

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS SERIUM (III) TARTRAT
MENGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

**Oleh :
RIZKY NUR RAHMADANY
NIM. 18630051**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS SERIUM(III)-TARTRAT
MENGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

**Oleh:
RIZKY NUR RAHMADANY
NIM 18630051**

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

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS SERIUM(III)-TARTRAT
MENGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
RIZKY NUR RAHMADANY
NIM 18630051

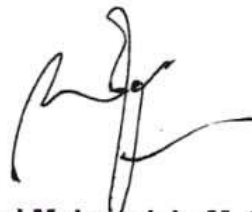
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 11 Desember 2023

Pembimbing 1



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

Pembimbing 2



Rif'atul Mahmudah, M. Si
NIP. 19830125 202321 2 020

Mengetahui,
Ketua Program Studi



Rachmawati Hongsih M, Si
NIP. 19810841 200801 2 010

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS SERIUM(III)-TARTRAT
MENGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
RIZKY NUR RAHMADANY
NIM 18630051

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

Penguji Utama : Dr. Anton Prasetyo, M.Si.
NIP. 19770925 200604 1 003

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

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

Anggota Penguji : Rif'atul Mahmudah, M. Si.
NIP. 19830125 202321 2 020

(.....)
(.....)
(.....)
(.....)

Mengetahui,
Ketua Program Studi

Rachmawati Ningsih M.Si.
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rizky Nur Rahmadany
NIM : 18630051
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Serium(III)-Tartrat Menggunakan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu

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

Malang, 11 Desember 2023
Yang Membuat Pernyataan



10000
METERAI
TEMPEL
EC7AKX601986954

Rizky Nur Rahmadany
NIM. 18630051

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, sujud syukur persembahkan kepada Allah SWT, Tuhan Yang Maha Esa, sumber segala kebijaksanaan dan kekuatan. Puji syukur saya panjatkan kepada-Nya atas berkah, petunjuk, dan rahmat-Nya yang tak terhingga, yang senantiasa membimbing dan memberikan kekuatan dalam setiap langkah perjalanan ini. Dalam setiap hela nafas, saya merasa bersyukur atas nikmat-Nya yang melimpah, termasuk kesempatan untuk mengeksplorasi ilmu dan berkarya. Semoga karya ini menjadi bentuk persembahkan dan usaha yang layak dihadapkan kepada-Nya, serta menjadi sarana yang memberikan manfaat bagi sesama dan lingkungan. Saya mengakui sepenuhnya bahwa segala yang dicapai adalah anugerah dari-Nya semata, dan saya berharap dapat terus berjalan di jalan-Nya dengan penuh rasa syukur dan taat. Amin.

Dengan penuh rasa cinta dan terima kasih, saya ingin menyampaikan lembar persembahkan ini kepada keluarga tercinta, yang telah menjadi sumber kekuatan dan dukungan tak tergantikan dalam perjalanan hidup saya. Kepada kedua orang tua saya Daman Nurhadi Noto dan surianti, serta terimakasih kepada kedua adikku dan keluarga mbah samud, terima kasih atas doa, semangat, dan cinta kasih yang senantiasa mengalir tanpa henti. Kalian adalah tiang-tiang kokoh yang memberikan inspirasi dan motivasi bagi setiap langkah yang saya ambil. Terima kasih atas pengertian, kesabaran, dan dukungan tanpa syarat, yang telah menjadi landasan kuat dalam setiap perjuangan. Nama-nama kalian selalu menjadi doa-doa terindah dalam setiap pencapaian dan kegagalan. Semoga karya ini dapat menjadi bukti rasa syukur dan dedikasi saya kepada keluarga yang begitu berarti ini. Terima kasih atas segalanya.

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

Kemudian, aku persembahkan pula untuk teman-teman Kimia B-ismillah S.Si, untuk teman-teman kontrakan romusha yang selalu menghibur dengan tingkah lakunya serta teruntuk teman seperjuangan “Rear Earth Metal Team”, Santi, Tihul, Muhyi, Fata, Lintang, Dani telah membersamai proses perjuangan ini dan berbagi canda tawa selama proses bimbingan. Semoga tidak putus silahturrahmi.

MOTTO

وَمَنْ كَانَ يُؤْمِنُ بِاللَّهِ وَالْيَوْمِ الْآخِرِ فَلْيُكَلِّمْ خَيْرًا أَوْ لِيَصْمُتْ

“Barang siapa yang beriman kepada Allah dan hari akhir maka hendaknya dia berkata yang baik atau diam.”

(HR. Bukhori Muslim)

“Bang waktu tidak bisa dihentikan oleh karena itu ketika anda semua punya kesempatan janganlah kamu sia-siakan supaya kamu tidak menyesal kemudian”

(Ciduk Warrior)

KATA PENGANTAR

Syukur alhamdulillah penulis haturkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Serium(III)-Tartrat Menggunakan Metode Solvothermal pada Variasi Suhu”**. Shalawat dan salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW, yang telah menuntun dari zaman kegelapan menuju zaman yang terang benderang yakni agama islam serta sosok teladan personal dalam membangun role model peradaban dan budaya pemikiran. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikannya skripsi ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Ayah, ibu, dan keluarga tercinta yang senantiasa memberikan do'a dan restunya kepada penulis dalam menuntut ilmu.
2. Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Rachamwati Ningsih, M.Si selaku ketua program studi kimia dan dosen wali yang selalu mengingatkan untuk menyelesaikan mata kuliah dan persyaratan mendapatkan gelar sarjana.
5. Ibu Nur Aini, M.Si yang telah membimbing, memberikan motivasi, mengarahkan, serta memberikan masukan selama proses mengerjakan proposal penelitian..
6. ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen pembimbing agama yang memberikan pengarahan dan pembenahan sudut pandang dan integrasi dari ayat Al-Qur'an.
7. Seluruh dosen dan staff jurusan kimia fakultas sains dan teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah sabar memberikan wawasan, pengalaman, dan ilmu pengetahuan baru untuk penulis selama masa perkuliahan untuk bekal di masa depan.
8. Seluruh teman-teman UIN Malang dari awal semester sampai proses menuju wisuda yang telah memberikan ilmu dan pengalaman yang luar biasa sebagai mahasiswa.
9. Semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penyusunan proposal penelitian.

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

Malang, 11 Desember 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PERSETUJUAN.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	ix
MOTTO.....	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR TABEL	xxi
DAFTAR PERSAMAAN	xxiii
ABSTRAK	xxv
ABSTRACT	xxvii
مستخلص البحث	xxix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Senyawa Kompleks Logam Tanah Jarang	5
2.2 Karakteristik Logam Serium dengan Ligan Donor O	6
2.3 Kompleks Serium(III) dengan Ligan Tartrat	8
2.4 Sintesis Kompleks Serium(III) Tartrat Menggunakan Metode Solvothermal	11
BAB III METODOLOGI.....	13
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	13
3.2 Alat dan Bahan	13
3.2.1 Alat.....	13
3.2.2 Bahan	13
3.3 Rancangan Penelitian.....	13
3.4 Tahapan Penelitian	14
3.5 Prosedur Kerja.....	15
3.5.1 Sintesis Solvothermal Kompleks Serium(III)-Tartrat	15
3.5.2 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis.....	15
3.5.2.1 Karakterisasi Menggunakan FTIR.....	15
3.5.2.2 Karakterisasi Menggunakan Serbuk XRD	15
3.5.2.3 Karakterisasi Menggunakan Serbuk SEM-EDS	16
3.5.3 Analisis Senyawa Hasil Sintesis	16
3.5.3.1 Karakterisasi Menggunakan FTIR.....	16
3.5.3.2 Karakterisasi Menggunakan Serbuk XRD	16
3.5.3.3 Karakterisasi Menggunakan Serbuk SEM-EDS	17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	18
4.1 Hasil Sintesis Solvothermal Kompleks Serium(III)-Tartrat	18
4.2 Hasil Karakterisasi Kompleks Serium(III)-Tartrat Menggunakan FTIR	20
4.3 Hasil Karakterisasi Kompleks Serium(III)-Tartrat Menggunakan Serbuk XRD.....	25
4.4 Hasil Karakterisasi Kompleks Serium(III)-Tartrat Menggunakan SEM-EDS	29
4.5 Sintesis Solvothermal Kompleks Serium(III)-Tartrat dalam Prespektif Islam	33

BAB V PENUTUP.....	35
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran.....	35
 DAFTAR PUSTAKA.....	 36
LAMPIRAN.....	38

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir	41
Lampiran 2. Perhitungan Kimia	43
Lampiran 3. Dokumentasi	44
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi dan Analisis Menggunakan FTIR	45
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi dan Analisis Menggunakan Serbuk XRD.....	51
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi dan Analisis Menggunakan SEM-EDS	55
Lampiran 7. Perhitungan Rasio Mol Berdasarkan Hasil EDS.....	60

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kompleks senyawa samarium EDTMP dan serium EDTMP	6
Gambar 2.2 Struktur serium(III) dengan ligan koordinasi campuran donor N dan O dari benzoat	7
Gambar 2.3 Struktur anion tartrat dari beberapa sumber yaitu (a) asam tartrat; (b) kalium natrium tartrat; (c) diamonium tartrat	7
Gambar 2.4 Struktur senyawa serium tartrat	10
Gambar 2.5 Spektrum IR serium tartrat	10
Gambar 2.6 Difraktogram senyawa [Ce(L-tart) (CH ₂ OHCH ₂ OH) (H ₂ O)]Cl dengan system kristal <i>monoclinic</i>	11
Gambar 2.7 Reaktor hidrotermal.....	12
Gambar 3.1 Rancangan penelitian.....	14
Gambar 4.1 Hasil sintesis senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada: (a) suhu 130°C, (b) suhu 140°C, dan (c) 150°C	20
Gambar 4.2 Spektra FTIR hasil sintesis: (a) kompleks suhu 130 °C, (b) kompleks suhu 140 °C dan (c) kompleks suhu 150°C	22
Gambar 4.3 Pola difraksi hasil sintesis serium(III)-tartrat pada suhu 130, 140, dan 150°C dibandingkan dengan standar database serium	27
Gambar 4.4 Puncak difraksi pada posisi 2 <i>theta</i> (°) kompleks suhu 130°C.....	28
Gambar 4.5 Puncak difraksi pada posisi 2 <i>theta</i> (°) kompleks suhu 140°C.....	28
Gambar 4.6 Puncak difraksi pada posisi 2 <i>theta</i> (°) kompleks suhu 150°C.....	29
Gambar 4.7 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 130°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X.....	30
Gambar 4.8 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 140°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X.....	31
Gambar 4.9 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 150°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X.....	31
Gambar 4.10 Mikrograf SEM setelah pengolahan menggunakan ImageJ dengan average area pada: (a) kompleks suhu 130°C, (b) kompleks suhu 140°C dan (c) kompleks suhu 150°C.....	32
Gambar 4.11 EDS dari serium(III)-tartrat pada (a) suhu 130°C, (b) suhu 140°C, (c) suhu 150°C	33
Gambar L.3.1 Proses sintesis kompleks serium(III)-tartrat (a) larutan serium nitrat, (b) penyaringan larutan diamonium L-tartrat, (c) hasil sintesis serium(III)-tartrat, (d) penyaringan hasil sintesis (e) senyawa hasil saringan setelah dicuci menggunakan DMF (f) hasil sintesis setelah dimasukkan kedalam desikator.....	44
Gambar L 4.1 FTIR hasil sintesis 1 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C.....	45
Gambar L 4.2 FTIR hasil sintesis 2 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C.....	45
Gambar L 4.3 FTIR hasil sintesis 3 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C.....	46
Gambar L 4.4 FTIR hasil sintesis 4 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C.....	46
Gambar L 4.5 FTIR hasil sintesis 1 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 140°C.....	47
Gambar L 4.6 FTIR hasil sintesis 2 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 140°C.....	47
Gambar L 4.7 FTIR hasil sintesis 3 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 140°C.....	48
Gambar L 4.8 FTIR hasil sintesis 1 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 150°C.....	48
Gambar L 4.9 FTIR hasil sintesis 2 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 150°C.....	49

Gambar L 4.10 FTIR hasil sintesis 3 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 150°C.....	49
Gambar L 4.11 FTIR senyawa diamonium tartrat.....	50
Gambar L 4.12 FTIR senyawa serium nitrat heksahidrat.....	50
Gambar L 5.1 Hasil Peak XRD senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C.....	51
Gambar L 5.2 Hasil Peak XRD senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 140°C....	52
Gambar L 5.3 Hasil Peak XRD senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 150°C....	53
Gambar L 6.1 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 130°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X.....	55
Gambar L 6.2 Hasil analisis distribusi partikel serium(III)-tartrat pada suhu 130°C.....	55
Gambar L 6.3 EDS serium(III)-tartrat suhu 130°C.....	56
Gambar L 6.4 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 140°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X.....	56
Gambar L 6.5 Hasil analisis distribusi partikel serium(III)-tartrat pada suhu 140°C.....	57
Gambar L 6.6 EDS serium(III)-tartrat suhu 140°	57
Gambar L 6.7 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 150°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X.....	58
Gambar L 6.8 Hasil analisis distribusi partikel serium(III)-tartrat pada suhu 150°C.....	58
Gambar L 6.9 EDS serium(III)-tartrat suhu 150°C.....	59

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Unsur–unsur logam tanah jarang	5
Tabel 2.2 Tabel penelitian terdahulu tentang sintesis serum tartrat	8
Tabel 4.1 Hasil pengamatan	20
Tabel 4.2 Data dan interpretasi spektra FTIR kompleks serum(III)-tartrat pada suhu 130°C	23
Tabel 4.3 Data dan interpretasi spektra FTIR kompleks serum(III)-tartrat pada suhu 140°C	24
Tabel 4.4 Data dan interpretasi spektra FTIR kompleks serum(III)-tartrat pada suhu 150°C	25
Tabel 4.5 Persentase unsur-unsur penyusun serum(III)-tartrat hasil EDS	34
Tabel L 5.1 Data Peak List dari data XRD serum(III)-tartrat pada suhu 130°C	51
Tabel L 5.2 Data Peak List dari data XRD serum(III)-tartrat pada suhu 140°C	52
Tabel L 5.3 Data Peak List dari data XRD serum(III)-tartrat pada suhu 150°C	53
Tabel L 6.1 Presentase unsur yang terkandung pada suhu 130°C	56
Tabel L 6.2 Presentase unsur yang terkandung pada suhu 140°C	57
Tabel L 6.3 Presentase unsur yang terkandung pada suhu 150°C	59

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Derajat Kristalinitas	16
Persamaan 3.2 Debye-Scherrer	16

ABSTRAK

Rahmadany, R. N. 2023. **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Serium(III)-Tartrat Menggunakan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si.; Pembimbing II: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata kunci : Kompleks logam serium(III), ligan tartrat, solvotermal, struktur kristal, komposisi dan morfologi produk

Logam tanah jarang disebut juga sebagai senyawa golongan lantanida karena memiliki kesamaan kimia dan fisika dan memiliki afinitas dengan lantanida. Pemanfaatan logam tanah jarang dari alam sebagian besar dalam bentuk senyawa kompleks salah satunya serium. Serium dikenal sebagai senyawa logam tanah jarang paling melimpah di bumi. Serium sebagai kompleks mempunyai 3 bilangan oksidasi diantaranya +2, +3 dan +4. Serium paling stabil dalam bentuk kompleks 3+ yang mana penstabilan tersebut dapat dilakukan oleh ligan donor O yang salah satunya dapat berasal dari tartrat. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui produk yang terbentuk, hasil karakterisasi struktur produk sintesis dari serium nitrat dengan diamonium tartrat menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu sintesis.

Senyawa kompleks serium(III)-tartrat disintesis dari serium nitrat heksahidrat dan diamonium tartrat dengan metode solvotermal menggunakan pelarut berupa DMF pada variasi suhu 130, 140, dan 150°C. Produk sampel akan dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, dan SEM-EDS.

Senyawa serium(III)-tartrat hasil sintesis didapatkan berupa serbuk putih kekuningan dengan karakterisasi gugus fungsi hasil FTIR, yaitu gugus regang O-H, gugus regang C=O, gugus regang C-O, dan gugus tekuk C-H dari tartrat, selain itu juga terdapat gugus vibrasi M-O yang mengindikasikan adanya ikatan antara serium dengan ligan tartrat. Derajat kristalinitas terhitung dari analisis serbuk XRD diperoleh dari senyawa ini sebesar 39,35%, 38,79% dan 38,69% pada suhu 130, 140, dan 150°C. Morfologi serium(III)-tartrat sintesis kurang seragam, dimana selain adanya berbentuk bulat seperti bola senyawa juga mempunyai bentuk tak beraturan. Peningkatan suhu pada sintesis serium tartrat dapat meningkatkan keseragaman ukuran hasil sintesis.

ABSTRACT

Rahmadany, R. N. 2023. **Synthesis and Characterization of Cerium(III)-Tartrate Complex Compound Using Solvothermal Method at Temperature Variations**. Proposal. Department of Chemistry Science and Technology Faculty, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Nur Aini, M.Si.; Supervisor II: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata kunci : Cerium(III) metal complex, tartrate ligands, solvothermal, crystal structure, composition and product morphology

Rare earth metals are also referred to as lanthanide compounds because of their chemical and physical similarities and affinity with lanthanides. The utilization of rare earth metals from nature is largely in the form of complex compounds, one of which is cerium. Cerium is known as the most abundant rare earth metal compound on Earth. As a complex, cerium exhibits three oxidation states, namely +2, +3, and +4. Cerium is most stable in the 3+ oxidation state in complex form, and this stabilization can be achieved by ligand donors such as O, with tartrate being one of them. This research aims to determine the products formed and characterize the structure of the synthesis products of cerium nitrate with diammonium tartrate using the solvothermal method at various synthesis temperatures.

The complex compound of cerium(III)-tartrate is synthesized from cerium nitrate hexahydrate and diammonium tartrate using the solvothermal method with DMF as the solvent at various temperatures of 130, 140, and 150°C. The synthesized samples will be characterized using FTIR, XRD, and SEM-EDS.

The synthesized cerium(III)-tartrate compound is obtained in the form of yellowish-white powder, and its functional groups are characterized by FTIR analysis, including stretching vibrations of O-H, stretching vibrations of C=O, stretching vibrations of C-O, and bending vibrations of C-H from tartrate. Additionally, there are vibration groups of M-O indicating the presence of bonds between cerium and tartrate ligands. The crystallinity degree, calculated from the XRD powder analysis, is found to be 39.35%, 38.79%, and 38.69% at temperatures of 130, 140, and 150°C, respectively. The morphology of the synthesized cerium(III)-tartrate is less uniform, with some particles having a spherical shape like balls, while others exhibit irregular shapes. The increase in synthesis temperature for cerium tartrate can enhance the uniformity of the synthesized product sizes.

رحماني، ر. ن. 2023. تخليق وتوصيف مركبات مركب طرطرات السيريوم (الثالث) باستخدام طريقة الذوبان الحراري عند تغيرات درجة الحرارة. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: نور عيني، الماجستير، المشرفة الثانية: رفعة المحمودة، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: مركب معدن السيريوم (الثالث)، ليجند الطرطر، سولفوثيرم، التركيب البلوري، تكوين المنتج والتشكل

يشار إلى المعادن الأرضية النادرة أيضا باسم مركبات مجموعة اللانثانيد لأن لها أوجه تشابه كيميائية وفيزيائية ولها تقارب مع اللانثانيدات. استخدام المعادن الأرضية النادرة من الطبيعة هو في الغالب في شكل مركبات معقدة ، واحدة منها هي السيريوم. يعرف السيريوم بأنه أكثر المركبات المعدنية الأرضية النادرة وفرة على وجه الأرض. يحتوي السيريوم كمركب على 3 حالات أكسدة بما في ذلك 2+ و 3+ و 4+. السيريوم هو الأكثر استقرارا في شكل مجمع 3+ حيث يمكن أن يتم التثبيت بواسطة روابط O المانحة ، والتي يمكن اشتقاق أحدها من طرطرات. يهدف هذا البحث إلى تحديد المنتجات المتكونة، ونتائج توصيف بنية المنتجات الاصطناعية من نترات السيريوم مع طرطرات الديامونيوم باستخدام طرق الذوبان الحراري عند تغيرات درجة حرارة التخليق.

يتم تصنيع مركبات معقد طرطرات السيريوم (الثالث) من سداسي هيدرات نترات السيريوم وطرطرات ثنائي الأمونيوم بطريقة حرارية مذابة باستخدام مذيبات في شكل DMF عند تغيرات في درجات الحرارة 130 و 140 و 150 درجة مئوية. سيتم تمييز عينات المنتجات باستخدام FTIR و XRD و SEM-EDS.

يتم الحصول على مركب طرطرات السيريوم (الثالث) المركب على شكل مسحوق أبيض مصفر مع توصيف المجموعات الوظيفية لنتيجة FTIR ، وهي مجموعة تمدد O-H ، ومجموعة تمدد C=O ، ومجموعة تمدد C-O ، ومجموعة ثني C-H من طرطرات، إلى جانب وجود مجموعة اهتزاز M-O تشير إلى وجود رابطة بين روابط السيريوم وطرطرات. تم الحصول على درجة التبلور المحسوبة من تحليل مسحوق XRD من هذا المركب بنسبة 39.35% و 38.79% و 38.69% عند درجات حرارة 130.140 و 150 درجة مئوية. يكون مورفولوجيا تخليق طرطرات السيريوم (الثالث) أقل انتظاما، حيث بالإضافة إلى كونه كرويا مثل الكرة، يكون للمركب أيضا شكل غير منتظم. زيادة درجة الحرارة في تخليق طرطرات السيريوم يمكن أن تزيد من توحيد حجم نتيجة التوليف.

BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Logam Tanah Jarang (LTJ) merupakan salah satu dari mineral strategis dan termasuk “critical mineral” atau mineral bernilai ekonomi yang beresiko mengalami gangguan pasokan karena kelangkaan secara geologis. Sesuai namanya LTJ merupakan unsur yang sangat langka atau kelimpahannya sangat sedikit di alam. Unsur-unsur logam tanah jarang sangat berperan dalam pengembangan industri maju berbasis teknologi (Jonan, I. dan Suhendar, 2013). Unsur logam tanah jarang serium merupakan unsur logam tanah jarang dengan jumlah terbesar diantara semua anggota golongan lantanida. Serium ditemukan dalam berbagai kelas mineral, terutama karbonat, fosfat, silikat, oksida dan hidroksida. Sumber utama serium industri meliputi mineral serium bastnäsite dan mineral serium monasit (Rusnadi, dkk., 2010).

