	33(10)	0.26(14)	5(3)

31.97(2)	2.7976(19)	168(37)	0.53(11)	95(16)	0.6(2)	5(3)
32.910(10)	2.7194(8)	339(53)	0.26(3)	93(11)	0.27(8)	0.5(3)
34.23(3)	2.618(2)	371(56)	0.50(4)	204(13)	0.55(12)	0.76(19)
34.967(16)	2.5640(11)	412(59)	0.24(2)	109(8)	0.26(6)	0.76(19)
36.29(8)	2.473(5)	174(38)	1.2(2)	222(27)	1.3(4)	0.76(19)
36.818(16)	2.4392(10)	229(44)	0.10(4)	26(9)	0.11(6)	0.76(19)
37.287(17)	2.4096(11)	403(58)	0.25(3)	112(18)	0.28(9)	0.76(19)
39.15(3)	2.2991(19)	156(36)	0.24(14)	69(14)	0.44(19)	2(4)
40.34(17)	2.234(9)	94(28)	0.32(13)	32(14)	0.3(3)	1(2)
41.38(6)	2.180(3)	276(48)	0.18(5)	53(13)	0.19(8)	0.8(11)
42.722(14)	2.1148(6)	368(55)	0.20(6)	122(16)	0.33(9)	0.6(4)
43.6(2)	2.076(9)	43(19)	0.9(7)	61(18)	1.4(11)	0.6(4)
44.216(12)	2.0467(5)	464(62)	0.18(5)	143(13)	0.31(7)	0.6(4)
45.68(2)	1.9846(10)	248(45)	0.11(2)	29(7)	0.12(5)	1.1(11)
46.391(10)	1.9557(4)	264(47)	0.15(3)	42(8)	0.16(6)	3(3)
47.39(5)	1.917(2)	246(45)	0.33(5)	97(11)	0.39(12)	0.7(5)
48.04(4)	1.8922(16)	164(37)	0.26(7)	51(7)	0.31(12)	0.7(5)
50.85(14)	1.794(5)	90(27)	0.61(11)	58(13)	0.6(3)	1.3(12)
59.16(3)	1.5603(7)	79(26)	0.18(7)	24(5)	0.30(16)	2(2)
61.94(2)	1.4969(5)	113(31)	0.26(8)	33(7)	0.30(14)	1.0(13)
63.913(19)	1.4554(4)	133(33)	0.17(4)	24(6)	0.18(9)	1.7(19)
70.21(12)	1.339(2)	39(18)	0.13(11)	5(5)	0.1(2)	2(9)
80.72(4)	1.1895(5)	49(20)	0.35(13)	19(7)	0.4(3)	3(5)

L.3.2 Data XRD Ce(III)-BTC 130°C



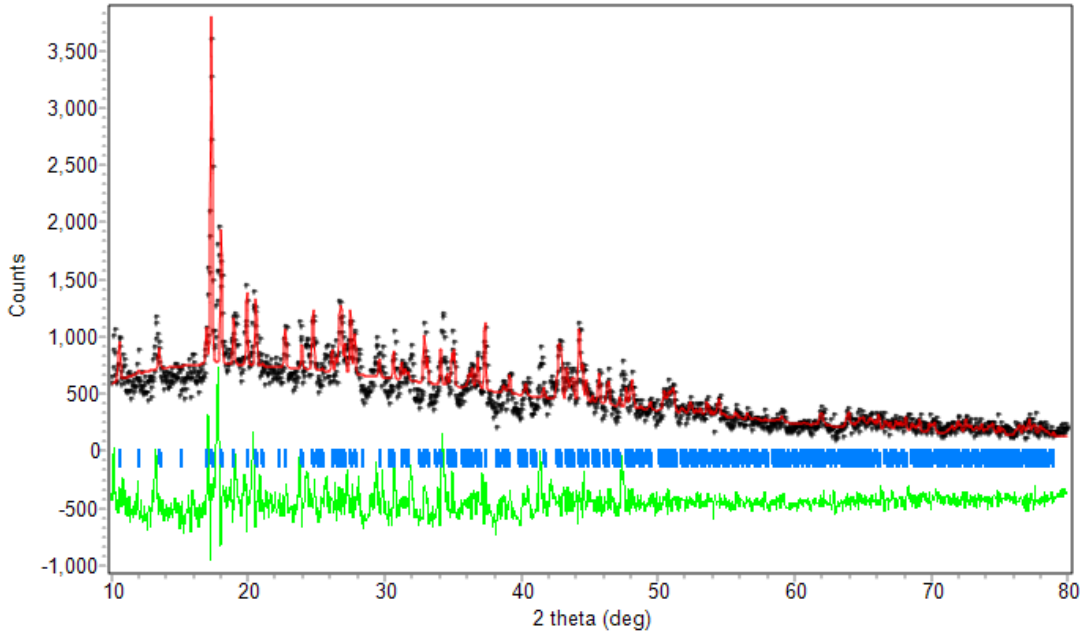
Gambar L.3.2 Difraktogram Ce(III)-BTC suhu 130°C