Kegunaan serium dalam teknologi mulai dikenal ketika unsur ini digunakan sebagai bahan campuran kain penutup pada petromak yang dibuat oleh Welsbach. Aplikasi komersial serium sangat banyak, paling sering digunakan dalam bentuk mischmetal untuk keperluan metalurgi (Rusnadi, dkk., 2010). Serium oksida (CeO_2) dapat atau dirancang untuk mengatasi cacat kaca otomotif. Serium dalam bentuk senyawa nitrat digunakan sebagai obat, sedangkan serium dalam bentuk senyawa sulfat digunakan sebagai oksidator (Markhiyano, dkk., 2019). Potensi senyawa serium pada bidang industri, digunakan untuk pembuatan senyawa kompleks. Serium dapat membentuk kompleks molekuler stabil dalam keadaan oksidasi +4. Stabilitas keadaan +4 serium dikaitkan dengan konfigurasi elektron $4f^0$ (So dan Leung, 2017). Dalam bentuk tartrat sendiri serium mempunyai potensi sebagai senyawa fotokatalis dan sebagai senyawa yang bermanfaat untuk inhibitor korosi paduan aluminium (AA 2024–T3) yang berguna pada industri penerbangan dengan paduan berupa senyawa Al_2CuMg , Al_2Cu dan $\text{Al}_6(\text{Cu}, \text{Fe}, \text{Mn})$ (Hu, dkk., 2015., Shirase, dkk., 2020) Pemanfaatan senyawa senyawa kompleks serium tartrat ini sesuai dengan Surah al-Imran (3): 191

الَّذِينَ ذَكَرُوا اللَّهَ قِيَامًا وَقَعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ
فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: “(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka.”

Lafadz بَاطِلًا artinya sia-sia yang tidak ada faedahnya. Al-Jazairi (2007) menafsirkan segala sesuatu yang diciptakan Allah SWT baik di langit maupun di bumi

tidak ada yang sia-sia dan bisa dijadikan pelajaran, Allah SWT menciptakan dengan kebenaran. Berdasarkan ayat yang telah disebutkan, Allah SWT menciptakan segala sesuatu yang mengandung hikmah dan maslahat yang besar, Mahasuci Allah SWT dari segala sesuatu yang tidak berarti dan sia-sia, seperti halnya senyawa logam tanah jarang serum. Senyawa serum digunakan dalam pembuatan kaca, baik sebagai komponen maupun sebagai penguat warna, selain itu mempunyai potensi manfaat sebagai senyawa katalis hidrokarbon dan inhibitor korosi dalam bentuk serum tartrat.

Serium dalam keadaan oksidasi +3 dan +4 menjadi kation keras dalam *terminology pearson*. Serum paling baik distabilkan oleh anion keras seperti ligan dengan atom donor O sehingga menghasilkan kompleks serum(III) yang stabil (Piro, dkk., 2014). Senyawa ligan organik donor O dalam kompleks serum (III) bisa didapatkan dari senyawa tartrat. Diamonium tartrat merupakan salah satu sumber kompleks tartrat sebagai jaringan polimer koordinasi dimana diamonium L-tartrat berfungsi sebagai penghubung antara ion pusat logam. Penggunaan diamonium tartrat sendiri dilakukan sebagai pengganti asam tartrat dimana dapat memberikan pola penghubung yang fleksibel dengan tambahan kemungkinan kiralitas yang terbentuk (Gelbrich, dkk., 2014). Pada penelitian Khunur dan Prananto (2018) telah dilakukan sintesis kompleks Kobalt(II)-tartrat penggunaan anion tartrat berasal dari senyawa diamonium tartrat. Anion tartrat heksadentat yang terbentuk dari diamonium tartrat terhubung dengan pusat logam kobalt yang berbeda.

Kompleks logam tanah jarang dan ligan tartrat telah dilakukan pada penelitian Bahti dan Agma (2010) dimana telah dilakukan pemisahan logam tanah jarang berupa neodimium, praseodimium, serum, dan lantanum. Pemisahan dilakukan pada sampel monasit menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) penukar ion dengan etilen diamin sebagai eluen dan digunakan asam tartrat sebagai pengkompleks. Ligan tartrat yang digunakan akan terdeprotonasi sehingga melepaskan ion hidrogen dan membentuk kesetimbangan yang mengganggu ikatan antara ion unsur tanah jarang dengan gugus senyawa organik dari fasa diam (silika gel) membentuk suatu kompleks yang memiliki muatan netral sehingga dapat dilepaskan dari fasa diam. Pada penelitian lainnya yaitu pada Jiang (2012) yang melakukan sintesis kompleks logam tanah jarang yaitu lantanum dengan asam tartrat. Penelitian tersebut dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan suhu 160°C selama 72 jam dan diperoleh kristal bersifat isostruktural atau senyawa yang mempunyai kemiripan dan dapat membentuk campuran.

Pada penelitian yang telah dilakukan Qi (2014) kompleks antara logam serum dan ligan asam tartrat dapat disintesis dengan metode hidrotermal. Proses sintesis tersebut dilakukan di dalam autoklaf diisi dengan larutan terdiri dari: 0,120 g (3 mmol) NaOH dan 0,434 g (1 mmol) $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ berturut-turut ditambahkan ke dalam 18 mL larutan berair yang mengandung 0,225 g (1,5 mmol) asam tartarat dipanaskan pada

suhu 140°C selama 48 jam dan selanjutnya didinginkan hingga suhu kamar. Senyawa ini sejumlah besar merupakan kristal kecil tidak berwarna. Struktur yang terbentuk polimer triklinik dengan sel satuan asimetris mengandung dua ion serium(III), tiga asam tartarat anionik, tiga ligan aqua dan tiga kisi molekul air. Pembentukan kompleks logam tanah jarang dengan tartrat mengalami penurunan pada pH di bawah 3, dimana kemampuan mengompleks dari asam tartrat hilang dan sensitivitas dari kation logam turun secara signifikan (Bahti dan Agma, 2010).

Pada sintesis senyawa kompleks menggunakan metode solvothermal, kondisi reaksi seperti suhu, konsentrasi reaktan, waktu sintesis dan jenis pelarut berperan besar. Suhu memberikan kontribusi signifikan terhadap terbentuknya senyawa kompleks, suhu yang lebih tinggi mendukung laju pembentukan kompleks yang lebih cepat (Sibokoza, dkk., 2017). Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis kompleks logam Ce(III) dengan diamonium tartrat menggunakan metode solvothermal pada variasi suhu sintesis. Karakterisasi *fourier transform infrared* (FTIR) dilakukan untuk menganalisa gugus fungsi spesifik dari ligan tartrat di dalam kompleksnya, serta untuk mengetahui apakah masih terdapat sisa-sisa reaktan di produk. Karakterisasi *x-ray diffraction* (XRD) digunakan untuk menentukan struktur dari senyawa yang dihasilkan, dan *scanning electron microscope-energy dispersive x-ray* (SEM-EDS) yang digunakan untuk mengetahui morfologi dan kelimpahan unsur.

1.2. Rumusan Masalah

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

- a. Bagaimana produk hasil sintesis dari serium nitrat dengan diamonium tartrat menggunakan metode solvothermal pada variasi suhu sintesis?
- b. Bagaimana hasil karakterisasi produk sintesis dari serium nitrat dengan diamonium tartrat menggunakan metode solvothermal pada variasi suhu sintesis?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini antara lain

- a. Untuk mengetahui produk yang terbentuk dari hasil sintesis dari serium nitrat dengan diamonium tartrat menggunakan metode solvothermal pada variasi suhu sintesis.
- b. Untuk mengetahui hasil karakterisasi struktur produk sintesis dari serium nitrat dengan diamonium tartrat menggunakan metode solvothermal pada variasi suhu sintesis, yang berupa gugus fungsi spesifik, struktur, morfologi, distribusi ukuran partikel, dan kelimpahan unsur senyawa hasil sintesis.

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini antara lain

- a. Senyawa yang digunakan serium nitrat sebagai logam dan ammonium tartrat sebagai ligan, pelarut yang digunakan berupa dimetilformamida (DMF).
- b. Karakterisasi produk dilakukan dengan menggunakan instrumentasi FTIR, serbuk XRD dan SEM-EDS.

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat yang dapat diambil dari penelitian ini adalah memberi informasi mengenai karakteristik senyawa kompleks serium(III)-tartrat yang telah disintesis, serta pengaruh variasi suhu solvothermal terhadap karakteristik produk sintesis.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Kompleks Logam Tanah Jarang

Unsur tanah jarang (UTJ) adalah nama yang diberikan untuk lantanida, yang merupakan logam transisi dalam golongan 111B dari tabel periodik. Seri lantanida terdiri dari 15 elemen, mulai dari lantanum (nomor atom 57) hingga lutetium (nomor atom 71), dan tiga elemen tambahan, itrium, torium, dan skandium sebagaimana yang telah disajikan pada Tabel 2.1. Mengingat sifat-sifat yang serupa, itrium, torium, dan skandium termasuk dalam kelompok unsur tanah jarang. Unsur tanah jarang sangat reaktif dengan air dan oksigen, membentuk senyawa yang stabil dalam kondisi oksida, memiliki titik leleh yang tinggi, dan merupakan konduktor termal yang tinggi (Suprpto, 2008).

Tabel 2. 1 Unsur-unsur logam tanah jarang

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

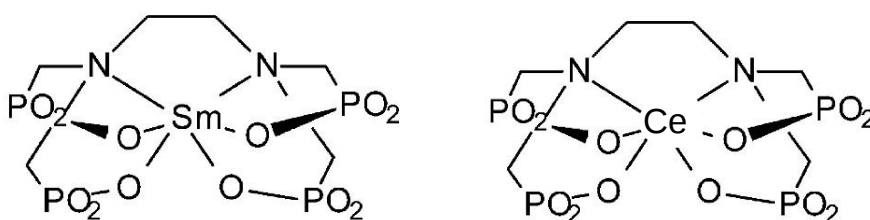
Ion logam golongan lantanida termasuk dalam golongan asam lewis keras karena elektron dalam orbital f ini sebagian besar tidak terpengaruh oleh ligan. Senyawa asam lewis keras dapat bereaksi dengan basa lewis keras yang salah satunya yaitu ligan karbonil. Jari-jari atom dan ion lantanida cenderung menurun dengan meningkatnya nomor atom, dan fenomena ini dikenal sebagai kontraksi lantanida. Kontraksi ini disebabkan oleh efek perisai elektron kecil dari $4f$ yang menyebabkan inti atom menarik elektron dengan kuat dengan meningkatnya nomor atom. Kompleks lantanida biasanya berkoordinasi antara 6 hingga 12, senyawa golongan ini rata-rata membentuk kompleks dalam bilangan koordinasi 9 bersama dengan ligan. Secara umum bilangan oksidasi dari ion lantanida adalah $3+$, kecuali untuk $\text{Eu}^{3+}/\text{Eu}^{2+}$ dan $\text{Ce}^{3+}/\text{Ce}^{4+}$ (Adocpub/down). Pembentukan kompleks lantanida umumnya menggunakan senyawa organik yang dapat merubah keadaan triplet ligan menuju keadaan tereksitasi lantanida. Perilaku ini

telah diamati tidak hanya dalam sistem molekuler, tetapi juga pada material nano yang didoping dan kerangka logam-organik (MOFs) (Hyre dan Doerrer, 2019) Sebagai contoh ligan fenilpiperidin dalam reaksinya dengan senyawa Ir(III) berupa 3 senyawa ligan yang tereksitasi pada logam membentuk kompleks $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ (Teegardin, dkk., 2018).

2.2 Karakteristik Kompleks Serium dengan Ligan Donor O

Serium adalah satu-satunya ion lantanida yang memiliki akses dalam keadaan oksidasi IV dan II, menjadikannya satu-satunya ion lantanida untuk yang tiga keadaan oksidasi (IV, III dan II) saat ini dapat diakses dalam kompleks molekuler, sehingga memberikan keunikan peluang untuk pengembangan berbasis lantanida kimia redoks mono dan multi-elektron (Kelly, dkk., 2017).

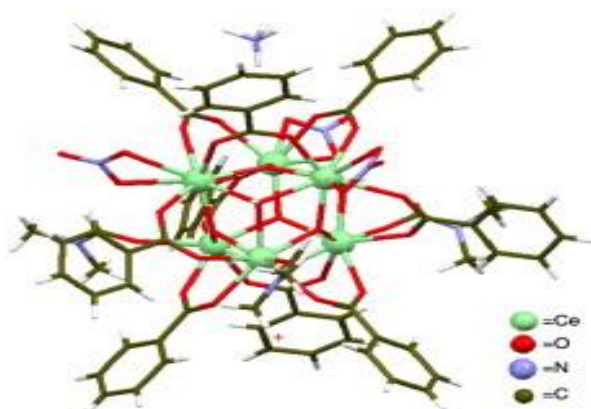
Studi terbaru menunjukkan bahwa ligan donor-O dapat secara signifikan menstabilkan keadaan oksidasi +4 dari serium. Ligan oksigen pengkhelat, membuat kompleks serium(IV) stabil akan tereduksi menuju serium(III) (So dan Leung, 2017). Pada percobaan yang telah dilakukan Anggraeni (2016) serium (III) dapat terbentuk reaksi dengan ligan *ethylenediamine tetrakis(methylene phosphonic acid)* (EDTMP), yang mana pada percobaan tersebut dilakukan pemisahan antara serium dengan samarium menggunakan ekstraksi cair-cair. Senyawa pengkompleks digunakan EDTMP dan menggunakan pelarut dietil eter. Senyawa kompleks yang terbentuk memiliki struktur pada Gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Struktur kompleks senyawa samarium EDTMP dan serium EDTMP

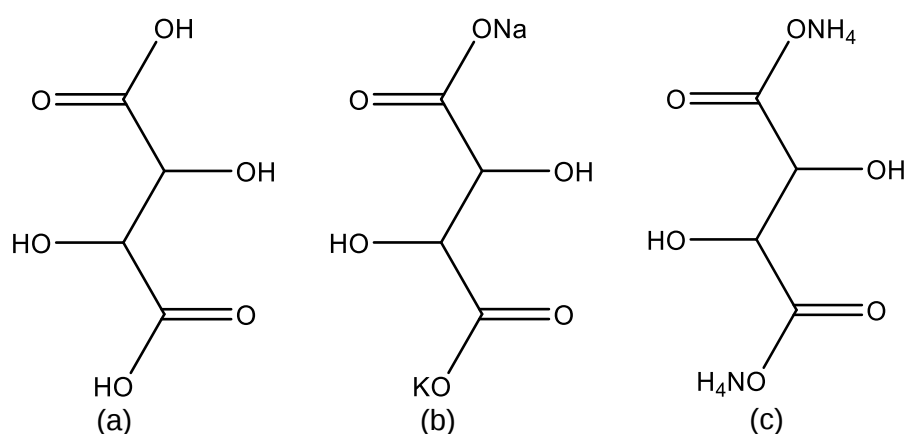
Senyawa-senyawa karboksilat lainnya juga telah dilakukan sintesis dengan unsur tanah jarang serium sebagai ligan donor O. Gugus karboksilat memiliki beberapa kelebihan yakni dapat berkoordinasi secara efektif dengan ion logam dan dapat bertindak sebagai ligan jembatan dalam pembuatan kompleks. Penelitian tentang kompleks serium(III) dengan ligan karboksilat telah dilakukan oleh (Peng, dkk., 2019), dimana senyawa serium telah disintesis dengan ligan 1,3,5-benzena trikarboksilat (BTC) yang mempunyai potensi sebagai senyawa katalis. Penelitian lainnya dilakukan (Warren, 1964) telah mensintesis serium peroksi asetat yang diendapkan dari larutan

berair mengandung asam asetat, natrium asetat, serium (III) nitrat, dan hidrogen peroksida. Penelitian Das (2010) serium (III) disintesis dengan ligan koordinasi campuran donor N dan O dari ligan benzoat sehingga terbentuk struktur sebagaimana Gambar 2.2.



Gambar 2. 2 Struktur serium(III) dengan ligan koordinasi campuran donor N dan O dari benzoat

Senyawa berbasis karboksilat dan turunannya sering digunakan sebagai bahan penyusun untuk memperoleh senyawa kompleks yang stabil. Gugus karboksilat, terkadang bersama dengan gugus fungsi lain yang tergabung ke dalam ligan, berkoordinasi secara efektif dengan ion logam, seperti pada ligan tartrat. Tartrat merupakan senyawa yang mempunyai beberapa sumber dimana bisa berasal dari asam tartrat, diammonium tartrat, dan dapat juga berasal dari kalium natrium tartrat dengan struktur sebagaimana Gambar 2.3.



Gambar 2. 3 Struktur anion tartrat dari beberapa sumber yaitu (a) asam tartrat; (b) kalium natrium tartrat; (c) diamonium tartrat

2.3 Kompleks Serium(III) dengan Ligan Tartrat

Kompleks logam dengan anion tartrat telah dieksplorasi sejak beberapa tahun yang lalu. Garam anorganik tartrat dikenal sebagai transduser karena sifatnya feroelektrik dan piezoelektrik. Penelitian-penelitian terdahulu tentang sintesis senyawa serium tartrat dapat dilihat pada Table 2.2.

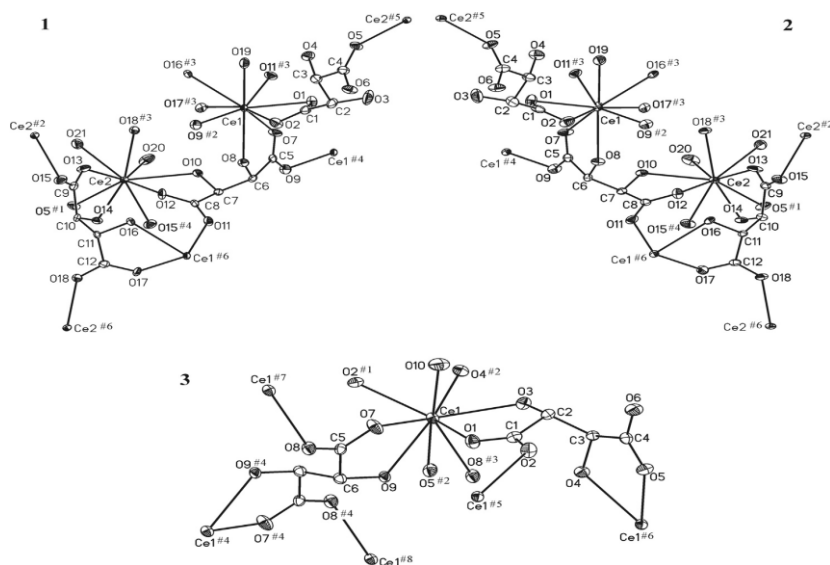
Tabel 2. 2 Penelitian terdahulu tentang sintesis serium tartrat

No	Kompleks dan Sumber Pustaka	Bahan
1	$[\text{Ce}_2(\text{L-TAR})_3(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$ Wang, dkk.(2009)	Bahan : CeO_2 , L-asam tartrat Rasio : 1:2 Pelarut : etanol, air Metode: Solvothermal (140°C , 72 Jam)
2	$[\text{Ce}_2(\text{D-TAR})_3(\text{H}_2\text{O})_3]$ Wang, dkk.(2010)	Bahan : CeO_2 , D-asam tartrat Rasio : 1:2 Pelarut: etanol, air Metode: Solvothermal (140°C , 72 Jam)
3	1. $[\text{Ce}_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{D-tar})_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 2. $[\text{Ce}_2(\text{H}_2\text{O})_3(\text{L-tar})_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 3. $\text{Ce}(\text{H}_2\text{O})(\text{meso-tar})$ Qi, dkk.(2014)	Bahan : 1. NaOH, $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, D-asam tartrat 2. NaOH, $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, L-asam tartrat 3. CeO_2 , Asam meso-tartrat Rasio : 1. 3:1:1,5 2. 3:1:1,5 3. 1,8:2 Pelarut : Air Metode: Hidrotermal (140°C , 48 jam)
4	$\text{Ce}_2(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ Patil, dkk. (2011)	Bahan : CeCl_3 , asam tartrat Rasio : 1:3 Pelarut : Na_2SiO_3 Metode : Sol Gel (pH 4,5, 78 jam)
5	1. $[\text{Ce}(\text{L-tart})(\text{CH}_2\text{OHCH}_2\text{OH})(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}$ 2. $[\text{Ce}(\text{D-tart})(\text{CH}_2\text{OHCH}_2\text{OH})(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}$ Hu, dkk. (2015)	Bahan : 1. $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, L-(+)- <i>tartaric</i> 2. $\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, D-(-)- <i>tartaric</i> Rasio : 1. 1,03:1,36 2. 1,03:1,33 Pelarut : Air Metode: Hidrotermal (120°C , 120 jam)

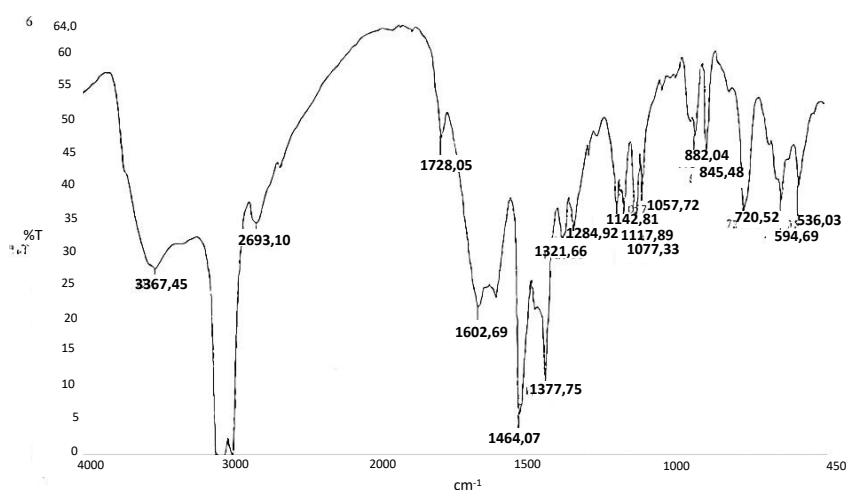
Berdasarkan Tabel 2.2 dapat diketahui bahwa sintesis serum tartrat dapat dilakukan menggunakan asam tartrat pada suhu 120-140°C. Pada suhu 120°C sintesis dilakukan pada senyawa dengan perkursor garam serum. Sintesis menggunakan suhu 140°C diperlukan waktu yang lebih singkat pada senyawa serum nitrat, dan akan memberikan waktu yang lebih lama jika prekursor serum berada pada bentuk oksida. Diammonium tartrat dapat digunakan sebagai pengganti asam tartarat dimana senyawa tersebut memberikan tingkat keasaman yang berbeda. Jumlah ion tartarat yang ada dalam larutan dibatasi pada nilai pH 3-6 yang pada akhirnya mempengaruhi kesetimbangan kimia dan spesies kimia dalam larutan, sehingga akan mempengaruhi hasil kristalisasi. Di sisi lain, penggunaan garam kalium natrium tartarat yang sangat larut memberikan laju difusi ion tartrat dalam larutan yang sangat tinggi. Ion tartarat akan bereaksi lebih cepat dengan ion logam dan terbentuk produk amorf berupa endapan (Khunur dan Prananto, 2018).