Tabel L.3.2 Data difraktogram XRD Ce(III)-BTC suhu 130^oC

2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
8.381(4)	10.542(5)	1938(127)	0.360(11)	852(22)	0.44(4)	0.50(10)
10.480(12)	8.435(10)	500(65)	0.53(3)	342(19)	0.68(13)	0.50(18)
11.806(14)	7.490(9)	324(52)	0.30(4)	127(10)	0.39(10)	0.50(18)
13.43(2)	6.586(12)	358(55)	0.37(4)	173(17)	0.48(12)	3.2(10)
16.12(5)	5.495(17)	202(41)	0.29(4)	61(13)	0.30(12)	2.4(19)
17.293(6)	5.1239(18)	767(80)	0.247(16)	223(14)	0.29(5)	5(4)
17.903(6)	4.9505(18)	1112(96)	0.23(3)	533(20)	0.48(6)	0.6(2)
18.99(4)	4.668(11)	134(33)	0.34(8)	50(10)	0.37(16)	1.0(4)
19.77(2)	4.487(4)	465(62)	0.18(2)	88(20)	0.19(7)	1.0(4)
20.32(7)	4.366(16)	238(44)	0.80(13)	205(21)	0.9(2)	1.0(4)
22.697(6)	3.9146(10)	699(76)	0.145(18)	144(9)	0.21(4)	3(2)
23.723(11)	3.7475(17)	285(49)	0.06(2)	18(8)	0.06(4)	0.5(10)
24.65(8)	3.608(12)	167(37)	0.23(7)	43(14)	0.26(14)	0.7(10)
26.049(6)	3.4180(8)	517(66)	0.082(17)	46(6)	0.09(2)	0.82(19)
26.694(7)	3.3368(9)	639(73)	0.26(2)	180(36)	0.28(9)	0.82(19)
27.20(7)	3.276(8)	287(49)	1.18(12)	371(31)	1.3(3)	0.82(19)
27.381(7)	3.2547(9)	502(65)	0.09(2)	51(8)	0.10(3)	0.82(19)
29.39(4)	3.037(4)	90(27)	0.39(10)	39(8)	0.4(2)	0.82(19)
31.14(5)	2.870(5)	355(54)	0.19(6)	106(12)	0.30(8)	0.7(10)
31.826(15)	2.8095(13)	215(42)	0.12(7)	50(9)	0.23(9)	2(5)
32.95(2)	2.7158(16)	169(38)	0.28(6)	50(12)	0.29(14)	1.0(11)
34.20(4)	2.620(3)	140(34)	0.28(9)	56(12)	0.40(18)	2(3)
35.01(2)	2.5608(17)	426(60)	0.19(6)	133(13)	0.31(7)	4(3)
36.118(15)	2.4848(10)	265(47)	0.22(4)	104(10)	0.39(11)	0.5(6)
37.21(5)	2.414(3)	261(47)	0.20(4)	59(9)	0.23(7)	1.2(12)
38.599(12)	2.3306(7)	297(50)	0.13(5)	79(8)	0.27(7)	0.5(6)
40.137(19)	2.2448(10)	129(33)	0.23(6)	33(6)	0.25(11)	1.1(2)
42.18(3)	2.1406(14)	110(30)	0.18(7)	23(5)	0.21(10)	2.8(15)
42.83(2)	2.1095(11)	415(59)	0.21(3)	101(9)	0.24(6)	2.8(15)
43.51(8)	2.078(4)	197(40)	1.82(15)	395(30)	2.0(6)	1.1(2)
44.136(9)	2.0502(4)	387(57)	0.13(2)	55(8)	0.14(4)	1.1(2)
44.60(4)	2.0298(18)	96(28)	0.46(15)	49(21)	0.5(4)	1.1(2)
45.66(2)	1.9855(9)	129(33)	0.18(6)	25(5)	0.20(9)	1.1(2)
48.02(6)	1.893(2)	216(42)	0.20(5)	47(10)	0.22(9)	0.9(9)
50.40(6)	1.809(2)	145(35)	0.28(11)	69(10)	0.47(18)	0.7(7)
54.32(4)	1.6875(11)	165(37)	0.17(5)	34(6)	0.21(9)	1.3(13)
55.72(3)	1.6483(8)	130(33)	0.18(5)	33(6)	0.25(11)	2.2(13)
56.591(9)	1.6250(2)	166(37)	0.15(2)	26(3)	0.16(5)	5(2)
65.588(13)	1.4222(3)	108(30)	0.14(5)	18(6)	0.17(10)	5(9)

L.3.3 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Menggunakan Program Rietica

A New refinement

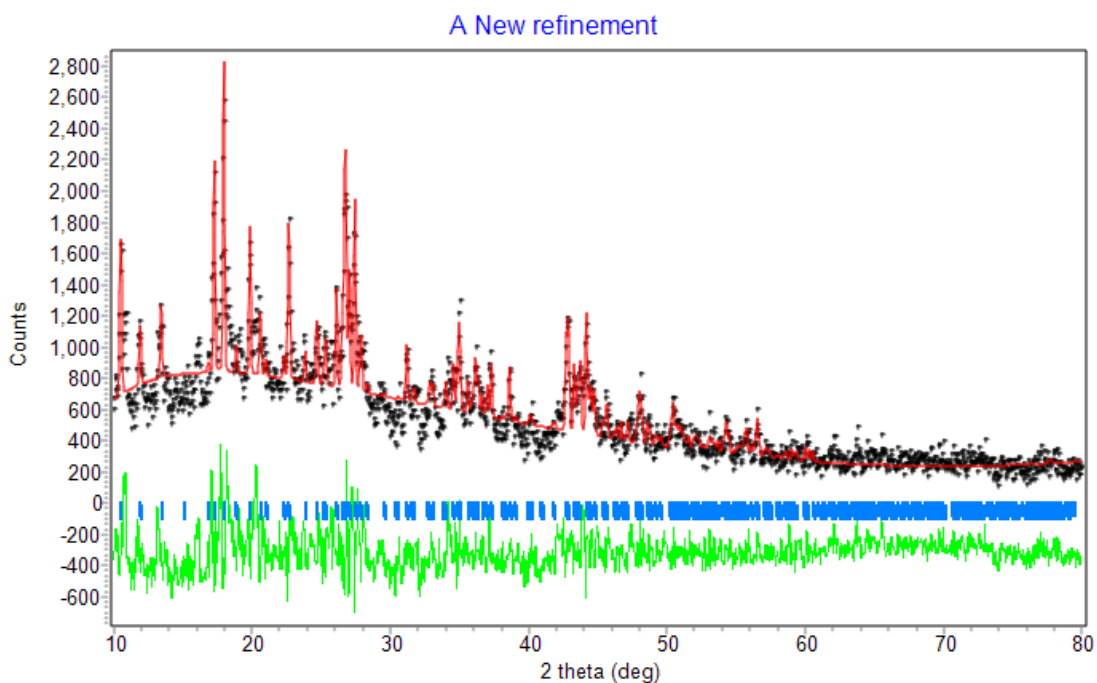


Gambar L.3.3.1 Hasil refinement XRD Ce(III)-BTC suhu 100⁰C

```

CELL PARAMETERS    = 10.569016  0.001816  0.003036
                   10.569016  0.001816  0.003036
                   14.293961  0.001160  0.006848
                   90.000008  0.000008  0.000000
                   90.000008  0.000008  0.000000
                   90.000008  0.000008  0.000000
RECIPROCAL CELL    = 0.095  0.095  0.070  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME        = 586.693848  1.002936
    
```