Pada penelitian ini digunakan ligan berupa diamonium L-tartrat, yang mana tartrat sendiri memiliki beberapa isomer L-tartrat, D-tartrat, dan meso tartrat. Isomer adalah suatu senyawa yang memiliki rumus molekul sama, namun rumus strukturnya berbeda. Istilah L atau laevorotasi dan D atau dekstrorotasi digunakan dalam ilmu kimia fisika untuk menggambarkan rotasi optik dari molekul melalui bidang cahaya yang terpolarisasi dari sudut pandang pengamat. Dekstrorotasi mengacu pada rotasi searah jarum jam (right-handed rotation) dan laevorotasi mengacu pada rotasi berlawanan arah jarum jam (left-handed rotation). Perbedaan enantiomer L-/D- tersebut ditunjukkan dengan membedakan karbon yang berada di karbon kiral bawah (Corsiglia, 2015).

Struktur hasil sintesis senyawa Ce^{3+} dengan ligan tartrat ion $Ce(III)$ yang berikatan dengan dua anion tartrat. Seperti pada Gambar 2.4 dapat dilihat bagaimana sisi koordinasi dari kompleks serum tartrat yang terbentuk ketika menggunakan logam $Ce(III)$ sebagai ion pusat dan *linker* berbasis tartrat sebagai ligan. Terlihat bahwasanya atom pusat $Ce(III)$ memiliki bilangan koordinasi sembilan pada ketiga senyawa $Ce(III)$ -tartrat (Qi, dkk., 2014). Spektrum IR serbuk serum tartrat ditunjukkan pada Gambar 2.5.



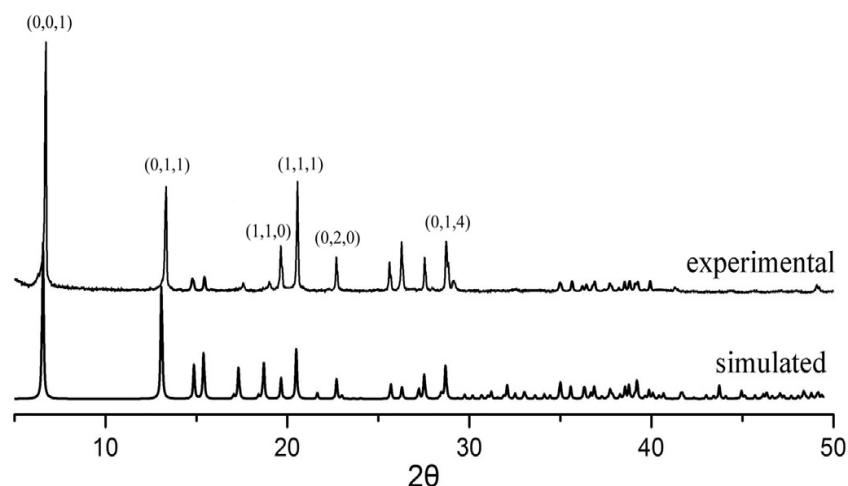
Gambar 2. 4 Struktur senyawa serum tartrat (Qi, dkk., 2014)



Gambar 2. 5 Spektrum IR serum tartrat (Patil, dkk. 2011)

Gambar 2.5 tersebut menunjukkan hasil FTIR dari Bilangan gelombang 450–4000 cm^{-1} . Puncak pada bilangan gelombang 3367,45 cm^{-1} merupakan peregangan O-H dari air kristalisasi. Puncak bilangan gelombang 2929,70 cm^{-1} mewakili -OH meregang karena gugus OH lain dalam struktur. Puncak pada bilangan gelombang 1728,05 dan 1602,69 cm^{-1} masing-masing mewakili ikatan asimetris O-C-O. Sedangkan puncak pada bilangan gelombang 1464,07 dan 1377,75 cm^{-1} mewakili oleh ikatan O-C-O. Bilangan gelombang 1321,66 dan 1284,92 cm^{-1} merupakan puncak ikatan C-OH. Puncak bilangan gelombang 1077,33 dan 1057,71 cm^{-1} disebabkan oleh regangan C-H. Puncak pada bilangan gelombang 720,52; 594,69 dan 536,03 cm^{-1} , berturut-turut, disebabkan oleh ikatan oksigen dengan logam (Patil, dkk. 2011).

Senyawa kompleks Serium Tartrat pada penelitian Hu, dkk. (2015) dilakukan karakterisasi berupa XRD yang dilakukan pada suhu kamar. Data hasil XRD ditunjukkan pada Gambar 2.6 dimana menunjukkan data XRD secara eksperimental dan data XRD simulasi. Data hasil XRD menunjukkan senyawa mengkristal dalam sistem monoklinik kiral dengan gugus ruang P2.



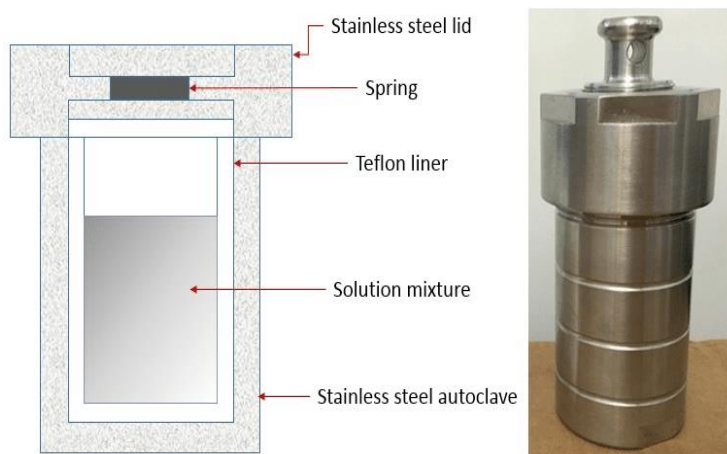
Gambar 2. 6 Difraktogram senyawa $[\text{Ce}(\text{L-tart})(\text{CH}_2\text{OHCH}_2\text{OH})(\text{H}_2\text{O})]\text{Cl}$ dengan sistem kristal *monoclinic* (Hu, dkk. 2015)

2.4 Sintesis Kompleks Serium(III) Tartrat Menggunakan Metode Solvothermal

Beberapa metode untuk mendapatkan kompleks tartrat telah dilaporkan, yaitu larutan, gel, dan solvothermal. Metode peleburan dianggap tidak dapat dicapai, karena tartrat akan terurai sebelum titik lelehnya. Metode gel merupakan metode yang sering digunakan untuk menumbuhkan kristal tunggal kompleks logam tartrat karena kompleks ini larut sebagian dalam air. Namun, metode ini mempunyai langkah yang kurang sederhana dan beberapa faktor seperti pH, jenis gel, konsentrasi, dll, harus dimasukkan. Kristalisasi kompleks logam tartrat menggunakan reaksi solvothermal atau hidrotermal telah dilaporkan pada beberapa penelitian, dimana metode ini menggunakan suhu lebih dari 100°C . Metode larutan merupakan metode yang paling sedikit untuk menghasilkan kristal tunggal kompleks logam tartrat berkualitas baik karena banyak kompleks tartrat sebagian larut dalam air dan dapat membentuk produk amorf (Khunur dan Prananto, 2018).

Sintesis solvothermal adalah metode untuk menyiapkan berbagai bahan seperti logam, semikonduktor, keramik, dan polimer. Proses ini melibatkan penggunaan pelarut di bawah tekanan sedang hingga tinggi (biasanya antara 1 atm dan 10.000 atm) dan suhu (biasanya antara 100 dan 1000°C) yang memfasilitasi interaksi prekursor selama sintesis. Proses pelarutan dan pertumbuhan kristalnya dilakukan dalam bejana tertentu yang disebut autoklaf atau reaktor hidrotermal yaitu berupa suatu wadah terbuat dari

baja yang tahan pada suhu dan tekanan tinggi sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2. 7 Reaktor hidrotermal

Sintesis solvothermal menggunakan pelarut N,N-dimetilformamida (DMF) atau dietil formamida (DEF) merupakan suatu metode yang efektif untuk mendapatkan kristal dari kompleks polimer yang berkualitas baik dengan ligan tipe karboksilat dan imidazolat. DMF dan DEF mudah mengalami hidrolisis di udara, membentuk asam format dan HNR₂ (R= Metil dan Etil). Amina yang terbentuk dapat meningkatkan deprotonasi asam karboksilat dan imidazol, serta menyebabkan karboksilat dan imidazolat memiliki kemampuan untuk menjembatani logam pusat (Noro, 2013). Metode sintesis yang tepat diharapkan akan menghasilkan material kompleks polimer yang nantinya akan memberikan pengaruh besar terhadap sifat material tersebut. Telah di laporkan oleh (Mulyati, dkk. 2015) bahwa kompleks polimer yang disintesis dengan menggunakan metode solvothermal menghasilkan senyawa kompleks dengan kristalinitas tinggi, luas permukaan besar, kemurnian tinggi, dan distribusi ukuran pori teratur dibandingkan dengan menggunakan metode sonokimia dan metode gelombang mikro.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Dasar dan analisa FTIR di Laboratorium Instrumen Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi powder XRD dilakukan di Greenlabs (Glabs) Bandung. Karakterisasi SEM-EDS dilakukan di Laboratorium SEM Departemen Teknik Mesin Institut Teknologi Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

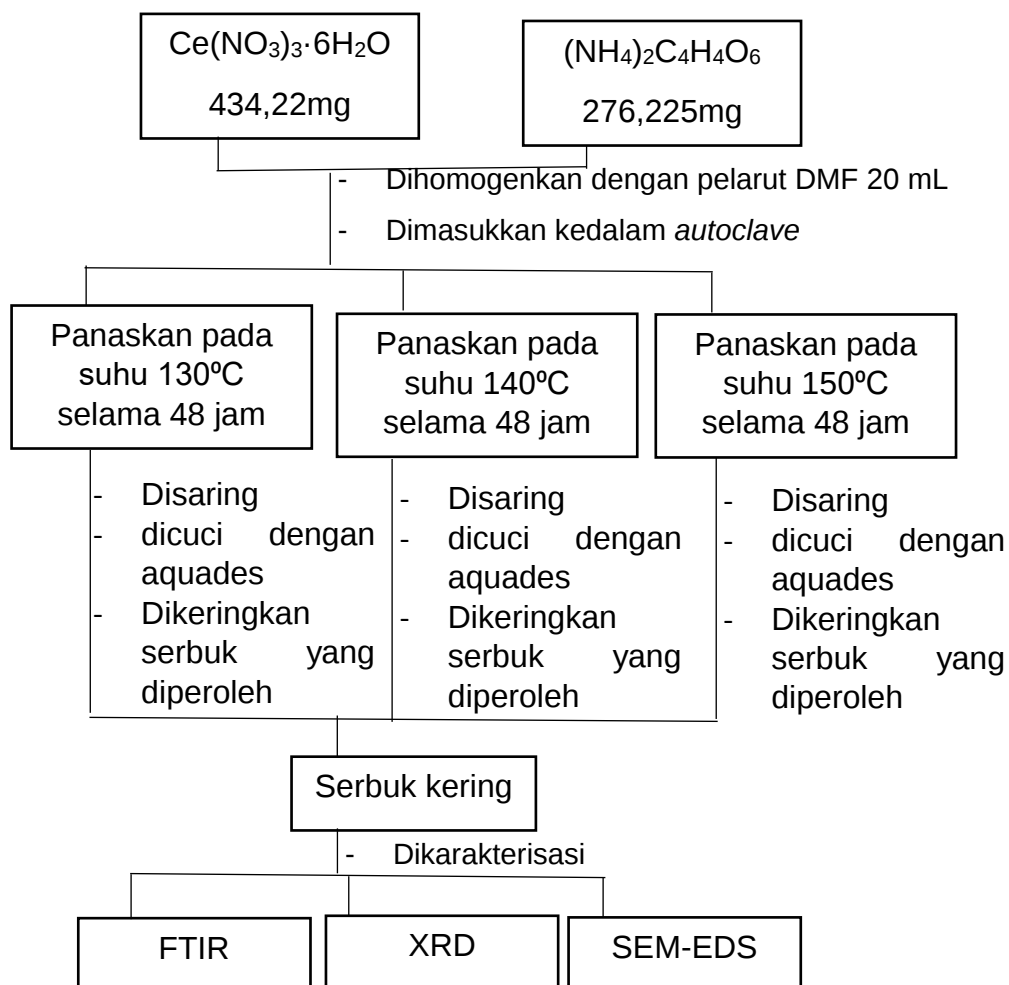
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, gelas arloji, spatula, beaker glass 100 mL, batang pengaduk, corong pisah, erlenmeyer 100 mL, kertas saring, hotplate, magnetic stirrer, 100 ml teflon lined stainless steel autoclave, dan oven. Peralatan untuk karakterisasi terdiri dari seperangkat instrumen FTIR, seperangkat instrumen serbuk XRD, dan seperangkat instrument SEM-EDS.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Serium(III) Nitrat Heksahidrat ($\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) p.a (HIMEDIA), Diamonium L-Tartrat ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) p.a (Merck) dan N,N-dimetilformamida (DMF) p.a (Merck).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari hasil sintesis solvothermal kompleks serium(III) tartrat, mengidentifikasi dan mengkarakterisasi produk senyawa kompleks, serta mempelajari pengaruh variasi suhu terhadap senyawa kompleks yang dihasilkan. Proses penelitian diawali dengan sintesis senyawa kompleks serium(III)-tartrat dengan menggunakan metode solvothermal dan dilanjutkan dengan karakterisasi pada hasil yang diperoleh pada proses sintesis. Rancangan penelitian dari proses sintesis kompleks serium(III)-tartrat ini dilakukan dengan cara sebagai mana Gambar 3.1



Gambar 3. 1 Rancangan penelitian

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:

a. . Sintesis Solvotermal Kompleks Serium(III)-Tartrat

Proses ini mencakup proses homogenasi antara reaktan dan pelarut sebelum dimasukkan ke dalam autoklaf, dilanjutkan proses pemanasan pada variasi suhu 130, 140, dan 150°C selama 48 jam, didinginkan pada suhu ruang selama 48 jam, dilakukan filtrasi antara 2 fase sehingga diperoleh endapan yang kemudian dicuci dengan aquades. Diangin-anginkan selama 24 jam kemudian diletakkan sampel pada desikator selama 48 jam sampai sampel siap untuk dikarakterisasi.

b. Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

Proses ini mencakup karakterisasi serta analisa produk menggunakan (a) FTIR untuk menganalisa gugus fungsi spesifik dari ligan tartrat di dalam kompleksnya. (b) Serbuk XRD untuk mengetahui perbedaan sistem kristal dari kompleks yang diperoleh hasil dari penggunaan suhu yang berbeda dan (c) SEM-EXD untuk mengetahui morfologi senyawa hasil sintesis yang telah dilakukan.

c. Analisis Data

Proses ini dilakukan untuk membandingkan data hasil karakterisasi kompleks serium(III)-tartrat dari tiga variasi suhu.

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Sintesis Solvothermal Kompleks Serium(III)-Tartrat

Sintesis serium(III)-tartrat dengan menggunakan metode solvothermal melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup atau autoklaf menggunakan pelarut aquades. Padatan $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 434,22 mg (1 mmol) dimasukkan ke dalam beaker glass. Kemudian ditimbang diamonium L-tartrat sebanyak 276,225 mg (1,5 mmol) dan dimasukkan ke dalam beaker glass yang berbeda. Kedua bahan tersebut selanjutnya dilarutkan menggunakan pelarut DMF sebanyak 20 mL dan dicampur secara homogen. Untuk memaksimalkan proses tersebut campuran larutan diaduk menggunakan magnetic stirrer selama kurang lebih 1 jam. Setelah larut secara maksimal, campuran larutan dimasukkan ke dalam autoklaf 100 mL. Autoklaf ditutup rapat dan dipanaskan hingga suhu variasi suhu yang diinginkan (130, 140, dan 150°C) dipertahankan suhu variasi di dalam oven selama 48 jam, kemudian didinginkan autoklaf pada suhu ruang selama 48 jam. Produk hasil sintesis hidrotermal dikeluarkan dari autoklaf untuk dipisahkan antara 2 fase yang berbeda dengan menggunakan kertas saring dan corong pisah. Endapan yang diperoleh kemudian dicuci dengan DMF. Dikeringkan dengan diangin-anginkan selama 24 jam. Sampel selanjutnya diletakkan pada desikator selama 48 jam sampai sampel siap untuk dikarakterisasi.

3.5.2 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

3.5.2.1 Karakterisasi menggunakan FTIR

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

3.5.2.2 Karakterisasi Menggunakan Serbuk XRD

Analisis pola serbuk XRD dilakukan untuk mengetahui jenis struktur pada target sampel, tingkat kristalinitas atau keteraturan struktur serta kemurnian fasa produk. Cuplikan sampel kompleks dari serium(III)-tartrat dengan variasi suhu hasil sintesis dihaluskan hingga

menjadi serbuk halus, kemudian dipress dengan alat press dan diletakkan pada sampel *holder* yang telah disediakan. Kemudian sampel disinari dengan sumber sinar Cu K α sebagai sinar-X, skala 2θ sebesar $5-60^\circ$ ($\lambda = 1.5406^\circ\text{A}$).

3.5.2.3 Karakterisasi Menggunakan SEM-EDS

Karakterisasi SEM-EDS digunakan untuk mendapatkan informasi pendukung untuk mengetahui keadaan yang dapat terlihat pada morfologi permukaan dan distribusi ukuran partikel dari zat hasil sintesis dan juga komposisi unsur zat hasil sintesis dari serum(III)-tartrat. Produk hasil sintesis ditempatkan sebanyak 50 mg pada mesin pelapis emas dengan tebal sekitar 8 nm. Sampel yang telah dilapisi emas ditempatkan pada tempat sampel, lalu SEM akan menembakkan berkas elektron berenergi tinggi dan akan dipantulkan sehingga objek secara umum. Karakterisasi SEM dilakukan pada produk yang telah disintesis kemudian dianalisa menggunakan Instrumen SEM dengan perbesaran 5.000–30.000 kali. Selanjutnya menggunakan EDS dengan menembakkan sinar-X pada posisi yang ingin diketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak–puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung pada sampel.

3.5.3 Analisis Senyawa Hasil Sintesis

3.5.3.1 Analisis menggunakan FTIR

Data spektra hasil sintesis yang diperoleh diolah dengan membandingkan pada data spectra reaktan serum nitrat dan diamonium L-tartrat. Hasil perbandingan yang diperoleh disesuaikan dengan litaretur yang tersedia. Kemudian keseluruhan data tersebut dilakukan *stecking* dengan menggunakan *software OriginPro*.

3.5.3.2 Analisis Menggunakan Serbuk XRD

Data yang diperoleh dari karakterisasi XRD ini adalah berupa difraktogram yang terdiri dari posisi puncak (2θ), nilai *d-spacing* dan intensitas puncak difraksi, yang kemudian dibandingkan dengan data kompleks dari serum format , serianit, serum nitrat heksahidrat, dan serum succinat tetrahidrat. Derajat kristalinitas dihitung dengan metode *deconvolution* yang mengasumsikan puncak tajam difraktogram sebagai area kristal sedangkan puncak yang lebar diasumsikan sebagai amorf. Persamaan (3.1) yang digunakan sebagai berikut:

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

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

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

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

3.5.3.3 Analisis Menggunakan SEM-EDS

Hasil yang diperoleh dari karakterisasi SEM-EDS adalah mikrograf dan spektra atomik. Mikrograf dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif, secara kualitatif mikrograf diamati dari morfologi dan keseragaman partikel yang didapatkan. Secara kuantitatif mikrograf diolah menggunakan program *Image-J* untuk ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel. Spektra atomik dianalisa dari kandungan unsurnya.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis senyawa kompleks serium(III)-tartrat, dilakukan menggunakan metode solvothermal dengan mereaksikan senyawa serium(III) nitrat heksahidrat ($\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), diamonium L-tartrat ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) dalam pelarut N,N-dimetilformamida (DMF). Sintesis dilakukan pada variasi suhu yaitu 130, 140, dan 150°C. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR, Powder XRD, SEM-EDS.

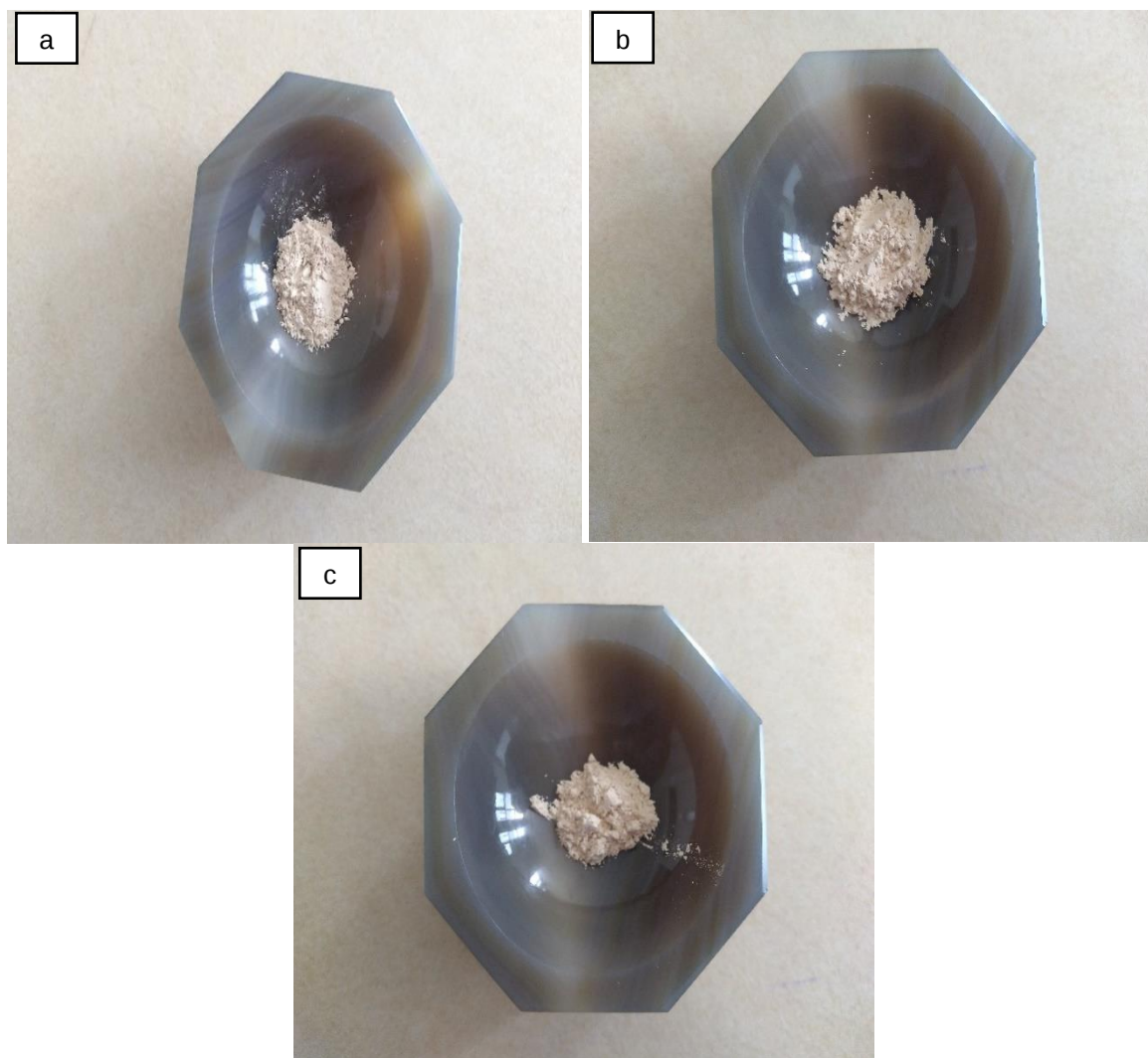
4.1 Hasil Sintesis Solvothermal Kompleks Serium(III)-Tartrat

Proses sintesis metode solvothermal senyawa kompleks serium(III) dengan ligan tartrat dilakukan menggunakan variasi suhu pemanasan 130, 140, dan 150°C selama 48 jam. Pelarutan reagen merupakan proses yang sangat penting dalam sintesis solvothermal, dimana senyawa serium nitrat dan diamonium tartrat dilarutkan terlebih dahulu menggunakan pelarut DMF. Proses pelarutan dilakukan dengan bantuan *magnetic stirrer* dan *hotplate* selama 1 jam sebagai upaya untuk memaksimalkan pelarutan senyawa reaktan. Hasil pengamatan yang didapatkan setelah proses pelarutan yaitu terbentuknya kompleks larutan tidak berwarna serium(III) nitrat heksahidrat dengan DMF dan larutan diamonium L-tartrat yang terbentuk masih memiliki endapan atau tidak larut secara sempurna. Larutan keruh yang terbentuk dari diamonium L-tartrat dilakukan penyaringan sebelum proses solvothermal. Proses penyaringan tersebut dilakukan untuk membentuk campuran larutan antara logam dan ligan yang tidak keruh atau bening sehingga tidak mengganggu berlangsungnya proses solvothermal sehingga pemanasan difokuskan kedalam pembentukan senyawa tanpa melibatkan pelarutan senyawa. Sintesis yang telah dilakukan menghasilkan produk seperti pada Tabel 4.1.

Berdasarkan hasil pengamatan pada Tabel 4.1 produk pada setiap variasi suhu sintesis mempunyai warna dan bentuk yang sama namun mempunyai massa rata-rata yang berbeda dan cenderung bertambah seiring dengan bertambahnya suhu sintesis. Menurut Jessie (2007) secara umum suhu yang lebih tinggi meningkatkan laju reaksi kimia. Peningkatan suhu tersebut berefek pada peningkatan energi kinetik dan lebih seringnya tumbukan efektif antar partikel reaktan, sehingga dapat menghasilkan massa produk yang lebih tinggi. Reaksi pada penelitian ini berupa reaksi kompleksasi yang melibatkan koordinasi ion cerium dengan ligan tartrat, menghasilkan residu kompleks stabil serium(III)-tartrat yang berupa endapan dan filtrat DMF yang mengandung ion nitrat dan diamonium dari senyawa reaktan. Pengaruh suhu pada pembentukan senyawa kompleks ini akan mempengaruhi kedua faktor penting pertumbuhan kristal, yaitu laju pembentukan inti (nukleasi) dan laju pertumbuhan kristal (growth).

Tabel 4.1 Hasil pengamatan

Kompleks	Warna	Bentuk	Berat (mg)	Berat rata-rata
Suhu 130 (1)	Putih Kekuningan	Serbuk	94,5	135,3
Suhu 130 (2)	Putih Kekuningan	Serbuk	155,0	
Suhu 130 (3)	Putih Kekuningan	Serbuk	158,2	
Suhu 130 (4)	Putih Kekuningan	Serbuk	160,1	
Suhu 140 (1)	Putih Kekuningan	Serbuk	198,9	209.9
Suhu 140 (2)	Putih Kekuningan	Serbuk	199,1	
Suhu 140 (3)	Putih Kekuningan	Serbuk	214,2	
Suhu 150 (1)	Putih Kekuningan	Serbuk	343,2	306.2
Suhu 150 (2)	Putih Kekuningan	Serbuk	287,0	
Suhu 150 (3)	Putih Kekuningan	Serbuk	288,3	

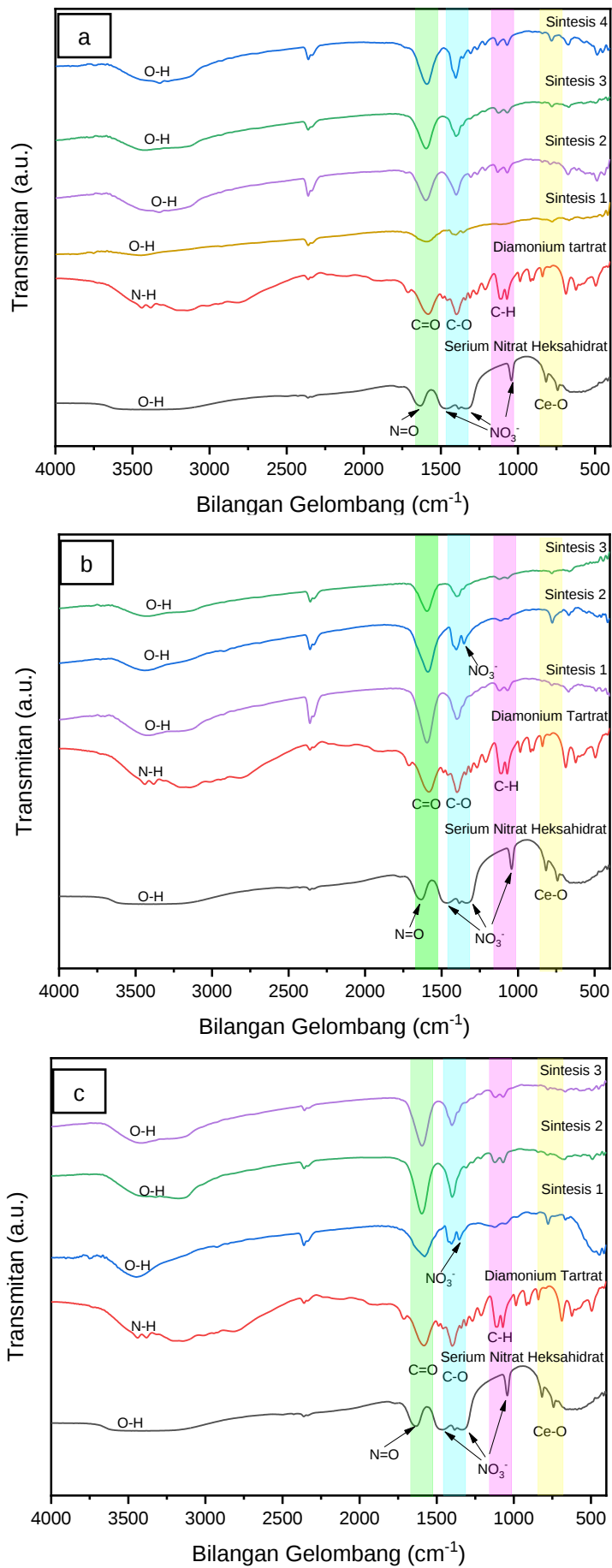
**Gambar 4.1** Hasil sintesis senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada: (a) suhu 130°C, (b) suhu 140°C, dan (c) 150°C

Produk sintesis senyawa serium(III)-tartrat pada suhu 130, 140, dan 150°C memiliki bentuk dan warna yang sama yaitu serbuk putih kekuningan sebagaimana terlihat pada Gambar 4.1. Senyawa serium(III)-tartrat hasil sintesis selain bergantung pada suhu sintesis juga bergantung pada pendiaman senyawa setelah sintesis dalam reaktor. Hal tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.1 senyawa sintesis pada suhu 130°C pada sintesis pertama didapatkan hasil sebanyak 94,5 mg dan pada suhu yang sama didapatkan hasil lebih besar dari 150 mg. Sintesis pertama pada suhu 130°C dilakukan tanpa pendiaman dalam reaktor setelah dilakukan sintesis, sedangkan pada sintesis lainnya dilakukan pendiaman setelah sintesis selama 2 hari (48 jam). Permatasari (2016) mengatakan pendiaman senyawa hasil sintesis selama dua hari pada suhu ruang dilakukan, agar didapatkan padatan yang stabil.

4.2 Hasil Karakterisasi Kompleks Serium(III)-Tartrat Menggunakan FTIR

Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometri FTIR dengan tujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi ligan tartrat yang digunakan dan pembentukan ikatan antara serium dengan ligan tartrat pada produk hasil sintesis. Proses ini dilakukan karena setiap senyawa organik menghasilkan spektra yang berbeda dengan karakteristiknya masing-masing, dengan puncak struktur sesuai dengan gugus fungsi penyusun senyawa tersebut. Karakterisasi FTIR pada senyawa kompleks serium tartrat dilakukan pada rentang panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} . Rentang ini umum digunakan dalam spektroskopi serapan inframerah untuk analisis kualitatif. Gugus fungsi yang diharapkan terdapat pada senyawa yang disintesis adalah gugus fungsi khas senyawa tartrat, yaitu gugus regang O-H, gugus regang C=O, gugus regang C-O, dan gugus tekuk C-H. Selain gugus fungsi tersebut, terdapat spektra yang menunjukkan bahwa ikatan M-O (Ce-O) telah terbentuk pada produk yang disintesis. Hasil spektra FTIR dari kompleks serium(III)-tartrat disajikan sebagaimana pada Gambar 4.2 dengan rincian pada Tabel 4.2-4.4.

Spektra yang dihasilkan berdasarkan pada Gambar 4.2 reaktan serium nitrat heksahidrat memiliki karakteristik berupa gugus regang O-H dari hidrat yang terbentuk pada bilangan gelombang 3362,52, gugus regang N=O pada bilangan gelombang 1633,126 cm^{-1} , gugus tekuk N-O pada bilangan gelombang 1463,232; 1336,667; dan 1042,258 cm^{-1} . dan adanya gugus tekuk M-O dari serium dengan nitrat yang terbentuk pada bilangan gelombang 742,379 cm^{-1} . Senyawa diamonium tartrat memberikan spektra khas dari senyawa tartrat yaitu gugus renggang O-H pada bilangan gelombang 3204,737 cm^{-1} ; gugus renggang C=O pada bilangan gelombang 1582,317 cm^{-1} ; gugus renggang C-O pada bilangan gelombang 1399,096 cm^{-1} ; dan gugus tekuk vibrasi dari C-H pada bilangan gelombang 1112,254 dan 1070,947 cm^{-1} . Spektra lainnya yang terbentuk dari diamonium tartrat yaitu adanya gugus renggang N-H yang terbentuk pada bilangan gelombang 3439,361 cm^{-1} .



Gambar 4.2 Spektra FTIR hasil sintesis: (a) kompleks suhu 130°C, (b) kompleks suhu 140°C dan (c) kompleks suhu 150°C

Tabel 4.2 Data dan interpretasi spektra FTIR kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C

Gugus fungsi terkait	Literatur	Bilangan gelombang serium nitrat heksahidrat (cm ⁻¹)	Bilangan gelombang Diammonium Tartrat (cm ⁻¹)	Bilangan gelombang Ce(III)-Tartrat yang teramati pada sampel suhu 130 (cm ⁻¹)			
				Sintesis 1	Sintesis 2	Sintesis 3	Sintesis 4
N-H Stretch	3160-3450 ¹	-	3439.361	-	-	-	-
O-H Stretch	3580-3200 ¹	3362.52	3204.737	3445.645	3326.932	3410.739	3323.368
N=O Stretch	1680-1610 ¹	1633.126	-	-	-	-	-
C=O stretch	1650-1590 ¹	-	1582.317	1593.725	1597.350	1595.262	1590.327
N-O Bend	1450, 1340, dan 1075-975 ¹	1463.232 1336.667 1042.258	-	-	-	-	-
C-O stretch	1420-1370 ¹	-	1399.096	1402.995	1400.333	1401.460	1403.162
C-H Bend	1121-1058 ¹	-	1112.25 1070.95	1114.777	1131.034 1069.247	1126.233 1068.997	1132.284 1070.125
M-O Bend	720,52 ³	742.379	-	778.385	790.039	779.602	781.440

Keterangan 1 = Socrates, 2001
2 = Patil, 2011

Tabel 4.3 Data dan interpretasi spektra FTIR kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 140°C

Gugus fungsi terkait	Literatur	Bilangan gelombang serium nitrat heksahidrat (cm^{-1})	Bilangan gelombang diammonium tartrat (cm^{-1})	Bilangan gelombang Ce(III)-Tartrat yang teramati pada sampel suhu 140 (cm^{-1})		
				Sintesis 1	Sintesis 2	Sintesis 3
N-H Stretch	3160-3450 ¹	-	3439.361	-	-	-
O-H Stretch	3580-3200 ¹	3362.52	3204.737	3427.603	3439.889	3412.648
N=O Stretch	1680-1610 ¹	1633.126	-	-	-	-
C=O stretch	1650-1590 ¹	-	1582.317	1595.073	1588.999	1595.041
N-O Bend	1450, 1340, dan 1075-975 ¹	1463.232 1336.667 1042.258	-	-	1353.517	-
C-O stretch	1420-1370 ¹	-	1399.096	1401.161	1403.563	1400.461
C-H Bend	1121-1058 ¹	-	1112.25 1070.95	1122.333 1070.171	1114.855 1071.999	1120.396 1069.060
M-O Bend	720,52 ²	742.379	-	779.424	776.541	779.129

Keterangan 1 = Socrates, 2001
2 = Patil, 2011

Tabel 4.4 Data dan interpretasi spektra FTIR kompleks serum(III)-tartrat pada suhu 150°C

Gugus fungsi terkait	Literatur	Bilangan gelombang serium nitrat heksahidrat (cm ⁻¹)	Bilangan gelombang Diammonium Tartrat (cm ⁻¹)	Bilangan gelombang Ce(III)-Tartrat yang teramati pada sampel suhu 150 (cm ⁻¹)		
				Sintesis 1	Sintesis 2	Sintesis 3
N-H Stretch	3160-3450 ¹	-	3439.361	-	-	-
O-H Stretch	3580-3200 ¹	3362.52	3204.737	3448.030	3380.629	3422.736
N=O Stretch	1680-1610 ¹	1633.126	-	-	-	-
C=O stretch	1650-1590 ¹	-	1582.317	1578.002	1596.364	1595.07
N-O Bend	1450, 1340, dan 1075-975 ¹	1463.232 1336.667 1042.258	-	1353.782	-	-
C-O stretch	1420-1370 ¹	-	1399.096	1404.023	1399.787	1401.203
C-H Bend	1121-1058 ¹	-	1112.254 1070.947	1118.591 1056.242	1122.951 1069.456	1125.012 1069.611
M-O Bend	720,52 ³	742.379	-	777.819	670.236	666.095

Keterangan 1 = Socrates, 2001
2 = Patil. 2011

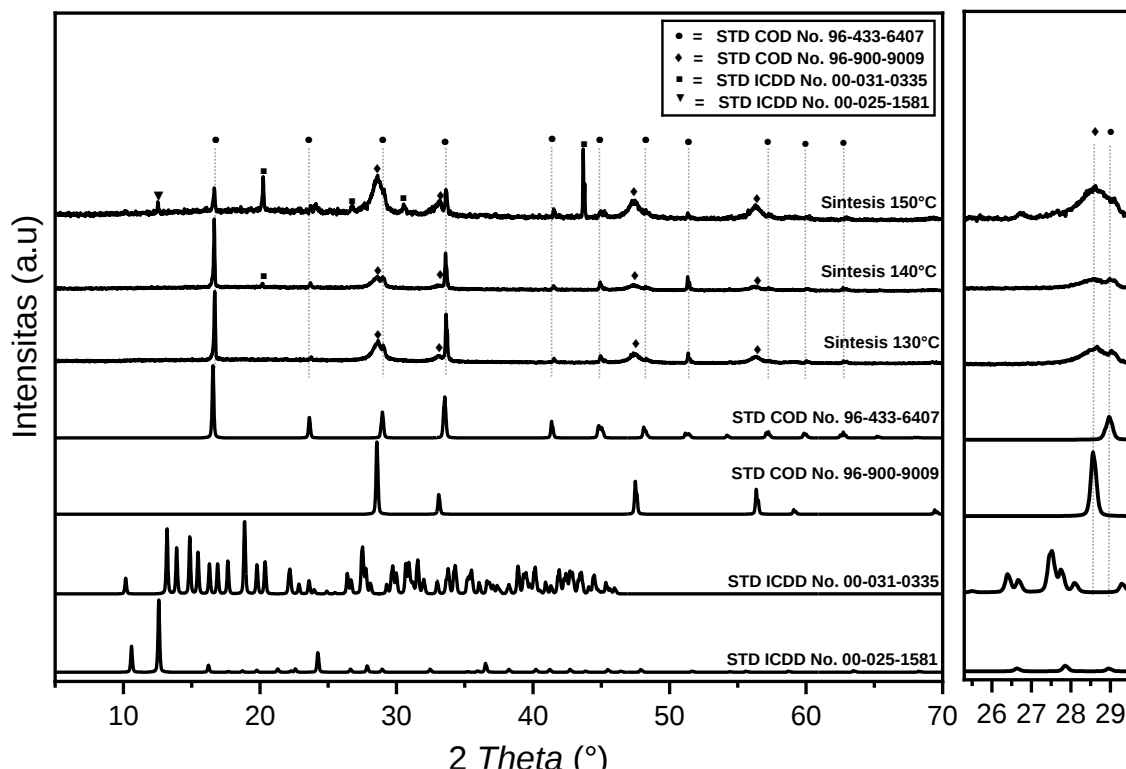
Hasil FTIR pada Gambar 4.2 Hasil sintesis senyawa serium(III)-tartrat pada suhu 130, 140, dan 150°C mempunyai spektra yang sesuai dengan spektra khas senyawa tartrat dari diamonium tartrat dan spektra khas gugus tekuk metal dengan oksigen dari serium nitrat heksahidrat. Keberadaan ligan tartrat ditandai dengan adanya gugus khas dari tartrat yang terbentuk pada senyawa hasil sintesis berupa gugus regang C=O yang terbentuk pada bilangan gelombang 1590 cm^{-1} , gugus regang C-O terbentuk pada bilangan gelombang 1400 cm^{-1} , gugus tekuk C-H yang mempunyai 2 spektra yaitu pada 1100 dan 1070 cm^{-1} , dan gugus regang O-H yang terbaca pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} . Spektra FTIR yang didapat dari senyawa hasil sintesis 1 pada suhu 130°C tidak tajam yang mana senyawa tersebut merupakan hasil sintesis yang tanpa pendiaman selama 2 hari setelah dilakukannya sintesis sehingga kompleks serium(III)-tartrat yang terbentuk belum stabil. Perbedaan spektra juga terbaca pada hasil sintesis ke 2 pada suhu 140°C dan sintesis 1 pada suhu 150°C dimana selain adanya gugus khas dari senyawa tartrat terbentuk juga spektra yang tersplit pada bilangan gelombang 1353,517 cm^{-1} dan 1353,782 cm^{-1} . Spektra pada bilangan gelombang tersebut menyerupai spektra dari gugus NO_3^- yang dapat dimungkinkan masih ada nitrat yang terkandung dalam senyawa hasil sintesis.

Spektra vibrasi dari M-O (Metal/Ce-Oksigen) pada serium nitrat ditunjukkan pada bilangan gelombang 742,379 cm^{-1} sedangkan pada pada hasil sintesis mempunyai spektra pada bilangan gelombang sekitar 780 cm^{-1} . Pergeseran bilangan gelombang tersebut dimungkinkan karena terbentuknya ikatan antara metal yaitu serium dengan oksigen yang berasal dari tartrat. Bilangan gelombang yang dihasilkan pada sintesis suhu 130°C 1 sampai 4 pada kompleks serium(III)-tartrat tidak terdapat perbedaan signifikan sehingga diindikasikan bahwasanya senyawa kompleks serium(III)-tartrat yang diperoleh memiliki kandungan senyawa dan struktur yang sama, begitu juga pada suhu 140°C. Pada sintesis suhu 150°C memberi hasil sintesis 1 yang cukup berbeda dengan sintesis 2 dan 3 dimana memberikan spektra ikatan antara logam dan oksigen pada bilangan gelombang 777,819 cm^{-1} sedangkan pada sintesis 2 dan 3 pada bilangan gelombang 670,236 dan 666,095 cm^{-1} . Sehingga hasil sintesis ke-1 digunakan untuk karakterisasi lanjutan dikarenakan hasil spektra ikatan metal dengan oksigen yang menyerupai pada hasil sintesis suhu 130 dan 140°C. Berdasarkan data penjelasan di atas dapat dikonfirmasi bahwasanya produk kompleks yang dihasilkan dari sintesis pada suhu 130, 140, dan 150°C mengandung spektra khas tartrat dan membentuk senyawa kompleks dengan unsur serium yang digunakan.