Hist	Rp	Rwp	GOF
1	15.67	21.32	0.3408E+02



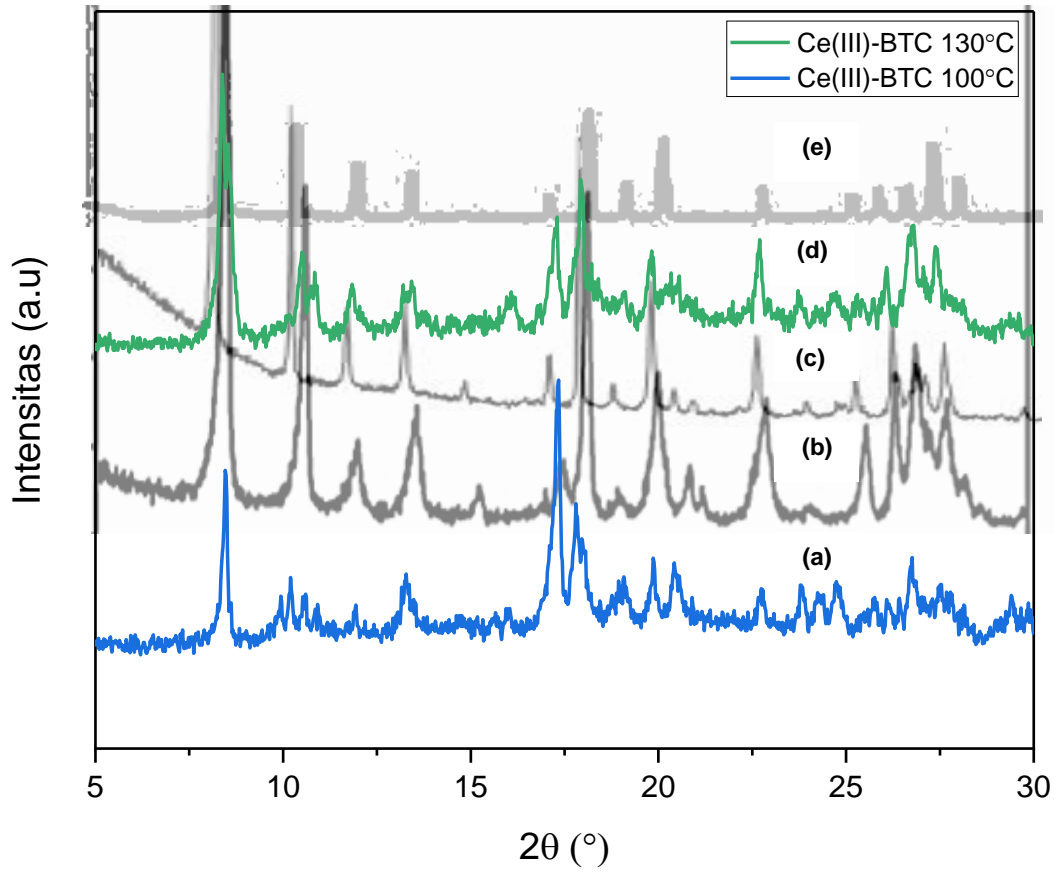
Gambar L.3.3.2 Hasil refinement XRD Ce(III)-BTC suhu 130°C

```

CELL PARAMETERS   = 10.582232  0.000834  0.002360
                   10.582232  0.000834  0.002360
                   14.226962  0.002963  0.005757
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
RECIPROCAL CELL   = 0.094  0.094  0.070  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME       = 1593.187012  0.817299
  
```

Hist	Rp	Rwp	GOF
1	14.24	18.45	0.3160E+02

L.3.4 Penumpukan Pola XRD Ce(III)-BTC Hasil Sintesis dengan Pola Standar



Gambar L.3.3.3 Penumpukan pola XRD Ce(III)-BTC hasil sintesis (a) 100°C, (d) 130°C dengan pola standar penelitian (b) Peng, dkk., 2019; (c) Zhang, dkk., 2018; (e) Almasi, dkk., 2014

Lampiran 4. Perhitungan Ukuran Kristal dan Derajat Kristalinitas Ce(III)-BTC

L.4.1 Data Ukuran Kristal Ce(III)-BTC Suhu 100°C

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

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,139 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,147}{180} \times 3,14 = 0,00242$$

$$2\theta = 8,47 \rightarrow \theta = 4,235$$

$$\cos \theta = 0,99727$$

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

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,00242 \times 0,99727} = 574,5 \text{ \AA} = 57,45 \text{ nm}$$