4.3 Hasil Karakterisasi Kompleks Serium(III)-Tartrat Menggunakan Serbuk XRD

Senyawa serium(III)-tartrat hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan serbuk XRD untuk mengetahui fasa, persen kristalinitas, ukuran Kristal dan kemungkinan struktur kristal produk sampel. Pola difraksi sinar-x senyawa sintesis variasi suhu 130, 140, 150°C

ditunjukkan pada Gambar 4.3 data hasil sintesis diidentifikasi dengan cara membandingkan dengan dengan pola difraksi standar serum dari data base

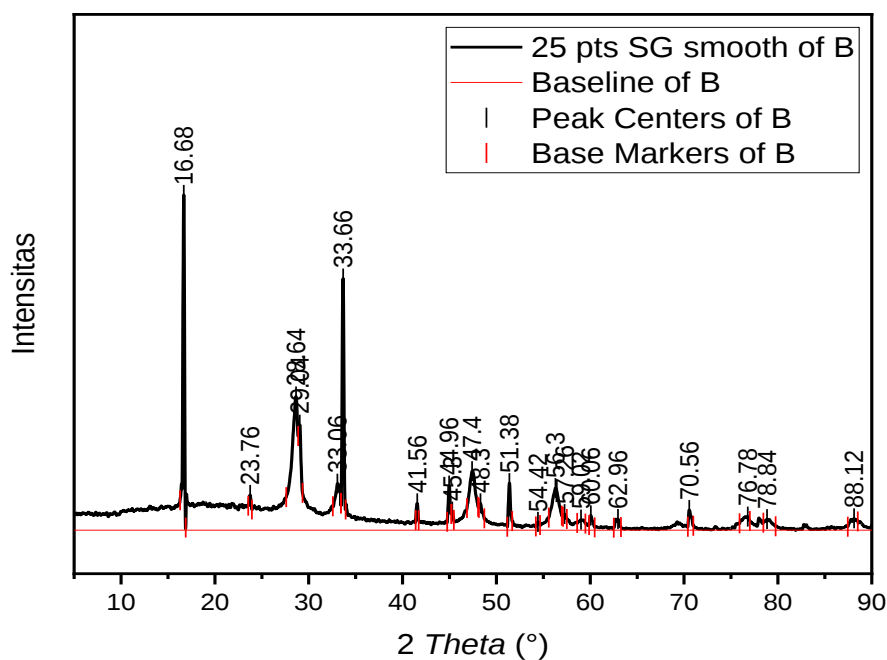


Gambar 4.3 Pola difraksi hasil sintesis serum(III)-tartrat pada suhu 130, 140, dan 150°C dibandingkan dengan standar database serum (COD No. 96-433-6407 = serum format, COD no. 96-900-9009 = serianit, ICDD No. 00-031-0335 = serum nitrat heksahidrat, ICDD No. 00-025-1581 = serum succinat tetrahidrat)

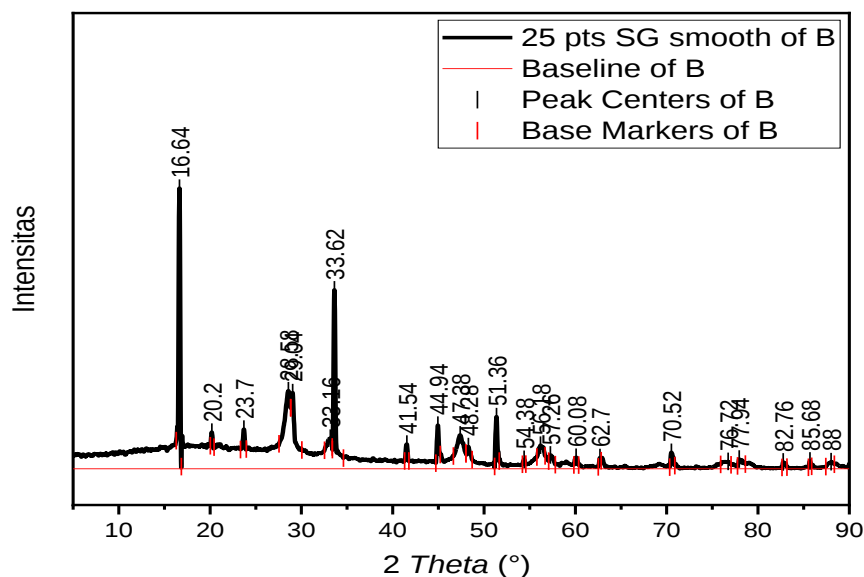
Pada Gambar 4.3 pola difraksi dari senyawa serum(III)-tartrat hasil sintesis pada suhu 130, 140, dan 150°C menunjukkan kecocokan dengan standar kompleks serum format dari database COD No. 96-433-6407. Kecocokan pola difraksi yang mencerminkan kesamaan susunan atom dalam pembentukan kompleks serum dengan ligan donor oksigen dalam struktur serum(III)-tartrat dengan serum format. Terdapat perbedaan intensitas puncak yang terlihat pada setiap data hasil sintesis pada 2θ (°) : 28,6; 33; 47,5; dan 59,2. Intensitas pada 2θ tersebut merujuk pada keberadaan fasa serianit COD no. 96-900-9009 dengan rumus unsur CeO_2 . Pada hasil sintesis 140°C mempunyai satu intensitas lebih banyak dari suhu 130°C yaitu pada 2θ (°) : 20,2 yang merujuk pada fasa untuk serum nitrat heksahidrat ICDD No. 00-031-0335. Pada suhu 150°C juga mempunyai intensitas yang lebih banyak yaitu pada 2θ (°) : 12,5 untuk terbentuknya fasa menyerupai serum succinat tetrahidrat ICDD No. 00-025-1581 dan pada 2θ (°) : 20,2; 26,7; 30,5; dan 43,7. yang merujuk pada fasa untuk serum nitrat heksahidrat ICDD No. 00-031-0335.

Hasil XRD pada setiap variasi suhu memberikan hasil yang berbeda dari hasil penelitian terdahulu, hasil yang didapat dari hasil sintesis lebih menyerupai senyawa kompleks

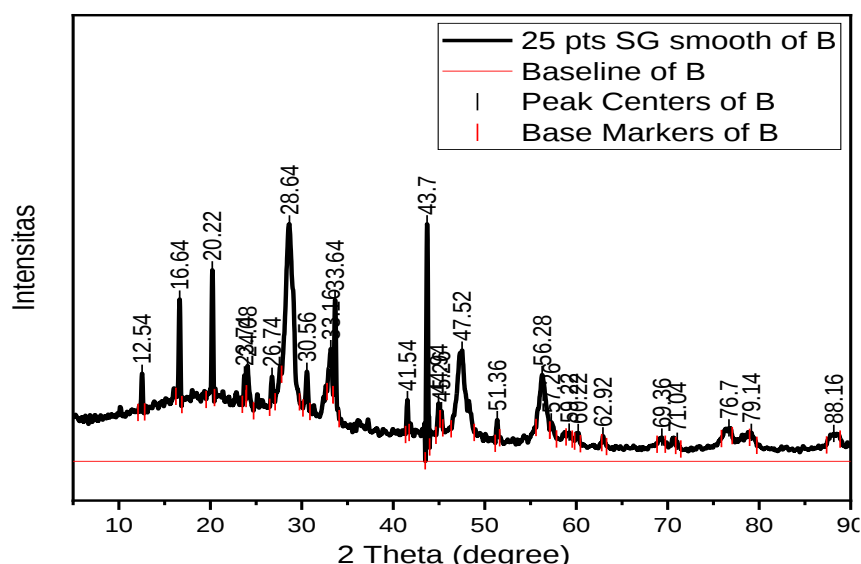
serium format dan serianit. Hal tersebut dimungkinkan dikarenakan adanya penyaringan senyawa reaktan diamonium tartrat sehingga senyawa yang terbentuk tidak menyerupai hasil penelitian terdahulu. Pola difraksi XRD pada senyawa hasil sintesis berbeda pada setiap variasi suhu, hasil sintesis cenderung membentuk lebih banyak puncak 2θ pada suhu yang lebih tinggi. Menurut Singh (2016). Peningkatan suhu reaksi dapat meningkatkan tingkat ketidakteraturan senyawa yang dihasilkan, yang ditandai dengan senyawa cenderung membentuk puncak-puncak baru pada suhu yang lebih tinggi.



Gambar 4.4 Puncak difraksi pada posisi 2θ (°) kompleks suhu 130°C



Gambar 4.5 Puncak difraksi pada posisi 2θ (°) kompleks suhu 140°C



Gambar 4.6 Puncak difraksi pada posisi 2 θ (°) kompleks suhu 150°C

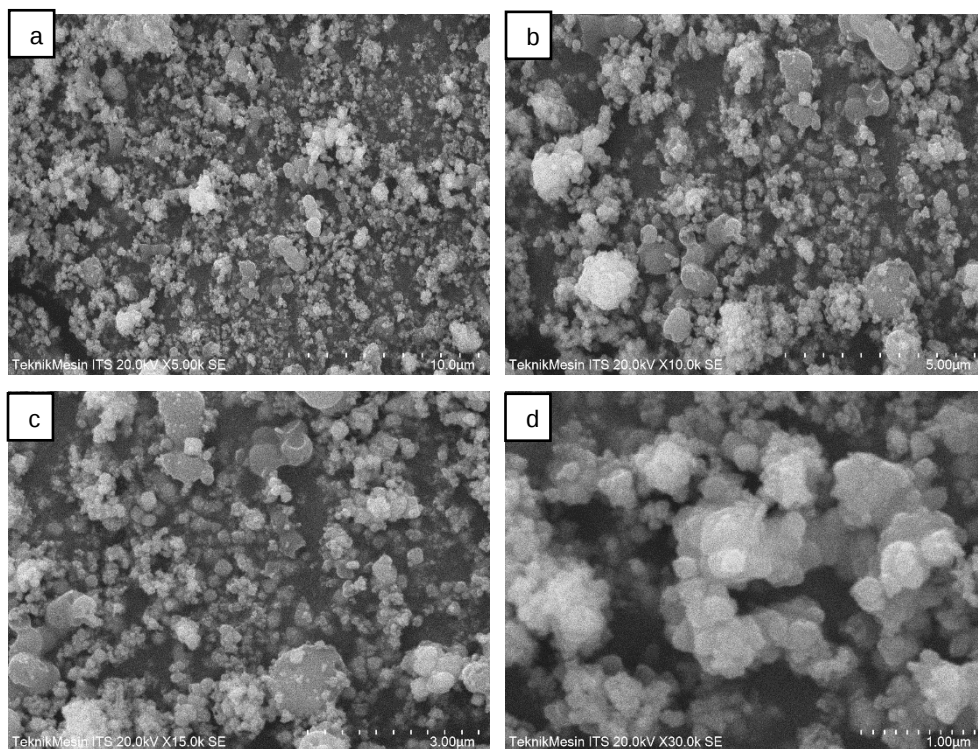
Intensitas posisi puncak yang berbeda dari setiap variasi suhu sintesis dapat mengindikasikan perubahan dalam struktur kristal dan derajat kristalinitas senyawa yang terbentuk. Derajat kristalinitas dihitung untuk mengukur sejauh mana suatu sampel memiliki struktur kristal yang teratur. Derajat kristalinitas dihitung dengan cara membagikan luas area kristal dengan total luas area dan dikalikan dengan 100%. Luas area didapatkan dari puncak-puncak sesuai dengan Gambar 4.4, 4.5, dan 4.6. Derajat kristalinitas dari produk menunjukkan perbedaan yang tidak terlalu jauh, yakni secara berturut-turut 39,35, 38,79 dan 38,69% untuk sintesis suhu 130, 140, dan 150°C. Ukuran kristal yang dihitung berdasarkan perhitungan *Debye-Scherrer* dan diukur pada posisi 2 θ (°) : 16,6 mendapatkan hasil sebesar 81.6388 nm pada sintesis suhu 130°C, 102,0424 nm pada sintesis suhu 140°C, dan 102,0486 nm pada sintesis suhu 150°C. Hasil tersebut berbeda namun tidak signifikan, yang menandakan pengaruh suhu terhadap kristalinitas dan ukuran kristal senyawa hasil sintesis pada penelitian ini tidak memberikan hasil yang maksimal. Kristalinitas dan ukuran kristal yang dihitung pada salah satu puncak dihitung terhadap keseluruhan hasil pola difraksi pada setiap variasi suhu. Kristalinitas dan ukuran kristal dihitung terhadap keseluruhan pola difraksi karena dapat dimungkinkan senyawa kompleks serum tartrat telah terbentuk yang ditandai dengan adanya pola yang menyerupai serum format sebagai tanda terbentuknya fasa ikatan serum dengan oksigen dari ligan organik, dengan adanya puncak lain yang mungkin sebagai penanda perbedaan struktur dari serum format dan serum tartrat.

4.4 Hasil Karakterisasi Kompleks Serum(III)-Tartrat Menggunakan SEM-EDS

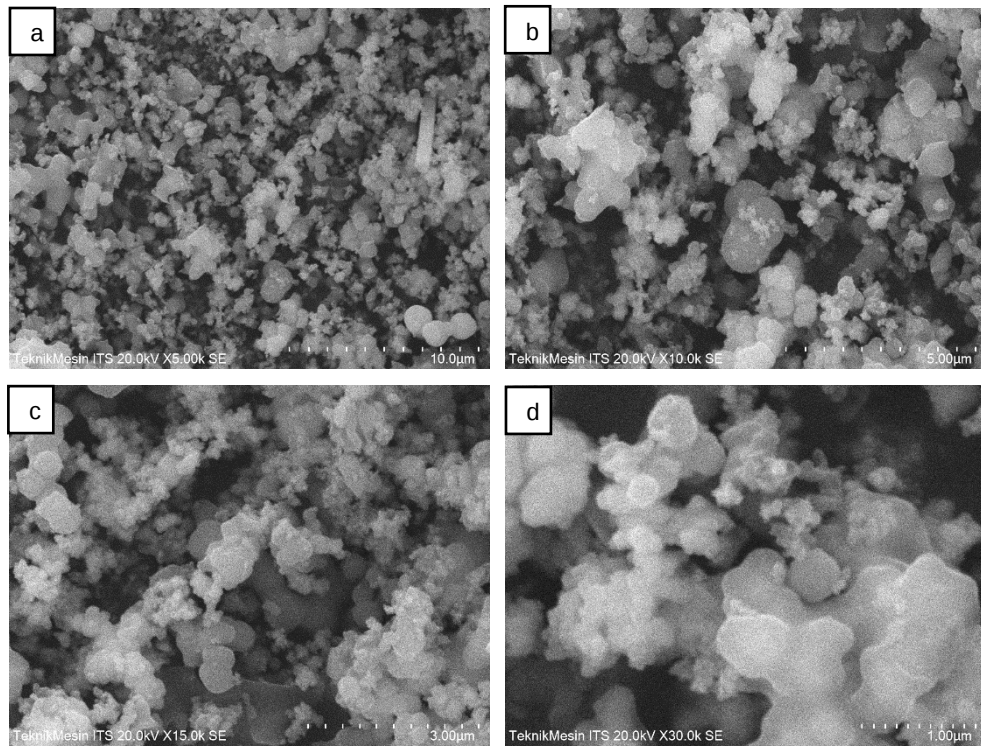
Kompleks serum(III)-tartrat dikarakterisasi menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran partikel produk hasil sintesis, serta pengaruh variasi suhu yang digunakan. Perbesaran yang digunakan dalam penelitian ini adalah 5.000X; 10.000X; 15.000X; dan 30.000X yang digunakan untuk semua variasi suhu. Jika perbesaran yang lebih

kecil digunakan, area permukaan yang lebih luas akan dipindai. Hasil SEM yang diperoleh disajikan sebagaimana Gambar 4.7; Gambar 4.8; dan Gambar 4.9.

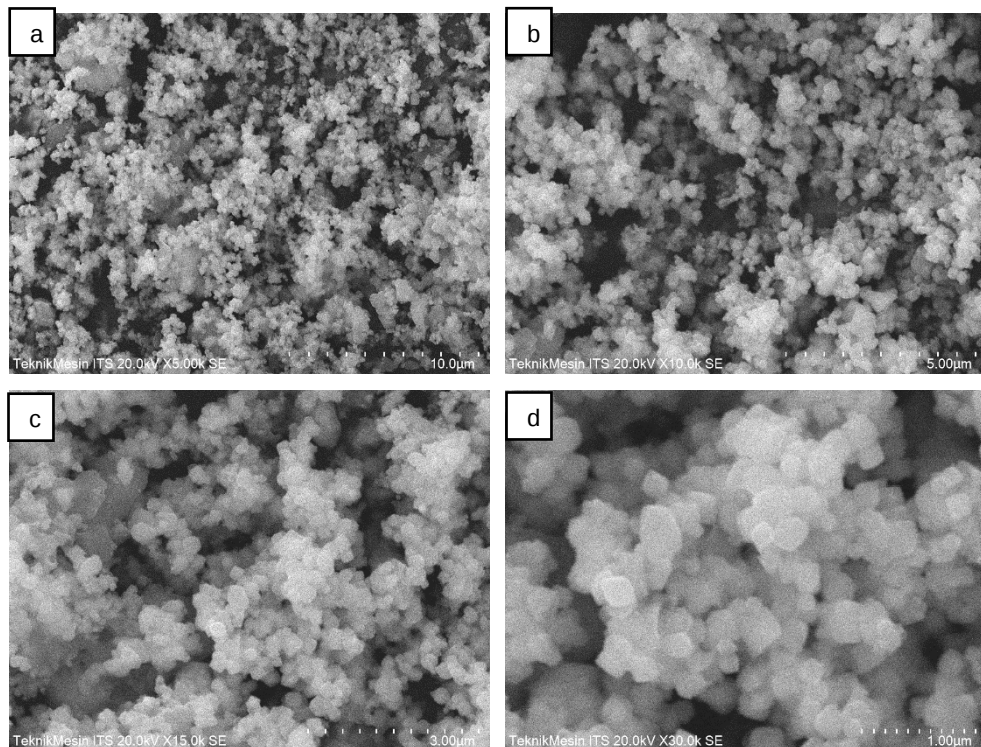
Berdasarkan hasil Gambar 4.7; Gambar 4.8; dan Gambar 4.9 partikel hasil data SEM yang terbentuk kurang seragam, ditandai dengan selain adanya morfologi yang mempunyai bentuk granul dan terdapat pula yang mempunyai bentuk tak beraturan (irregular). Selain bentuknya yang tak beraturan partikel juga mengalami aglomerasi. Hasil yang ditunjukkan pada suhu 130°C memberikan partikel dengan ukuran yang cukup besar dan kurang beraturan, pada suhu yang lebih tinggi partikel yang terbentuk lebih kecil dan sedikit lebih teratur sebagaimana ditunjukkan pada suhu 150°C . Menurut Wu (1991) hal ini berkaitan dengan faktor-faktor penting dalam pertumbuhan kristal, Jika laju pembentukan inti tinggi, banyak sekali kristal yang akan terbentuk yang terdiri dari partikel-partikel kecil.



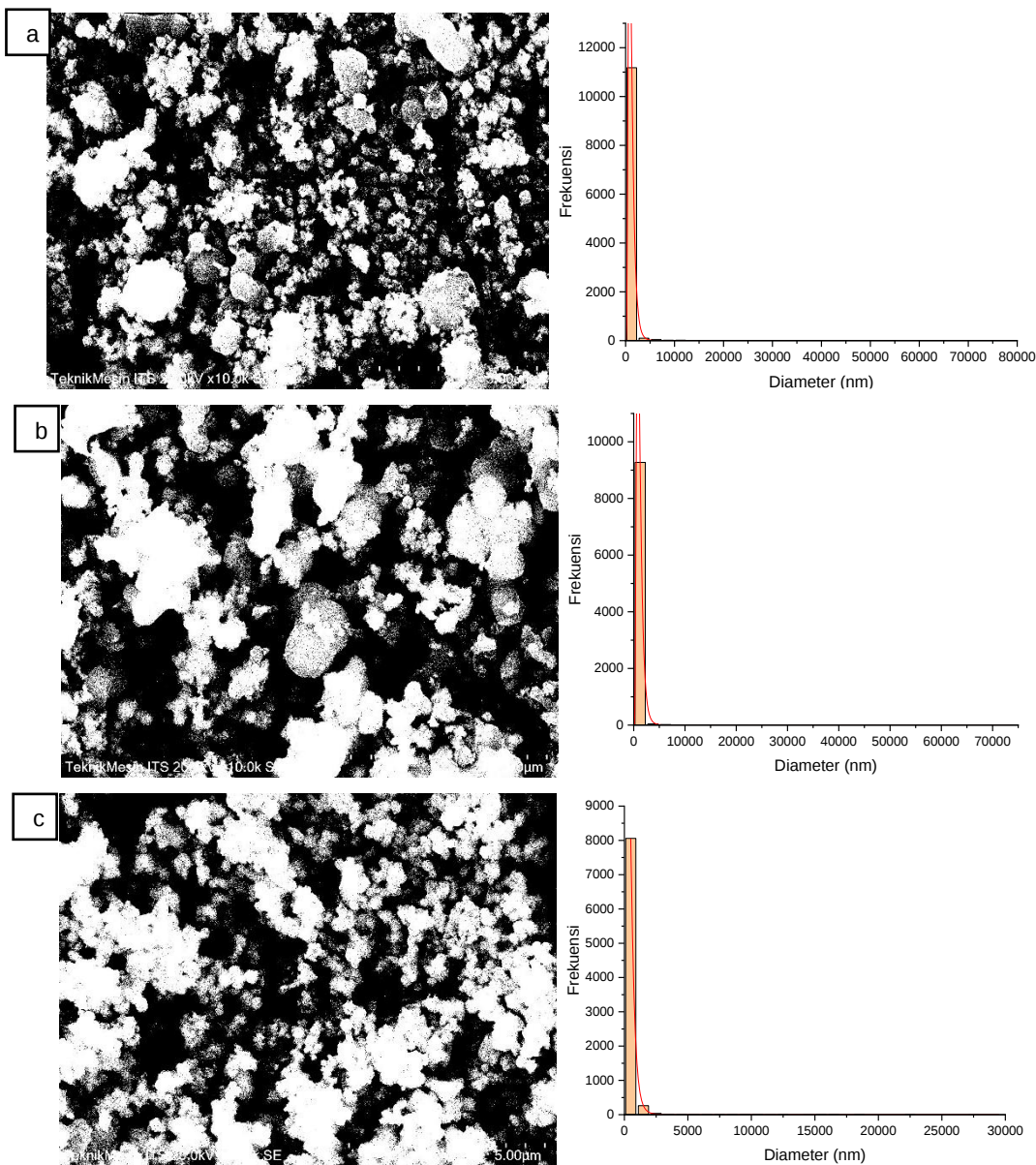
Gambar 4.7 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 130°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X



Gambar 4.8 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 140°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X



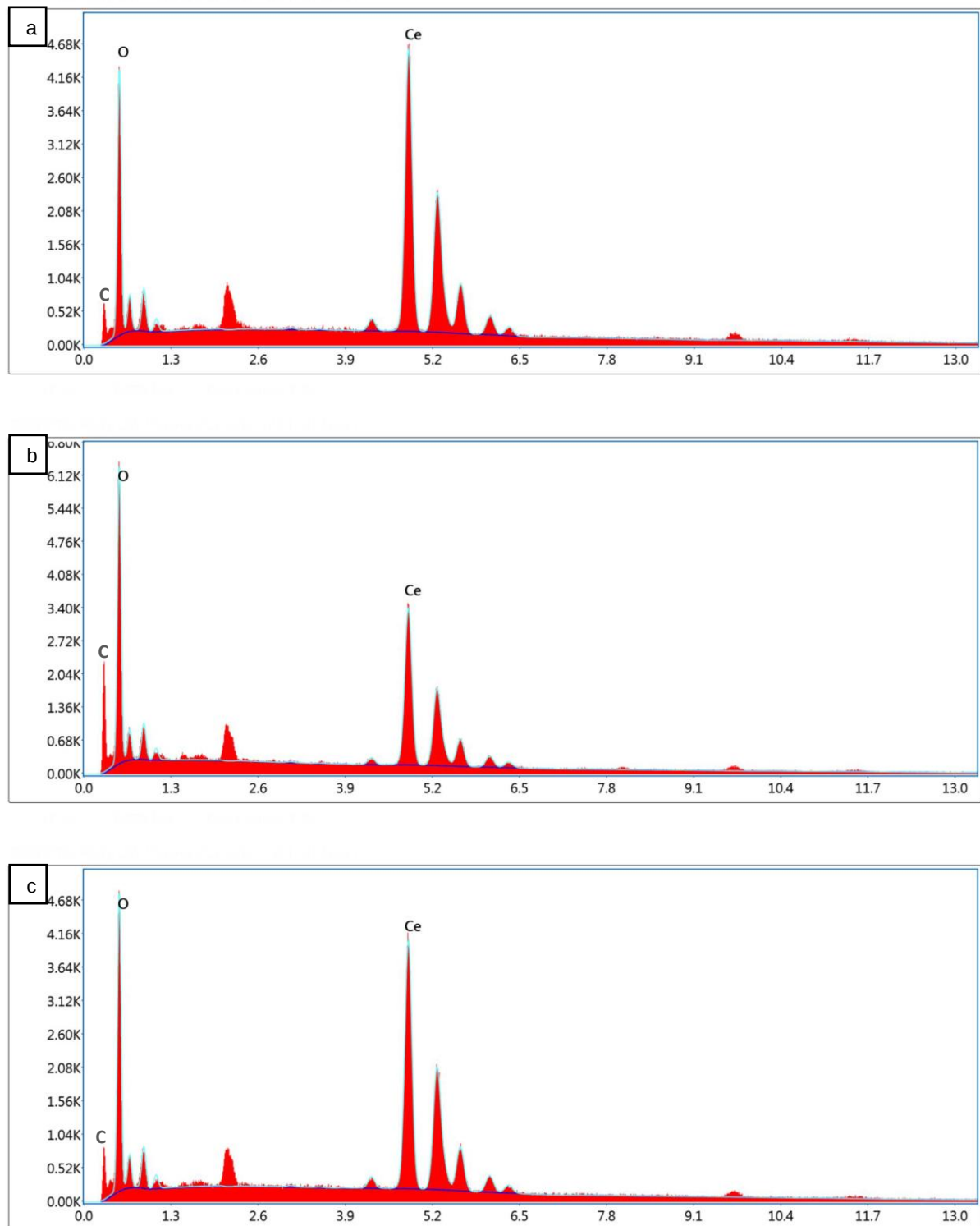
Gambar 4.9 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 150°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X



Gambar 4.10 Mikrograf SEM setelah pengolahan menggunakan ImageJ dengan average area pada: (a) kompleks suhu 130°C, (b) kompleks suhu 140°C dan (c) kompleks suhu 150°C

Hasil gambar yang diperoleh diolah menggunakan software *Image-J*. dan didapatkanlah data seperti pada Gambar 4.10. Pengolahan menggunakan *Image-J* dilakukan pada mikrograf dengan perbesaran 10.000X untuk setiap variasi suhu. Berdasarkan Gambar 4.10, sampel strontium(III)-tartrat pada suhu 130°C memiliki ukuran partikel antara 353,29–79219,36 nm dengan distribusi ukuran maksimum pada 353,29 nm, pada suhu 140°C memiliki ukuran partikel antara 353,29–72814,14 nm dengan distribusi ukuran maksimum pada 353,29 nm, dan pada suhu 150°C memiliki ukuran partikel antara 354,69–27996,27 nm dengan distribusi ukuran maksimum pada 354,69 nm. Hasil yang didapatkan memberikan data penurunan ukuran terbesar dari setiap variasi suhu yaitu sebesar 79219,36; 72814,14; dan 27996,27nm yang berturut-turut dari suhu 130, 140 dan 150°C. Hal tersebut menunjukkan bahwa peningkatan suhu sintesis dapat mengakibatkan meningkatnya keseragaman ukuran

partikel hasil sintesis. Fachri (2008) menyatakan pada suhu yang lebih tinggi, laju pertumbuhan kristal dalam sampel dapat meningkat. Hal ini dapat menyebabkan terbentuknya partikel dengan ukuran yang lebih seragam, yang tercermin dalam keseragaman hasil sintesis.



Gambar 4.11 EDS dari serium(III)-tartrat pada (a) suhu 130°C, (b) suhu 140°C, (c) suhu 150°C

Tabel 4.5 Persentase unsur-unsur penyusun serium(III)-tartrat hasil EDS

Senyawa	Kadar Ce (%)	Kadar O (%)	Kadar C (%)
Serium(III) tartrat suhu 130°C	26,43	56,67	16,90
Serium(III) tartrat suhu 140°C	14,24	57,29	27,83
Serium(III) tartrat suhu 150°C	21,60	58,98	19,42

Berdasarkan data EDS pada Tabel 4.4 terlihat bahwa sampel serium(III)-tartrat tersusun dari unsur Ce, O, dan C. Kadar atom oksigen mempunyai hasil paling tinggi pada hasil EDS dengan persentase sebesar 56,67; 57,29; dan 58,98% pada suhu 130, 140, 150°C. Kadar atom serium 22,45; 30,63; dan 18,84% sementara karbon dengan kadar 5,55; 10,43; 4,22% pada suhu 130, 140, 150°C. Data tersebut menunjukkan bahwa kadar atom karbon lebih rendah dari kadar atom serium yang mana seharusnya kadar atom dari unsur ligan lebih tinggi dari atom logam. Rendahnya kadar karbon dapat dihubungkan dengan perlakuan penyaringan diamonium tartrat sebagai senyawa reaktan ligan. Hal tersebut dapat mengurangi kadar C dan O secara signifikan sehingga perbandingan mol senyawa tidak sesuai dengan teori yang telah digunakan

4.5 Sintesis Solvothermal Kompleks Serium(III)-Tartrat dalam Prespektif Islam

Manusia khususnya umat islam diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah SWT. Manusia sebagai khalifatullah fi al'ard atau wakil Allah SWT yang ditugaskan melindungi, mengelola, dan memanfaatkan secara lestari demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya. Shihab (2005) menyatakan janganlah kalian kurangi apa yang menjadi hak orang lain dan jangan pula membuat kerusakan dimuka bumi. Allah SWT berfirman dalam al-quran surat Al-Baqarah (2) : 31:

وَعَلَّمَ آدَمَ الْأَسْمَاءَ كُلَّهَا ثُمَّ عَرَضَهُمْ عَلَى الْمَلَائِكَةِ فَقَالَ أَنْبِئُونِي بِأَسْمَاءِ هَؤُلَاءِ إِنْ كُنْتُمْ صَادِقِينَ

Artinya: Dan Dia ajarkan kepada Adam nama-nama (benda) semuanya, kemudian Dia perlihatkan kepada para malaikat, seraya berfirman, "Sebutkan kepada-Ku nama semua (benda) ini, jika kamu yang benar!"

Ayat ini menerangkan bahwa Allah ﷻ mengajarkan kepada Adam `alaihi salam nama-nama, tugas dan fungsinya seperti Nabi dan Rasul, tugas dan fungsinya sebagai pemimpin umat. Manusia memang makhluk yang dapat dididik (educable), bahkan harus dididik (educandus), karena ketika baru lahir bayi manusia tidak dapat berbuat apa-apa, anggota badan dan otak serta akalunya masih lemah. Tetapi setelah melalui proses pendidikan bayi manusia yang tidak dapat berbuat apa-apa itu kemudian berkembang dan melalui pendidikan yang baik apa saja dapat dilakukan manusia. (Kemenag RI, 2011). Tuntutan mencari ilmu sangatlah penting sesuai dengan ayat tersebut, sebagai umat islam hendaklah kita berbagi ilmu pengetahuan terutama ilmu yang berkenaan dengan ilmu kimia.

Sintesis senyawa serium(III)-tartrat, sebagai salah satu proses memahami pemanfaatan sumber daya alam dan peroses untuk memperoleh ilmu pengetahuan. Senyawa serium(III)-tartrat didapatkan dengan metode solvothermal pada variasi suhu, dengan terbentuknya serbuk putih kekuningan. Senyawa hasil sintesis yang terbentuk mempunyai karakteristik gugus tartrat dan gugus vibrasi antara serium dengan oksigen setelah dilakukannya analisa menggunakan FTIR. Senyawa hasil sintesis yang didapatkan perlu dikaji lebih lanjut berkaitan dengan terbentuknya kompleks serium(III)-tartrat dan manfaat dari senyawa yang telah didapatkan. Sebagaimana senyawa kompleks serium dengan ligan donor oksigen lain yang telah dillaporkan senyawa kompleks ini mempunyai potensi sebagai katalis dalam berbagai aplikasi industri, seperti dalam produksi bahan bakar sel, katalis konversi gas, dan katalis dalam reaksi oksidasi. Variasi suhu pada hasil sintesis laju reaksi kimia dapat menghasilkan massa produk yang lebih tinggi. Penelitian ini menggunakan variasi suhu solvothermal 130, 140, dan 150°C. Variasi suhu perlu dikaji lebih lanjut karena dapat berpengaruh pada transformasi fasa ukuran kristal, serta persen kristalinitas yang terbentuk. Sebagai mana firman Allah SWT dalam surat Al-Furqan (25):2

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا

Artinya: “Yang memiliki kerajaan langit dan bumi, tidak mempunyai anak, tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(-Nya), dan Dia menciptakan segala sesuatu, lalu menetapkan ukuran-ukurannya dengan tepat.”

Al-Quran sebagai sumber ajaran islam banyak mengungkapkan keberagaman yang ada di alam. Allah SWT menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran tertentu, begitupun juga dalam melakukan sintesis perlu memperhatikan suhu dan kondisi sintesis untuk mendapatkan senyawa dengan kristalinitas dan ukuran yang optimal.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

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

- a. Senyawa serium(III)-tartrat telah berhasil disintesis pada suhu 130, 140, dan 150°C. Hasil senyawa didapatkan berupa serbuk putih kekuningan dengan karakterisasi gugus fungsi hasil FTIR berupa gugus regangan O-H, gugus regangan C=O, gugus renggang C-O, dan gugus tekuk C-C dari tartratselain itu juga terdapat gugus vibrasi M-O yang mengindikasikan adanya ikatan antara serium dengan ligan tartrat. Derajat kristalinitas yang diperoleh dari senyawa ini sebesar 39,35%, 38,79% dan 38,69% pada suhu 130, 140, dan 150°C
- b. Morfologi serium(III)-tartrat hasil sintesis kurang seragam dimana selain morfologi yang mempunyai bentuk granul terdapat pula yang mempunyai bentuk tak beraturan (irregular). Peningkatan suhu pada sintesis serium tartrat dapat meningkatkan keseragaman ukuran hasil sintesis ditunjukkan dari perbedaan range distribusi ukuran partikel yang berkurang.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan yaitu sebagai berikut:

- a. Perlu adanya pengkajian lebih lanjut mengenai penggunaan pelarut antara DMF dengan pelarut lain, untuk mengatasi masalah kelarutan dari senyawa logam serium nitrat heksahidrat maupun senyawa ligan diamonium tartrat.
- b. Proses solvothermal perlu dilakukan pengkajian ulang jika senyawa reaktan diammonium tartrat yang tidak larut sempurna dilakukan proses solvothermal dengan senyawa serium nitrat tanpa adanya penyaringan.

DAFTAR PUSTAKA

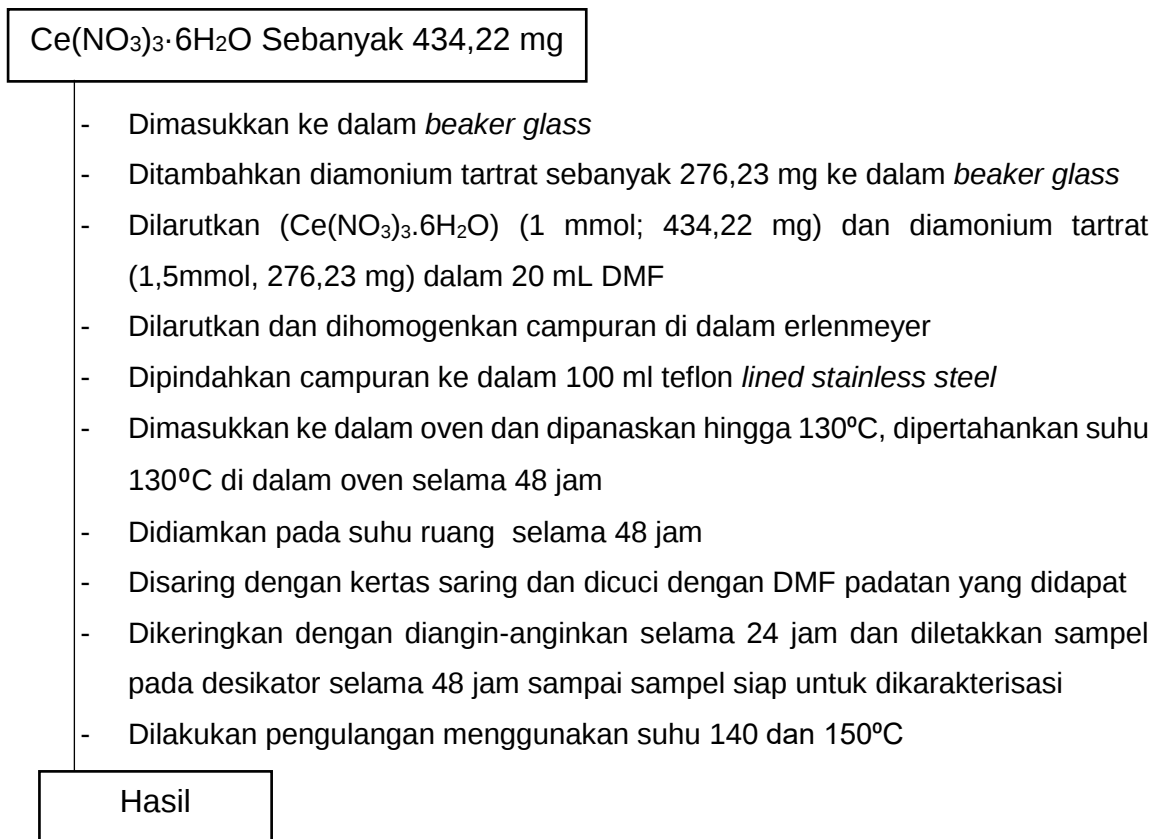
- Al-Jazairi, Syaikh Abu Bakar Jabir. 2007. *Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar*. Jakarta: Darus Sunnah Press.
- Anggraeni, A., Sofyatin, T., Fauzia, R. P., dan Bahti, H. H. 2016. Ekstraksi Samarium(III) dan Serium(III) Melalui Pembentukan Kompleks Menggunakan Ligan Etilendiamintetrametilenfosfonat. *Prosiding Seminar Nasional MIPA 2016*
- Bahti, H. H., dan Agma, M. 2010. Analisis Kuantitatif Neodimium, Praseodimium, Cerium, Dan Lantanum Dalam Monasit Dengan KCKT Pertukaran Ion. *J. Trop. Pharm. Chem.* 2010, 1(1), 37-45.
- Das, R., Sarma, R., dan Baruah, J. B. 2010. A Hexanuclear Cerium(IV) Cluster With Mixed Coordination Environment. *Inorganic Chemistry Communications*, 13(6), 793–795.
- Gelbrich, T., Threlfall, T. L., dan Hursthouse, M. B. 2014. Coordination in Alkali Metal Tartrates and Hydrogen Tartrates. *The Royal Society of Chemistry*, 27(16), 6159–6169.
- Fachry, A. R., Tumanggor, J., Yuni, N. P. 2008. Pengaruh Waktu Kristalisasi Dengan Proses Pendinginan Terhadap Pertumbuhan Kristal Amonium Sulfat Dari Larutannya. *Jurnal Teknik Kimia*.
- Hu, G., Zhang, H., Miao, H., Wang, J., dan Xu, Y. 2015. Synthesis, Structures and Properties of Two New Chiral Rare Earth-Organic Frameworks Constructed by l/d-Tartaric Acid. *Journal of Solid State Chemistry*, 229, 208–212. 2(15), 9-16
- Hu, T., Shi, H., Wei, T., Liu, F., Fan, S., dan Han, E. H. 2015. Cerium Tartrate as a Corrosion Inhibitor for AA 2024-T3. *Corrosion Science*, 95(105), 152–161.
- Hyre, A. S., dan Doerrer, L. H. 2019. A Structural and Spectroscopic Overview of Molecular Lanthanide Complexes with Fluorinated O-Donor Ligands. *Coordination Chemistry Reviews*, 404, 1-61
- Jess, A. (2007). *Mechanisms and Kinetics of Thermal Reactions of Aromatic Hydrocarbons from Pyrolysis of Solid Fuels*. *Journal of Fuel*, 75(12), 1441-1448.
- Jiang, Z. G., Lv, Y. K., Cheng, J. W., dan Feng, Y. L. 2012. Two Types of Rare Earthorganic Frameworks Constructed by Racemic Tartaric Acid. *Journal of Solid State Chemistry*, 185, 253–263.
- Jonan, I. dan Suhendar, R. 2013 *Potensi Logam Tanah Jarang di Indonesia*. 1st edition. Bandung: Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi.
- Kelly, R. P., Maron, L., Scopelliti, R., dan Mazzanti, M. 2017. Reduction of a Cerium(III) Siloxide Complex To Afford a Quadruple-Decker Arene-Bridged Cerium(II) Sandwich. *Angewandte Chemie - International Edition*, 56(49), 15663–15666.
- Khunur, M. M., dan Prananto, Y. P. 2018. Synthesis and Structure of 2D Cobalt (II) -Tartrate Hydrate Coordination Polymers Crystallised from Aqueous Solution. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 13(2), 213–219.
- Markhiyano, R., Tri, H., Murti, B., dan Tontowi, A. E. 2019. Pemanfaatan Cerium Oxide Dan Analisis Ekonomi Usaha Pada Polishing Kaca Mobil Tempered dan Laminated. *Prosiding SNIPS 2019*
- Mulyati, Tri Ana., Ratna Ediaty., Dan Afifah Rosyidah. 2015. Influence of Solvothermal Temperatures and Times on Crystallinity And Morphology of MOF-5. *J. Chem*, 15(2), 101-107.
- Noro S. 2013 *Metal–Organic Frameworks*. in *Comprehensive Inorganic Chemistry II (Second Edition)*. (eds. J. Reedijk and K. Poeppelmeier). Elsevier, Amsterdam.

- Patil, H. M., Sawant, D. K., Bhavsar, D. S., Patil, J. H., dan Girase, K. D. 2011. Crystallographic and FT-IR Characteristics of Gel Grown Cerium Tartrate Crystals. *Archives of Physics Research*, 2(1), 239–245.
- Peng, M. M., Ganesh, M., Vinodh, R., Palanichamy, M., dan Jang, H. T. 2019. Solvent Free Oxidation of Ethylbenzene Over Ce-BTC MOF. *Arabian Journal of Chemistry*, 12(7), 1358–1364.
- Permatasari, C. K. 2016 *Sintesis Metal Organic Framework Tipe HKUST-1 Secara Solvothermal Dengan Penambahan Polietilen Glikol (PEG)*. (Skripsi Sarjana, Universitas Persada)
- Piro, N. A., Robinson, J. R., Walsh, P. J., dan Schelter, E. J. 2014. The electrochemical behavior of cerium(III/IV) complexes: Thermodynamics, Kinetics and Applications in Synthesis. *Coordination Chemistry Reviews*, 1(260), 21–36.
- Qi, J. L., Ni, S. L., Zheng, Y. Q., dan Xu, W. 2014. Syntheses, Structural Characterizations and Ferroelectric Properties of New Ce(III) Coordination Polymers Via Isomeric Tartaric Acid Ligands. *Solid State Sciences*, 28, 61–66.
- Rushadi, Amran, M.B.A., Rohiman, A. 2010. Sintesis dan Aplikasi Senyawa 8-Amino-N- (2-Hydroxybenzylidene) Naphthylamine Untuk Ekstraksi Ion Logam Tanah Jarang. *Prosiding SnaPP2010 Edisi Eksakta 2018*, 2089–3582.
- Shirase, S., Tamaki, S., Shinohara, K., Hirosawa, K., Tsurugi, H., Satoh, T., dan Mashima, K. 2020. Cerium(IV) Carboxylate Photocatalyst for Catalytic Radical Formation from Carboxylic Acids: Decarboxylative Oxygenation of Aliphatic Carboxylic Acids and Lactonization of Aromatic Carboxylic Acids. *Journal of the American Chemical Society*, 142(12), 5668–5675.
- So, Y. M., dan Leung, W. H. 2017. Recent Advances in the Coordination Chemistry of Cerium(IV) Complexes. In *Coordination Chemistry Reviews*, 340, 172–197
- Suprpto, S. J. 2008. *Tinjauan Tentang Unsur Tanah Jarang*.
- Teegardin, K. A., Weaver, J. D., Wu, H., Sienkiewicz, A., dan Senanayake, C. 2018. Preparation of Fac-Tris(2-Phenylpyridinato) Iridium(III). *Org. Synth*, 29(95), 29–45.
- Warren, C. G. 1964. Preparation and Properties of Cerium (IV) Peroxy Acetate. In *C. R. Acad. Sci. Paris*, 2(26), 1391-1396
- Yaokang, Wang, Xiaojuan, Chen, Hong, dan J. S, Yunlong, F., 2009 Solventthermal Synthesis Method for L-Tartaric Acid Rare Earth Complexes. *Zhejiang Normal University CJNU*, 21(21), 1-14
- Yaokang, Wang, Xiaojuan, Chen, Hong, dan J. S, Yunlong, F., 2010 Solventthermal Synthesis Method for L-Tartaric Acid Rare Earth Complexes. *Zhejiang Normal University CJNU*, 22(21), 1-16

LAMPIRAN

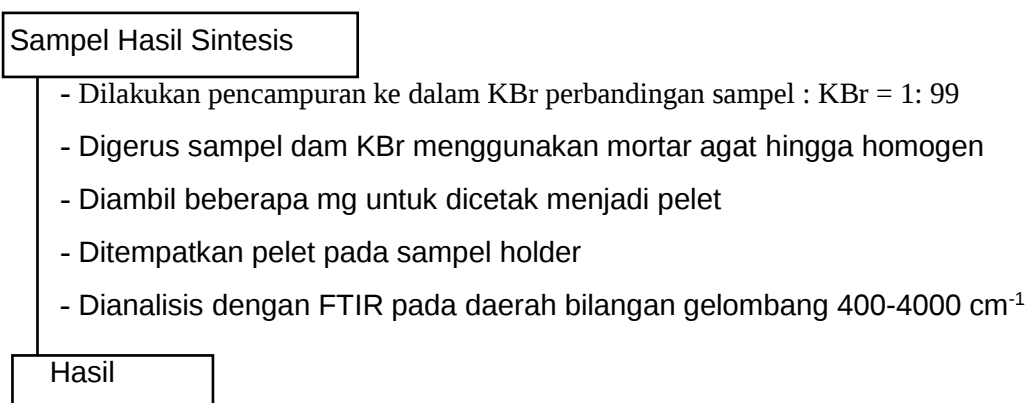
Lampiran 1. Diagram Alir

L1.1 Diagram Alir Sintesis Kompleks dari Serium(III)-Tartrat Menggunakan Metode Solvothermal pada Variasi Suhu