L.4.2 Data Ukuran Kristal Ce(III)-BTC Suhu 130°C

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

$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,36 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,36}{180} \times 3,14 = 0,00628$$

$$2\theta = 8,381 \rightarrow \theta = 4,1905$$

$$\cos \theta = 0,99733$$

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

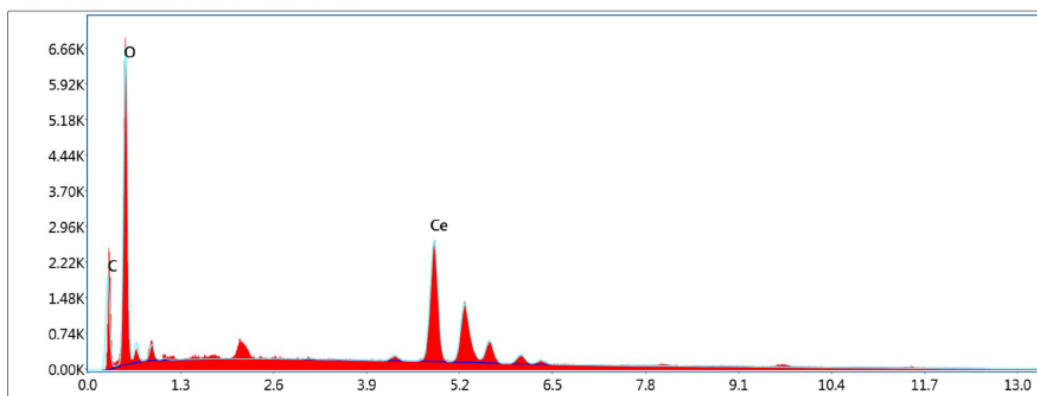
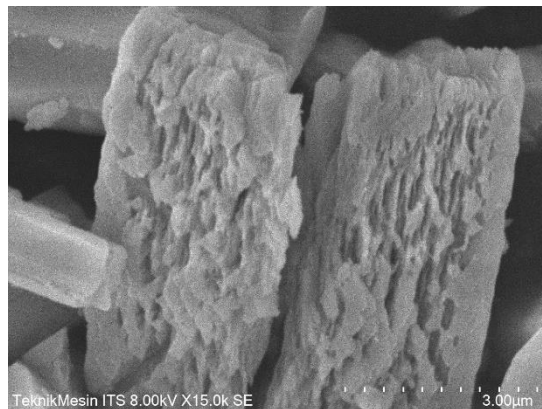
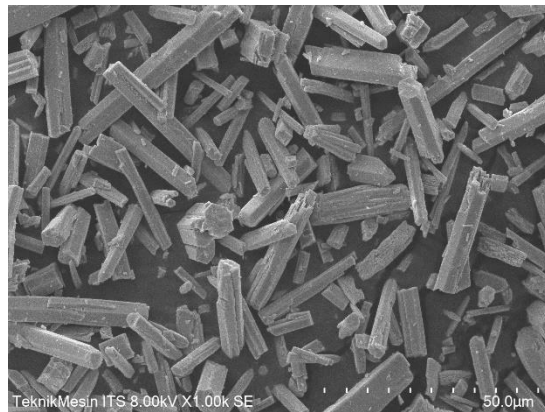
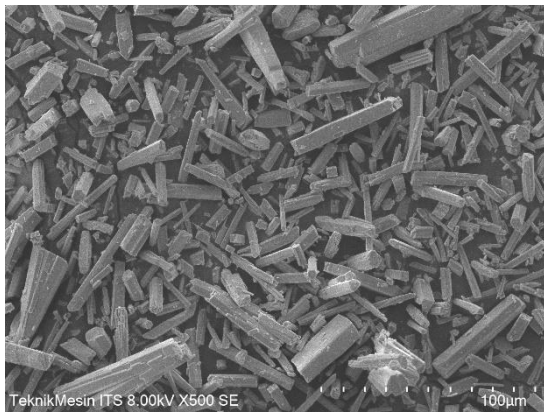
$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406}{0,00628 \times 0,99733} = 221,4 \text{ \AA} = 22,14 \text{ nm}$$

L.4.3 Data Derajat Kristalinitas Ce(III)-BTC Suhu 100°C

$$\begin{aligned} \text{Kristalinitas (\%)} &= \frac{\text{Fraksi luas kristalin}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\% \\ &= \frac{34827,33}{36091} \times 100\% \\ &= 96,50\% \end{aligned}$$

L.4.4 Data Derajat Kristalinitas Suhu 130°C

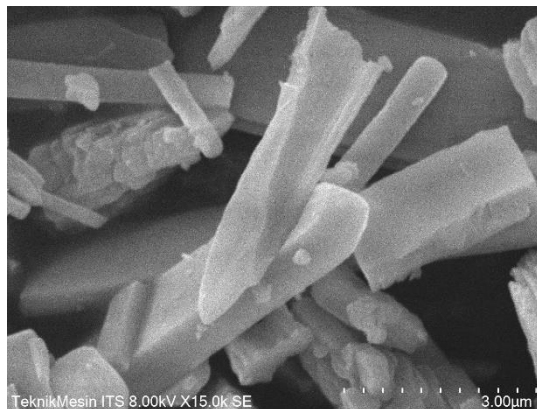
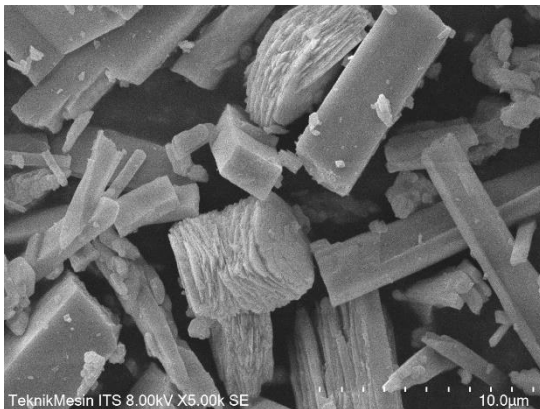
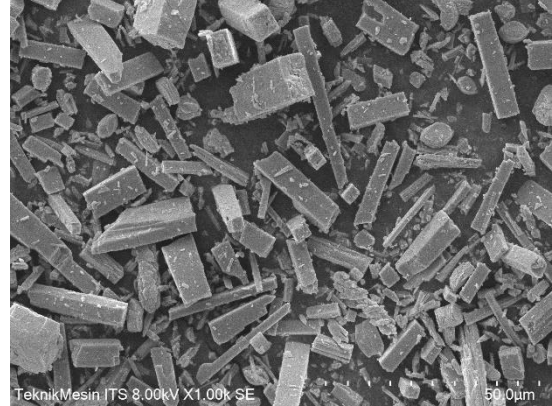
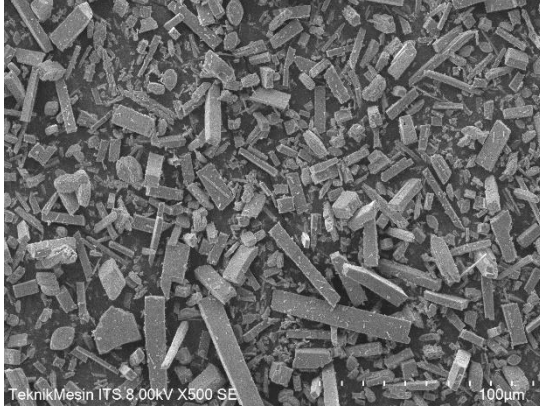
$$\begin{aligned} \text{Kristalinitas (\%)} &= \frac{\text{Fraksi luas kristalin}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\% \\ &= \frac{33277,25}{36555,67} \times 100\% \\ &= 91,03 \end{aligned}$$

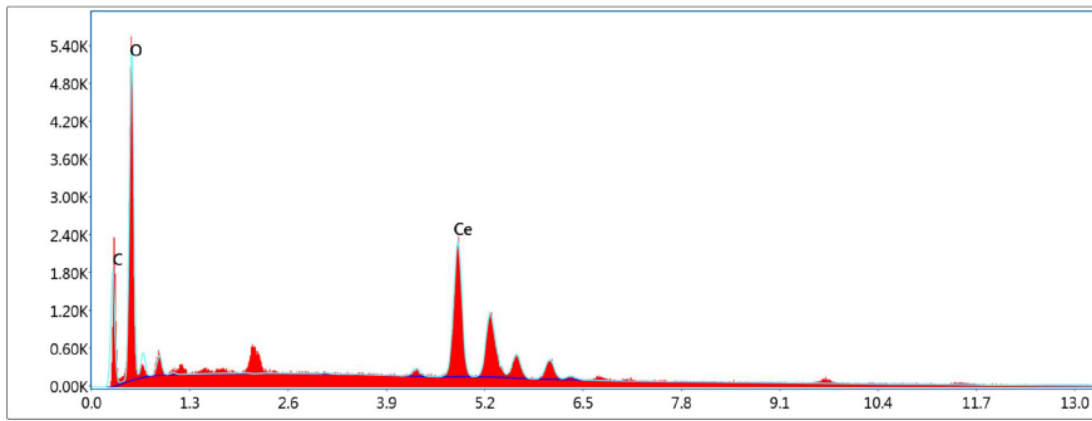
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX**L.5.1 Data SEM-EDX Sampel Ce(III)-BTC Suhu 100°C**

Persentase yang terkandung :

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	13.90	30.50	128.95	7.42	0.0784	1.2364	0.4560	1.0000
O K	36.54	60.18	482.42	7.99	0.1497	1.1902	0.3442	1.0000
CeL	49.56	9.32	344.23	3.22	0.4081	0.7619	1.0805	1.0002

L.5.2 Data SEM-EDX Sampel Ce(III)-BTC Suhu 130°C

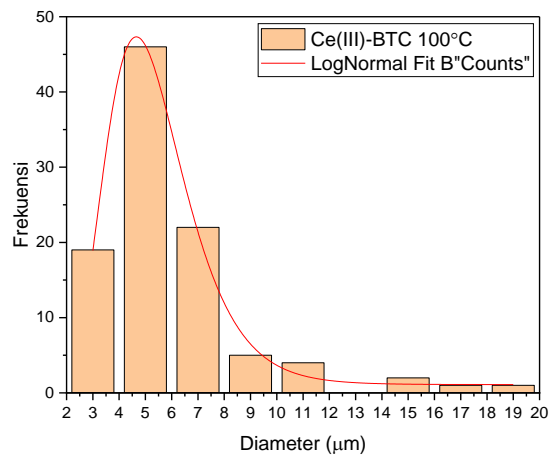




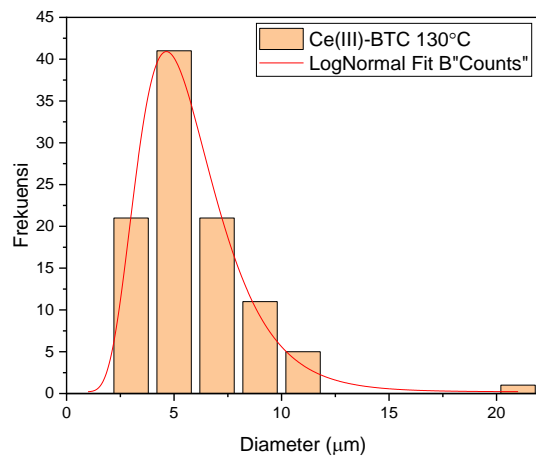
Persentase yang terkandung :

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	15.29	33.33	122.83	7.41	0.0869	1.2356	0.4599	1.0000
O K	35.09	57.41	383.38	8.18	0.1385	1.1894	0.3318	1.0000
CeL	49.62	9.27	295.90	3.28	0.4084	0.7614	1.0806	1.0002

L.5.3 Data Analisis SEM-EDX Sampel Ce(III)-BTC

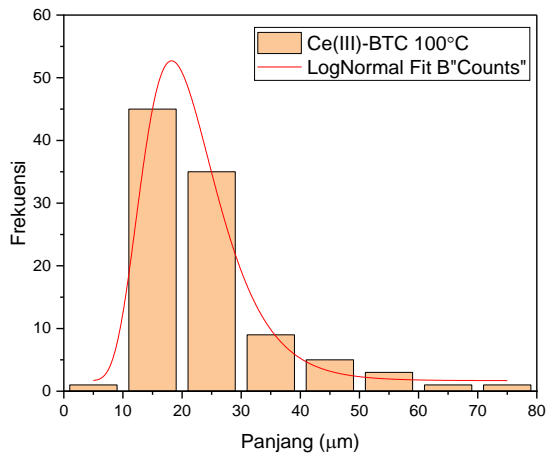


Model	Lo Normal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{(\sqrt{2\pi}) \cdot w \cdot x} \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2 \cdot w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	1.10388 ± 0.59725
xc	5.14976 ± 0.06656
w	0.31805 ± 0.01029
A	180.39824 ± 5.41358
Reduced Chi-Sqr	1.61907
R-Square (COD)	0.99573
Adj. R-Square	0.99317