L1.2 Diagram Alir Karakterisasi Kompleks dari Serium(III) Tartrat pada Variasi Suhu

a. Karakterisasi Menggunakan FTIR



b. Karakterisasi Menggunakan XRD

Sampel Hasil Sintesis

- Dihaluskan hingga menjadi serbuk halus
- Dipress dengan alat press
- Ditempatkan pada sampel holder yang telah disediakan
- Disinari dengan sumber sinar-X Cu K α , skala 2θ ($\lambda = 1.5406^\circ \text{A}$).
- Dicocokkan data dengan data-data difraksi yang telah ada di *library*

Hasil

c. Karakterisasi Menggunakan SEM-EDS

Sampel Hasil Sintesis

- Diambil 50 mg
- Ditempatkan sampel serbuk halus pada sampel holder
- Dilakukan pengamatan menggunakan perbesaran 3.000 – 20.000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas
- ditembakkan sinar-X pada posisi yang ingin diketahui komposisinya

Hasil

Lampiran 2 Perhitungan Kimia

- Penentuan massa padatan serium(III) nitrat heksahidrat

$$\text{Mr Ce(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 434,22 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Massa Ce(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \text{mol Ce(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \text{Mr Ce(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{Mol yang digunakan} = 1 \text{ mmol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol Ce(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \text{Mr Ce(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \\ &= 1 \text{ mmol} \times 434,22 \text{ gram/mol} \\ &= 434,22 \text{ mg} \end{aligned}$$

- Penentuan massa padatan diamonium tartrat

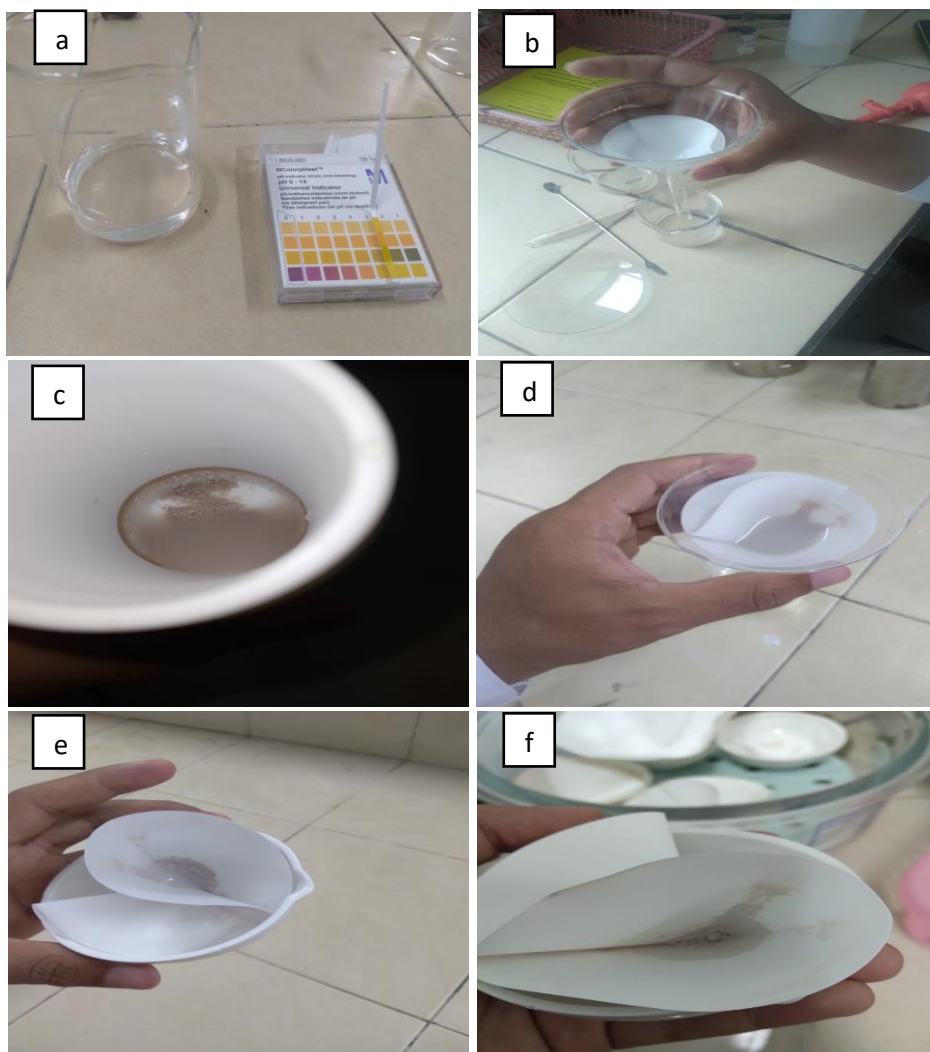
$$\text{Mr (NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 = 184,15 \text{ gram/mol}$$

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

$$\text{Mol yang digunakan} = 1,5 \text{ mmol}$$

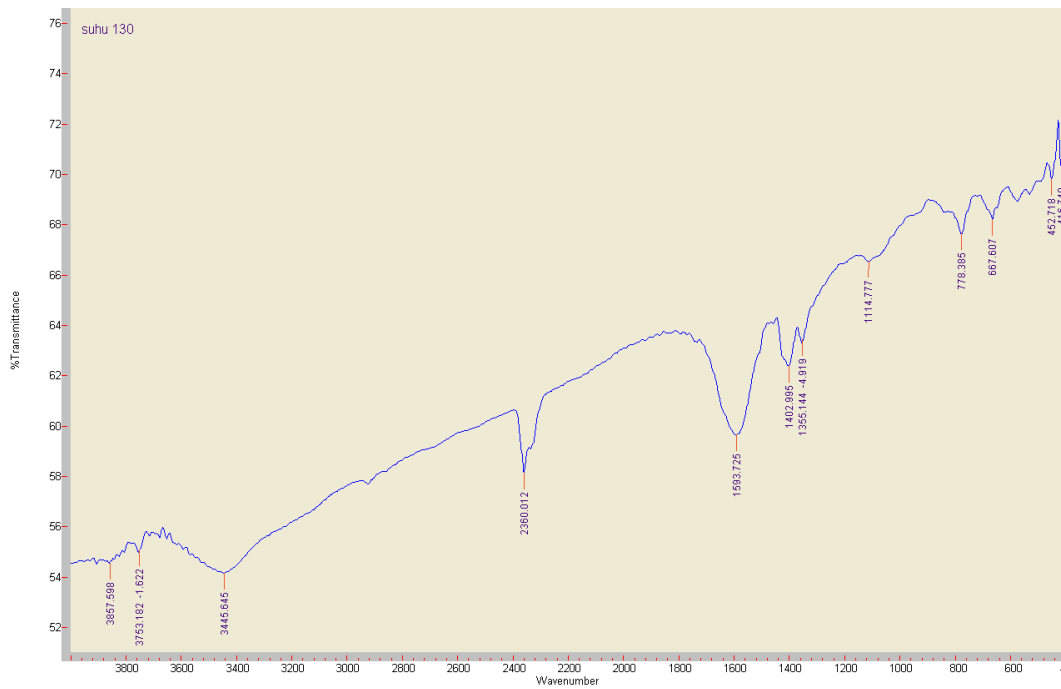
$$\begin{aligned} \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol (NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \times \text{Mr (NH}_4)_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \\ &= 1,5 \text{ mmol} \times 184,15 \text{ gram/mol} \\ &= 276,225 \text{ mg} \end{aligned}$$

Lampiran 3. Dokumentasi

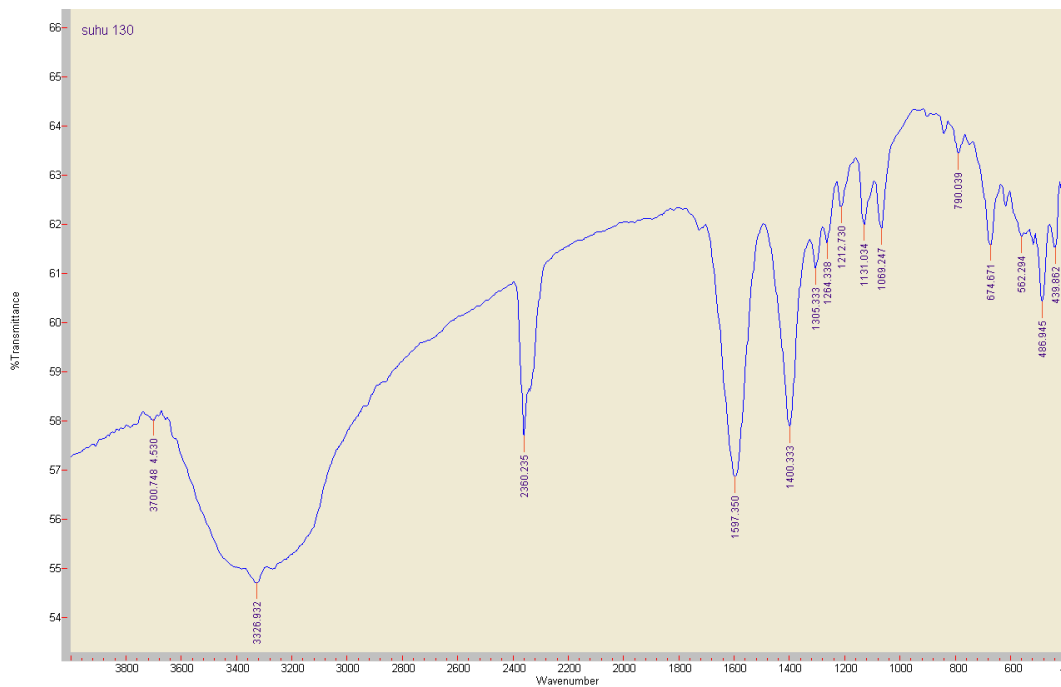


Gambar L.3.1 Proses sintesis kompleks serium(III)-tartrat (a) larutan serium nitrat, (b) penyaringan larutan diamonium L-tartrat, (c) hasil sintesis serium(III)-tartrat, (d) penyaringan hasil sintesis (e) senyawa hasil saringan setelah dicuci menggunakan DMF (f) hasil sintesis setelah dimasukkan kedalam desikator.

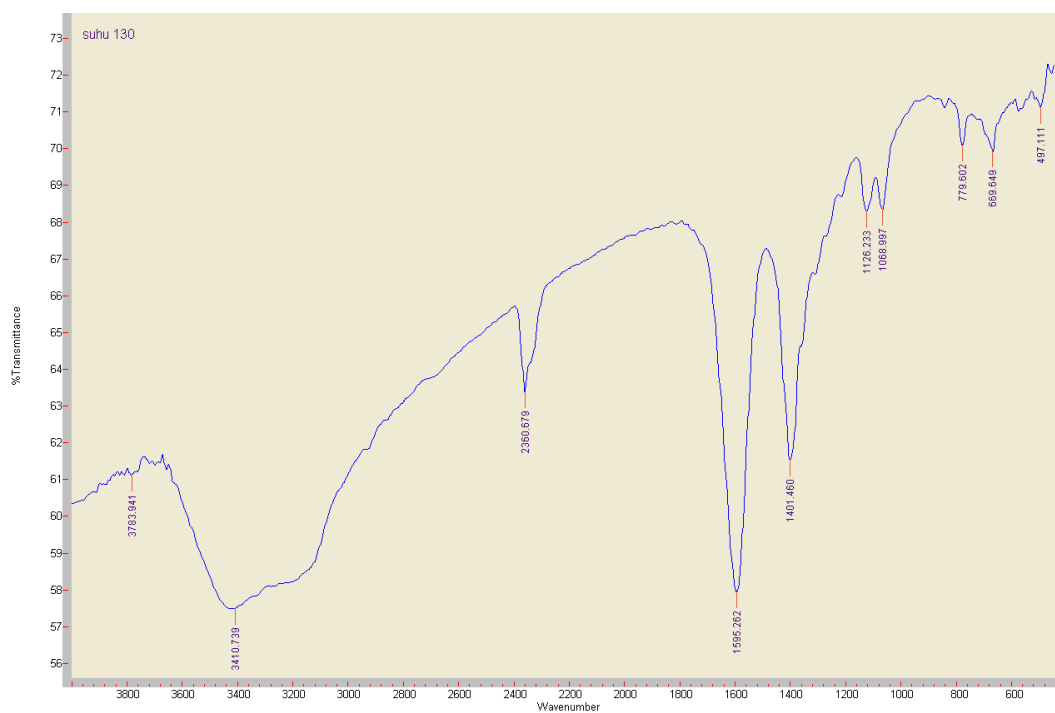
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi dan Analisis Menggunakan FTIR



Gambar L 4.1 FTIR hasil sintesis 1 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C



Gambar L 4.2 FTIR hasil sintesis 2 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C



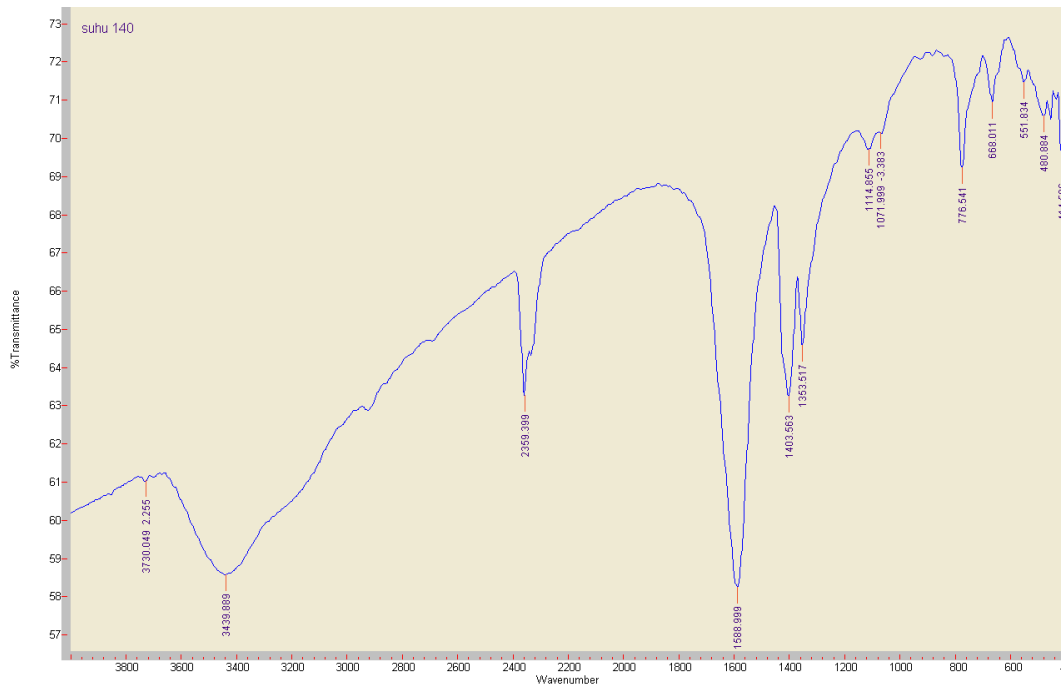
Gambar L 4.3 FTIR hasil sintesis 3 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C



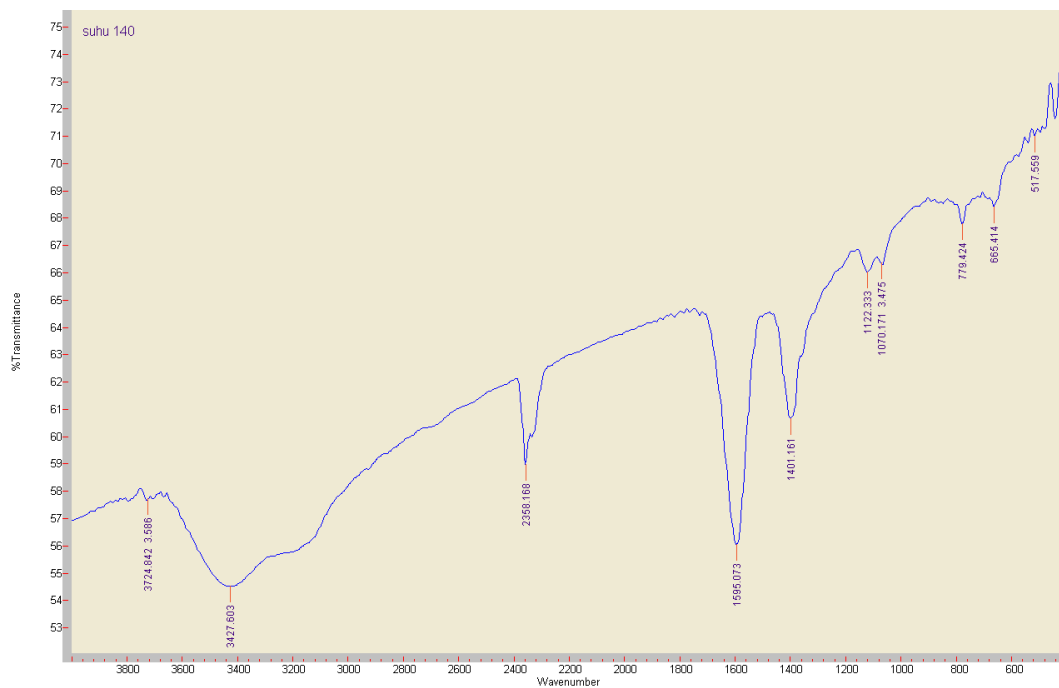
Gambar L 4.4 FTIR hasil sintesis 4 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C



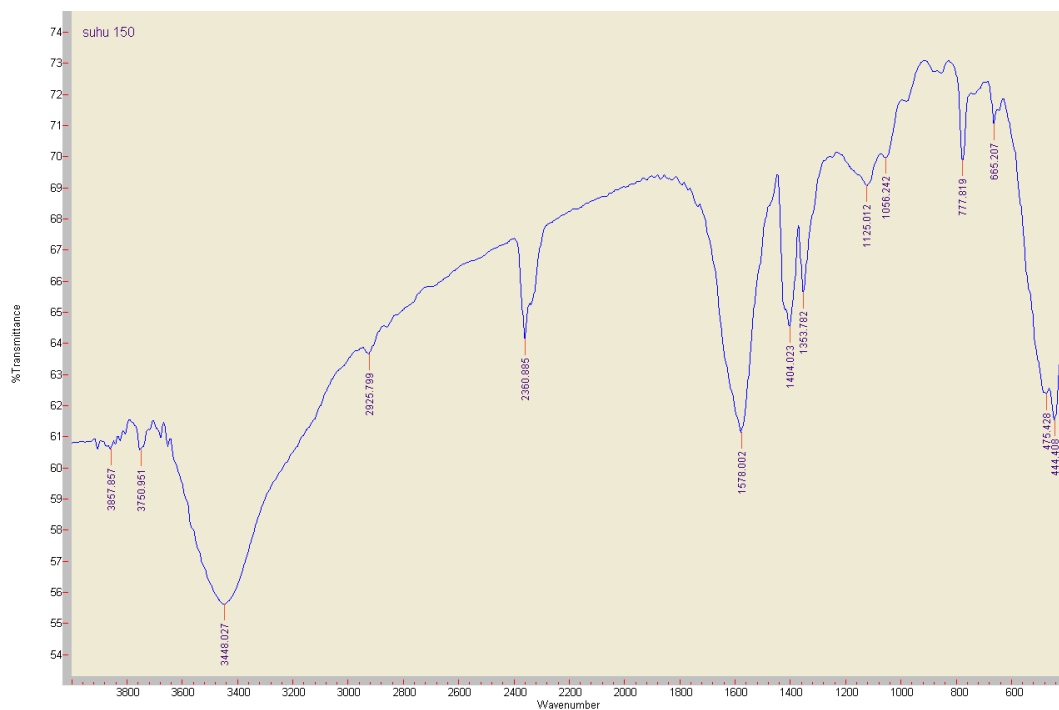
Gambar L 4.5 FTIR hasil sintesis 1 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 140°C



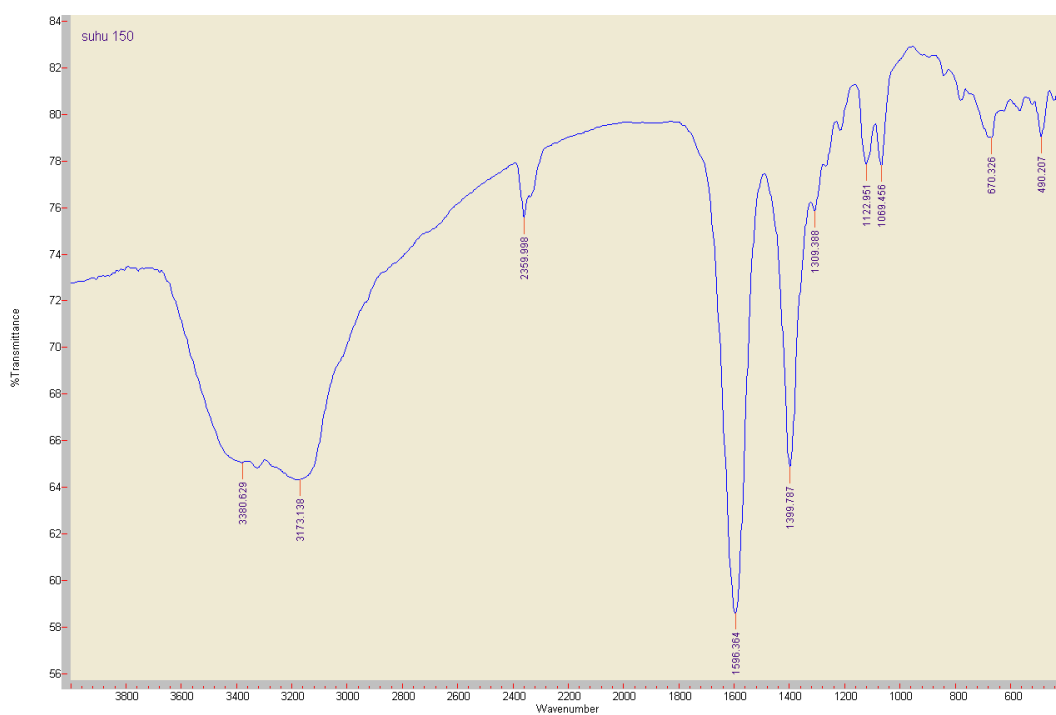
Gambar L 4.6 FTIR hasil sintesis 2 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 140°C