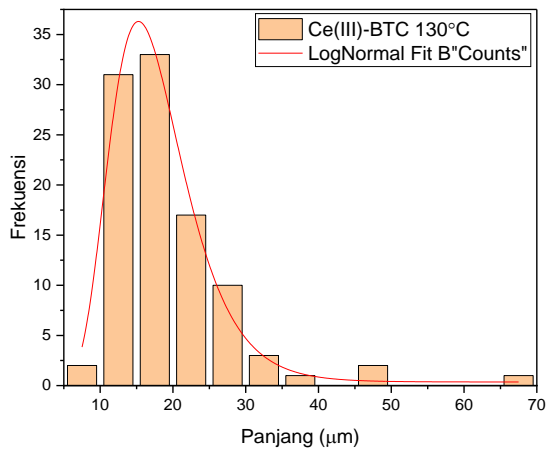


Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{(\sqrt{2\pi}) \cdot w \cdot x} \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2 \cdot w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	0.2066 ± 0.5919
xc	5.37078 ± 0.09333
w	0.38156 ± 0.01523
A	194.39077 ± 6.80263
Reduced Chi-Sqr	1.91921
R-Square (COD)	0.99254
Adj. R-Square	0.98934

Gambar L.5.3.1 Hasil analisis distribusi diameter partikel Ce(III)-BTC suhu 100⁰C dan 130⁰C



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{(\sqrt{2\pi} w x)^2} \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	1.682 5 ± 0.6458
Xc	20.4 744 ± 0.23836
W	0.34079 ± 0.02506
A	84 .6562 ± 41.11903
Reduced Chi-Sqr	1.65252
R-Square (COD)	0.99688
Adj. R-Square	0.99454



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{(\sqrt{2\pi} w x)^2} \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	0.36056 ± 0.51131
Xc	17.00521 ± 0.23202
W	0.32882 ± 0.01613
A	477.25182 ± 16.81035
Reduced Chi-Sqr	1.68297
R-Square (COD)	0.99103
Adj. R-Square	0.98804

Gambar L.5.3.2 Hasil analisis distribusi panjang partikel Ce(III)-BTC suhu 100°C dan 130°C

L.5.4 Perhitungan Rasio Mol Berdasarkan Hasil EDX

1. Suhu 100°C

$$a. O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 60,18 \text{ mol} = 962,28 \text{ g}$$

$$b. C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 30,50 \text{ mol} = 366,34 \text{ g}$$

$$c. Ce = Ar \times \% \text{ atomic} = 140,16 \text{ g/mol} \times 9,32 \text{ mol} = 1306,29 \text{ g}$$

$$\text{Massa total} = 962,28 \text{ g} + 366,34 \text{ g} + 1306,29 \text{ g} = 2634,91 \text{ g}$$

$$O = \frac{\text{massa O}}{\text{massa total}} = \frac{962,28 \text{ g}}{2634,91 \text{ g}} = 0,3652 \times 100\% = 36,52 \%$$

$$C = \frac{\text{massa C}}{\text{massa total}} = \frac{366,34 \text{ g}}{2634,91 \text{ g}} = 0,1390 \times 100\% = 13,90 \%$$

$$Ce = \frac{\text{massa Ce}}{\text{massa total}} = \frac{1306,29 \text{ g}}{2634,91 \text{ g}} = 0,4958 \times 100\% = 49,58\%$$

Dari hasil %weight menunjukkan bahwa %atomic merupakan hasil mol dari setiap unsur, sehingga didapatkan perbandingan mol antar unsur Ce:C:O adalah 1:6:3

2. Suhu 130°C

$$a. O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 57,41 \text{ mol} = 917,99 \text{ g}$$

$$b. C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 33,33 \text{ mol} = 400,33 \text{ g}$$

$$c. Ce = Ar \times \% \text{ atomic} = 140,16 \text{ g/mol} \times 9,27 \text{ mol} = 1299,28 \text{ g}$$

$$\text{Massa total} = 917,99 \text{ g} + 400,33 \text{ g} + 1299,28 \text{ g} = 2617,6 \text{ g}$$

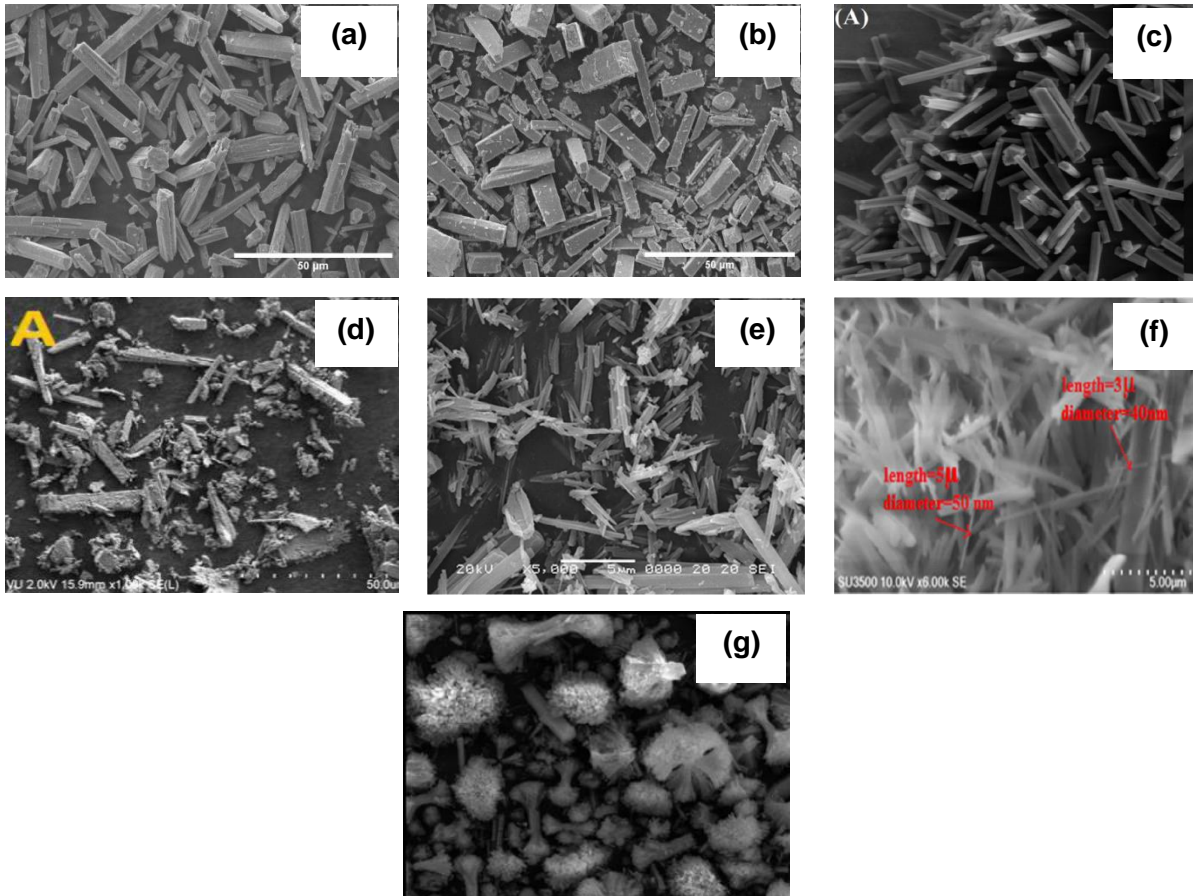
$$O = \frac{\text{massa O}}{\text{massa total}} = \frac{917,99 \text{ g}}{2617,6 \text{ g}} = 0,3507 \times 100\% = 35,07 \%$$

$$C = \frac{\text{massa C}}{\text{massa total}} = \frac{400,33 \text{ g}}{2617,6 \text{ g}} = 0,1529 \times 100\% = 15,29\%$$

$$Ce = \frac{\text{massa Ce}}{\text{massa total}} = \frac{1299,28 \text{ g}}{2617,6 \text{ g}} = 0,4964 \times 100\% = 49,64\%$$

Dari hasil %weight menunjukkan bahwa %atomic merupakan hasil mol dari setiap unsur, sehingga didapatkan perbandingan mol antar unsur Ce:C:O adalah 1:6:3

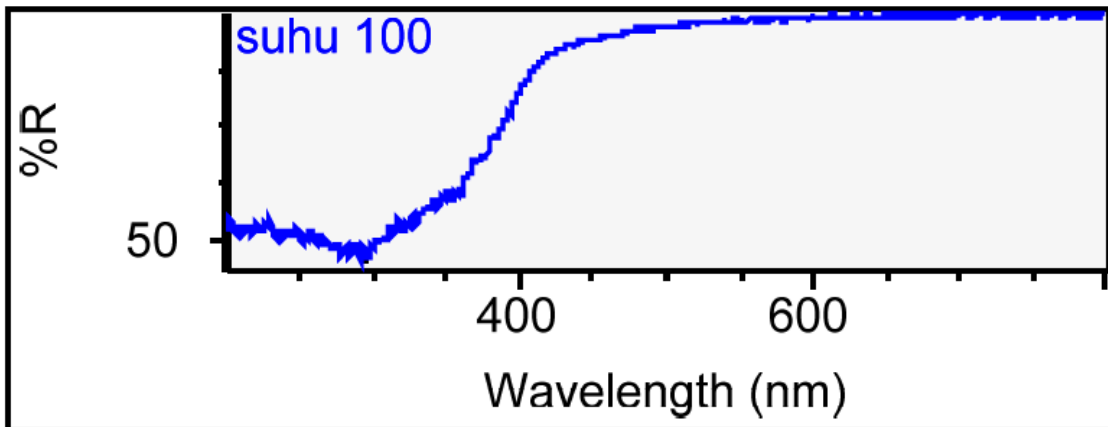
L.5.5 Perbedaan Morfologi Ce(III)-BTC Hasil Sintesis dengan Penelitian Terdahulu



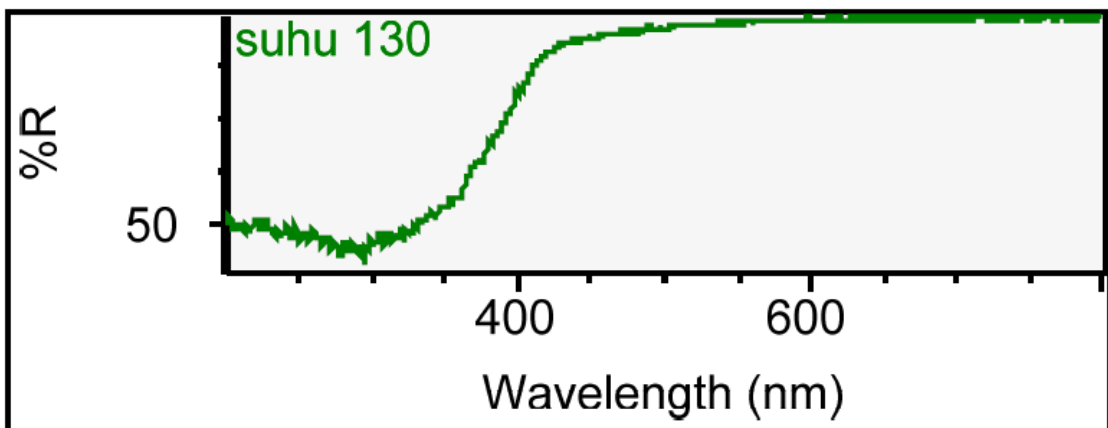
Gambar L.5.3.3 Morfologi Ce(III)-BTC (a) hasil sintesis 100°C; (b) hasil sintesis 130°C; (c) Zhu, dkk., 2020; (d) Laurikenas, dkk., 2018; (e) Peng, dkk., 2019; (f) Chevinly, dkk., 2016; (g) Zhang, dkk., 2018.

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS

L.6.1 Data UV-Vis DRS Ce(III)-BTC

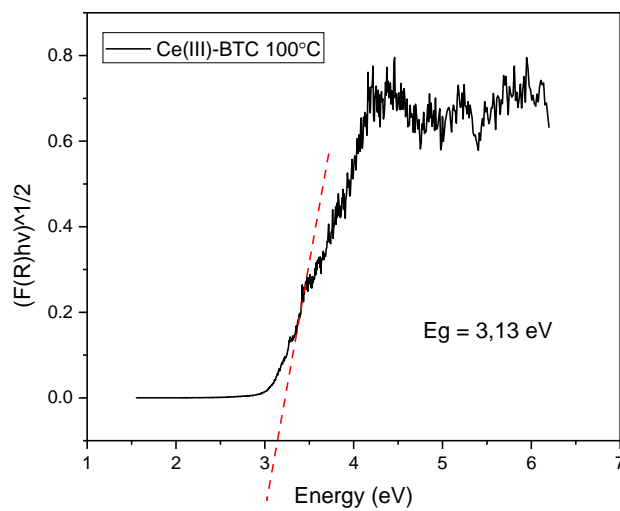


Gambar L.6.1.1 Data UV-Vis DRS Ce(III)-BTC suhu 100^oC



Gambar L.6.1.2 Data UV-Vis DRS Ce(III)-BTC suhu 130^oC

L.6.2 Perhitungan Panjang Gelombang



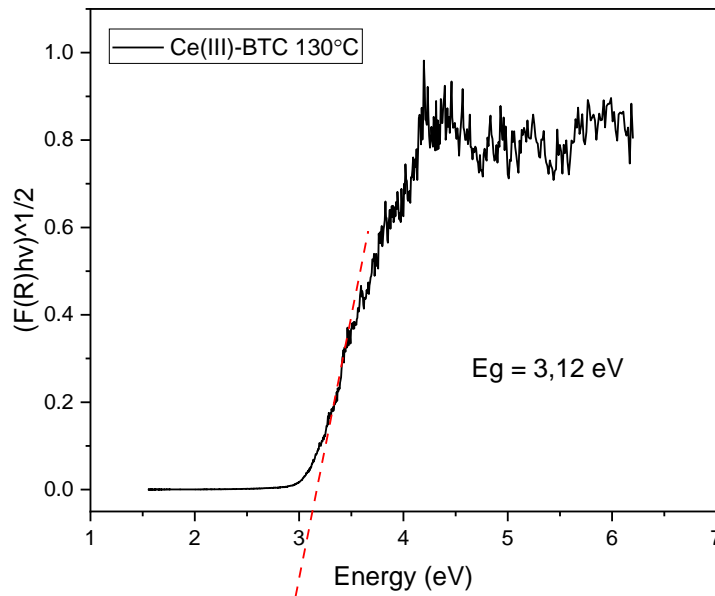
Gambar L.6.2.1 Nilai band gap Ce(III)-BTC suhu 100^oC

Diketahui :

$$E_g = 3,13 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ j.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j.s}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4,13608 \times 10^{-15}) \text{ eV.s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ nm/s}}{3,13 \text{ eV}} = 396,4 \text{ nm}$$



Gambar L.6.2.2 Nilai band gap Ce(III)-BTC suhu 130°C

Diketahui :

$$E_g = 3,12 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ j.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ j.s}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4,13608 \times 10^{-15}) \text{ eV.s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ nm/s}}{3,12 \text{ eV}} = 397,7 \text{ nm}$$

Lampiran 7. Rencana Anggaran Penelitian Skripsi

RENCANA ANGGARAN PENELITIAN SKRIPSI

Nama / NIM	:	Rista Dwi Nur Fitri / 19630067
Nama Dosen Pembimbing Skripsi	:	Nur Aini, M.Si
Judul Skripsi	:	Sintesis Kompleks Serium (III) Dengan Ligan 1,3,5-Benzenetrikarboksilat (H ₃ BTC) Menggunakan Metode Solvotermal

No	Uraian	Merk	Volum e	Satuan	Harga Satuan (Rp)	Jumlah (Rp)	Sumber Dana	Tempat Pembelian/ Analisa
1	Ce(NO ₃) ₃ .6H ₂ O	Sigma Aldrich 000040120 4	1,08 gr	Gram	-	-	Subsidi	-
2	H ₃ BTC	Sigma Aldrich 100338067 0	1,05 gr	Gram	-	-	Subsidi dan Mandiri	Sigmaaldrich.com
3	DMF	Merck 103053	350 mL	mL	1.300	455.000	Mandiri	Shagufta Laboratory
4	Aquades	-	5 L	L	1.000	5.000	Mandiri	Toko Duta Jaya Lab
5	Etanol	-	1 L	L	35	35.000	Mandiri	Panadia Laboratory
6	Kertas Saring	Whatman 42	15	Buah	7.000	105.000	Mandiri	Nura Gemilang
7	Aluminium foil	Klin pak	1	Buah	17.000	17.000	Mandiri	Metro
8	Karakterisasi XRD Powder	-	2	sampel	278.000	556.000	Mandiri	Greenlabs Bandung
9	Karakterisasi SEM-EDX	-	2	sampel	400.000	800.000	Mandiri	ITS
10	Karakterisasi UV-Vis DRS	-	2	sampel	75.000	150.000	Mandiri	UIN Malang