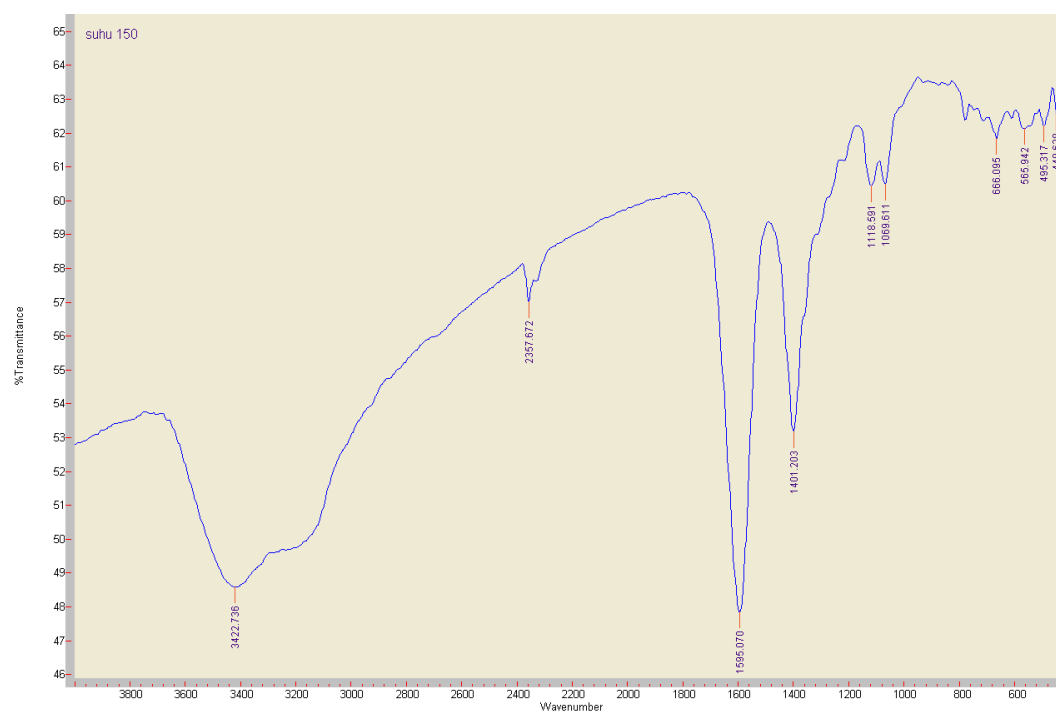
Gambar L 4.7 FTIR hasil sintesis 3 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 140°C



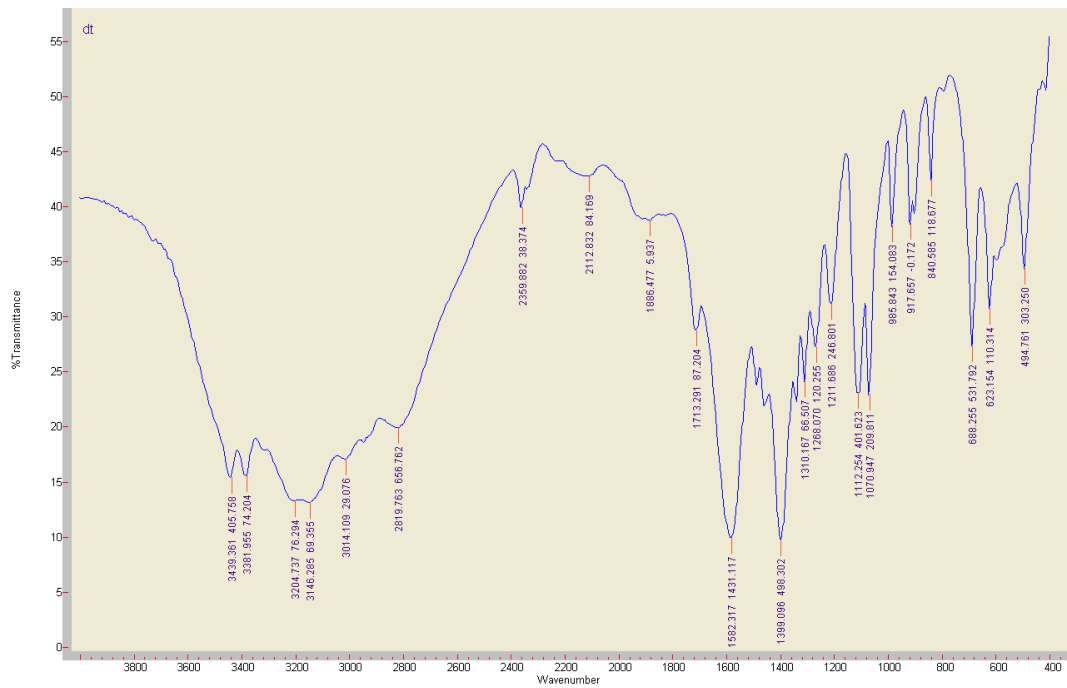
Gambar L 4.8 FTIR hasil sintesis 1 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 150°C



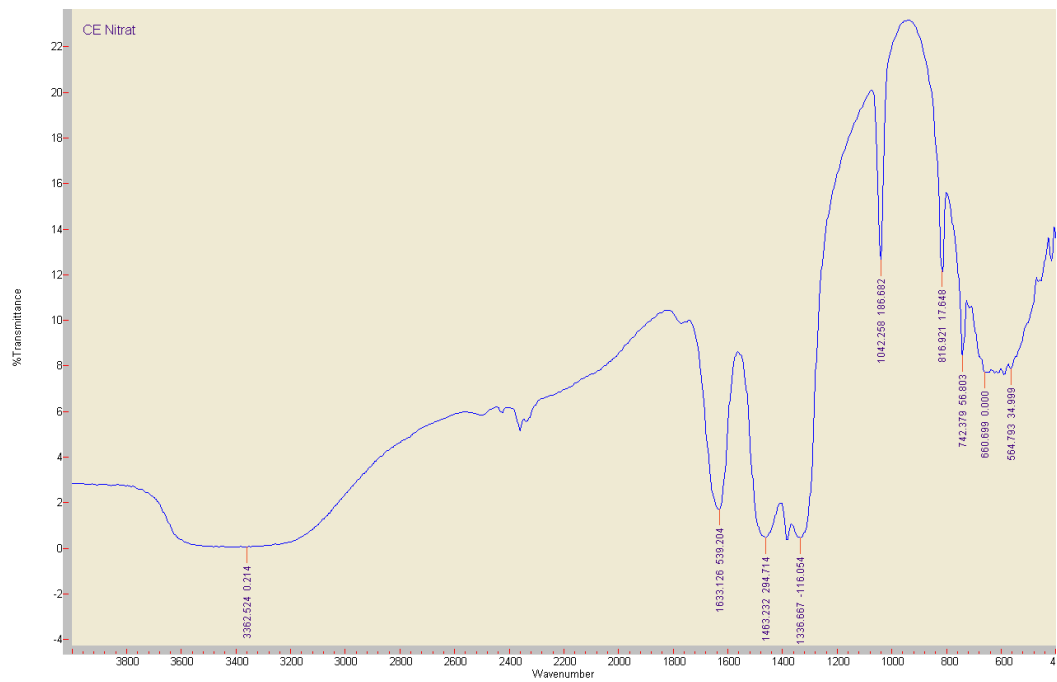
Gambar L 4.9 FTIR hasil sintesis 2 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 150°C



Gambar L 4.10 FTIR hasil sintesis 3 senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 150°C



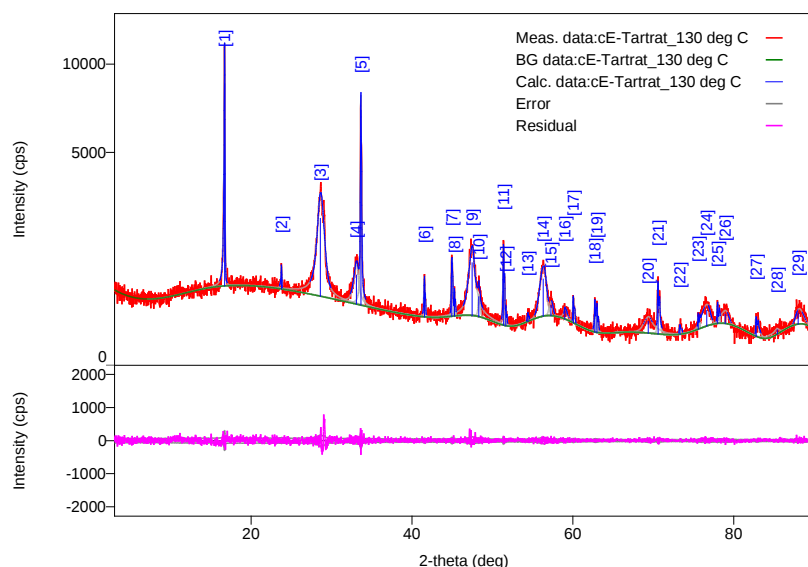
Gambar L 4.11 FTIR senyawa diamonium tartrat



Gambar L 4.12 FTIR senyawa serum nitrat heksahidrat

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi dan Analisis Menggunakan *Powder XRD*

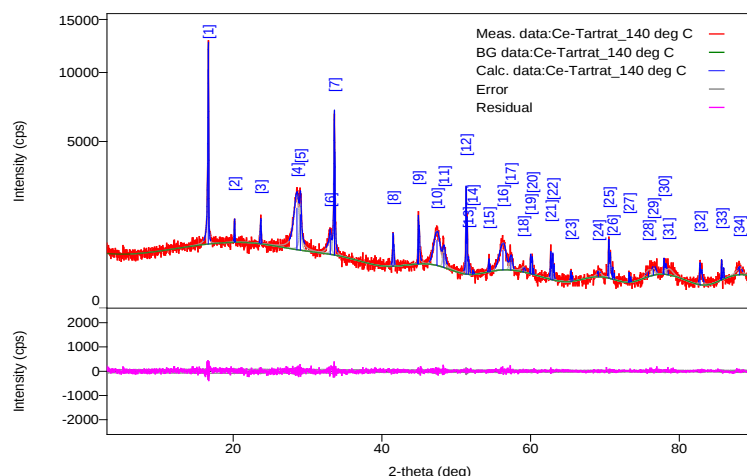
L5.1 Puncak Difraksi XRD



Gambar L 5.1 Hasil *Peak XRD* senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 130°C

Tabel L 5.1 Data *Peak List* dari data XRD serium(III)-tartrat pada suhu 130°C

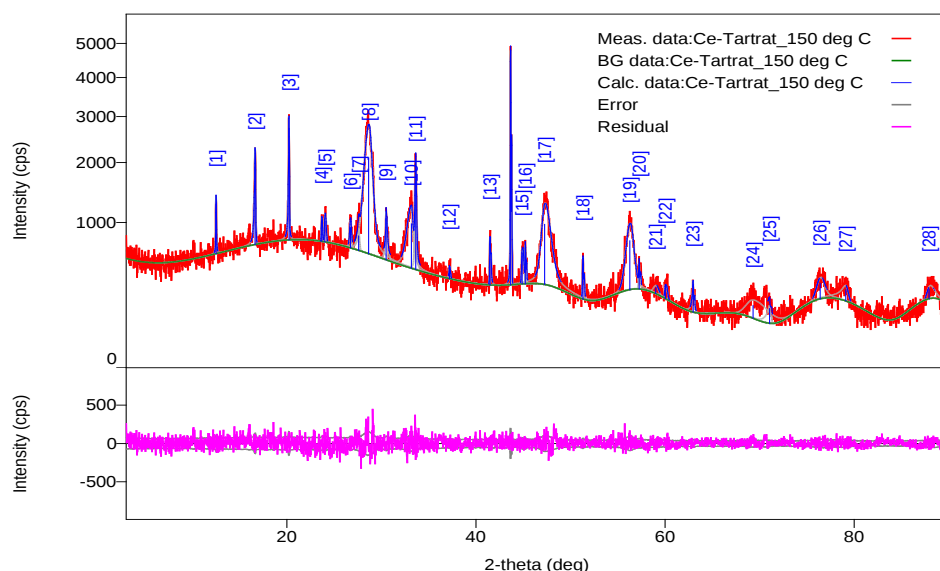
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	16.689(5)	5.3079(14)	8056(259)	0.100(4)	1115(17)	0.138(7)	1.8(4)
2	23.764(13)	3.741(2)	361(55)	0.09(3)	49(6)	0.14(4)	3(2)
3	28.608(19)	3.118(2)	1861(125)	0.902(19)	2312(28)	1.24(10)	0.92(9)
4	33.08(2)	2.7055(19)	490(64)	0.64(4)	468(19)	0.95(16)	1.5(2)
5	33.637(3)	2.6623(2)	6792(238)	0.092(3)	930(16)	0.137(7)	1.5(2)
6	41.542(11)	2.1721(5)	545(67)	0.111(13)	80(5)	0.15(3)	1.6(7)
7	44.943(9)	2.0153(4)	894(86)	0.145(10)	142(7)	0.16(2)	1.1(2)
8	45.270(7)	2.0015(3)	349(54)	0.092(11)	35(4)	0.10(3)	1.1(2)
9	47.48(2)	1.9135(8)	889(86)	0.75(3)	1029(20)	1.16(14)	1.7(3)
10	48.310(13)	1.8824(5)	260(47)	0.15(4)	61(11)	0.23(9)	1.7(3)
11	51.368(5)	1.77731(17)	1379(107)	0.103(5)	182(7)	0.132(15)	1.4(4)
12	51.662(9)	1.7679(3)	181(39)	0.09(2)	21(4)	0.12(5)	1.4(4)
13	54.411(17)	1.6849(5)	83(26)	0.13(4)	11(4)	0.13(9)	3(5)
14	56.30(3)	1.6327(8)	559(68)	0.86(3)	525(22)	0.94(15)	1.3(2)
15	57.28(3)	1.6071(7)	129(33)	0.46(10)	65(14)	0.5(2)	1.3(2)
16	59.00(4)	1.5642(10)	115(31)	0.24(9)	60(7)	0.5(2)	0.8(9)
17	60.039(6)	1.53968(14)	322(52)	0.129(12)	44(5)	0.14(4)	0.8(4)
18	62.724(9)	1.48009(19)	332(53)	0.093(13)	53(6)	0.16(4)	0.7(3)
19	62.986(8)	1.47454(17)	248(46)	0.080(17)	34(5)	0.14(5)	0.7(3)
20	69.36(8)	1.3538(13)	100(29)	1.19(10)	180(10)	1.8(6)	1.1(3)
21	70.571(7)	1.33349(11)	645(73)	0.114(12)	112(6)	0.17(3)	1.1(3)
22	73.30(4)	1.2905(6)	73(25)	0.16(3)	13(3)	0.18(10)	0.9(9)
23	75.573(9)	1.25717(13)	118(31)	0.08(2)	10(3)	0.08(5)	1.8(5)
24	76.62(2)	1.2426(3)	164(37)	1.09(6)	190(10)	1.2(3)	1.8(5)
25	77.991(7)	1.22413(10)	219(43)	0.126(17)	29(5)	0.13(5)	1.8(5)
26	78.93(4)	1.2119(5)	96(28)	1.04(14)	106(9)	1.1(4)	1.8(5)
27	82.765(9)	1.16521(10)	164(37)	0.17(4)	51(4)	0.31(9)	0.5(3)
28	85.40(8)	1.1359(8)	33(16)	0.6(2)	44(9)	1.4(10)	5(10)
29	88.01(3)	1.1088(3)	116(31)	0.97(9)	121(13)	1.0(4)	0.7(3)



Gambar L 5.2 Hasil *Peak XRD* senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 140°C

Tabel L 5.2 Data *Peak List* dari data XRD serium(III)-tartrat pada suhu 140°C

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	16.651(4)	5.3199(11)	9500(281)	0.078(6)	1134(19)	0.119(6)	1.8(4)
2	20.170(10)	4.399(2)	564(69)	0.071(16)	55(6)	0.10(2)	0.7(5)
3	23.721(17)	3.748(3)	494(64)	0.138(16)	72(8)	0.15(4)	3.0(19)
4	28.555(18)	3.1234(19)	1188(99)	0.75(3)	1273(43)	1.07(13)	1.5(2)
5	29.040(7)	3.0724(7)	974(90)	0.23(2)	315(36)	0.32(7)	1.5(2)
6	33.043(18)	2.7088(14)	373(56)	0.27(5)	204(20)	0.55(14)	3(3)
7	33.597(5)	2.6653(4)	5671(217)	0.097(5)	824(16)	0.145(8)	1.5(3)
8	41.497(7)	2.1743(4)	626(72)	0.099(13)	96(7)	0.15(3)	0.62(15)
9	44.907(9)	2.0168(4)	1182(99)	0.112(11)	186(9)	0.16(2)	1.1(5)
10	47.38(4)	1.9170(14)	504(65)	0.91(4)	554(21)	1.10(18)	1.2(2)
11	48.322(16)	1.8820(6)	247(45)	0.34(4)	100(12)	0.40(12)	1.2(2)
12	51.325(3)	1.77869(11)	2439(143)	0.074(3)	242(7)	0.099(9)	1.0(2)
13	51.621(11)	1.7692(3)	224(43)	0.12(2)	37(5)	0.16(5)	1.0(2)
14	52.21(2)	1.7507(7)	51(21)	0.08(6)	4(4)	0.09(11)	0.5(19)
15	54.399(7)	1.68521(19)	186(39)	0.10(2)	20(5)	0.11(5)	4(8)
16	56.27(4)	1.6335(12)	344(54)	0.94(4)	348(16)	1.0(2)	1.4(3)
17	57.34(2)	1.6055(5)	175(38)	0.40(6)	75(8)	0.43(14)	1.4(3)
18	58.99(14)	1.564(3)	56(22)	0.4(2)	39(12)	0.7(5)	1.4(7)
19	59.997(9)	1.5407(2)	304(50)	0.13(2)	46(7)	0.15(5)	0.7(5)
20	60.214(9)	1.5356(2)	161(37)	0.06(3)	11(4)	0.07(4)	0.7(5)
21	62.700(4)	1.48058(8)	404(58)	0.093(13)	58(5)	0.14(3)	0.9(4)
22	62.969(4)	1.47491(8)	368(55)	0.073(13)	42(5)	0.11(3)	0.9(4)
23	65.43(3)	1.4253(5)	118(31)	0.10(4)	18(3)	0.15(7)	3(4)
24	69.08(10)	1.3586(17)	59(22)	0.4(2)	43(8)	0.7(4)	0.5(4)
25	70.512(9)	1.33447(15)	696(76)	0.105(12)	108(6)	0.16(2)	1.2(5)
26	71.025(9)	1.32608(14)	147(35)	0.04(3)	8(4)	0.05(4)	1(3)
27	73.23(2)	1.2915(4)	110(30)	0.10(2)	11(3)	0.10(5)	0.6(6)
28	75.83(6)	1.2536(8)	60(22)	1.03(13)	69(10)	1.1(6)	0.7(8)
29	76.51(4)	1.2441(6)	76(25)	0.40(18)	34(15)	0.4(3)	0.7(8)
30	77.933(8)	1.22489(11)	229(44)	0.144(18)	35(12)	0.15(8)	0.6(4)
31	78.49(6)	1.2177(8)	56(22)	0.99(14)	59(9)	1.1(6)	0.6(4)
32	82.77(2)	1.1652(2)	265(47)	0.14(3)	65(5)	0.25(6)	0.7(5)
33	85.678(5)	1.13289(5)	276(48)	0.102(14)	33(4)	0.12(3)	0.7(5)
34	88.07(4)	1.1082(4)	90(27)	0.43(17)	77(21)	0.9(5)	2(2)



Gambar L 5.3 Hasil *Peak XRD* senyawa kompleks serium(III)-tartrat pada suhu 150°C

Tabel L 5.3 Data *Peak List* dari data XRD serium(III)-tartrat pada suhu 150°C

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	12.526(9)	7.061(5)	655(74)	0.055(13)	59(6)	0.090(19)	2.0(15)
2	16.639(5)	5.3235(16)	1198(100)	0.110(7)	209(7)	0.17(2)	0.84(12)
3	20.229(4)	4.3863(8)	1953(128)	0.069(6)	232(7)	0.119(11)	1.1(3)
4	23.699(13)	3.751(2)	265(47)	0.11(4)	30(6)	0.11(4)	0.75(19)
5	24.05(4)	3.697(6)	273(48)	0.19(4)	54(10)	0.20(7)	0.75(19)
6	26.742(13)	3.3309(16)	254(46)	0.20(3)	60(8)	0.24(7)	1.39(12)
7	27.60(3)	3.230(4)	175(38)	0.23(7)	68(11)	0.39(15)	1.5(10)
8	28.67(2)	3.111(2)	1477(111)	0.993(18)	1733(30)	1.17(11)	1.39(12)
9	30.516(13)	2.9270(12)	509(65)	0.12(3)	116(8)	0.23(4)	1.0(7)
10	33.18(4)	2.698(3)	516(66)	0.73(4)	489(20)	0.95(16)	2.9(12)
11	33.656(8)	2.6608(6)	1227(101)	0.138(12)	221(15)	0.18(3)	2.9(12)
12	37.20(2)	2.4148(15)	104(29)	0.11(7)	15(6)	0.15(10)	0.7(19)
13	41.510(15)	2.1737(8)	490(64)	0.095(16)	58(7)	0.12(3)	1.3(10)
14	43.671(2)	2.07102(9)	4608(196)	0.0635(16)	337(7)	0.073(5)	0.77(10)
15	44.90(2)	2.0170(10)	293(49)	0.20(3)	64(6)	0.22(6)	0.6(3)
16	45.237(8)	2.0029(3)	383(56)	0.073(9)	30(3)	0.08(2)	0.6(3)
17	47.27(3)	1.9212(12)	650(74)	1.08(3)	895(18)	1.38(18)	0.60(8)
18	51.339(18)	1.7782(6)	351(54)	0.096(15)	41(4)	0.12(3)	1.9(19)
19	56.29(3)	1.6330(9)	479(63)	0.90(3)	502(15)	1.05(17)	1.21(19)
20	57.281(9)	1.6071(2)	219(43)	0.096(19)	24(4)	0.11(4)	1.21(19)
21	59.03(7)	1.5637(18)	43(19)	0.6(2)	27(16)	0.6(6)	1(3)
22	60.06(3)	1.5392(7)	97(28)	0.20(8)	22(6)	0.23(13)	0.6(9)
23	62.98(2)	1.4748(5)	188(40)	0.11(4)	41(5)	0.22(7)	1.8(19)
24	69.32(6)	1.3545(10)	69(24)	2.60(16)	192(17)	2.8(12)	0.50(16)
25	71.07(2)	1.3253(4)	73(25)	0.25(8)	35(7)	0.5(3)	5(10)
26	76.43(14)	1.2453(19)	113(31)	0.91(12)	125(13)	1.1(4)	1.1(7)
27	79.11(18)	1.210(2)	78(25)	0.8(2)	96(19)	1.2(7)	3(4)
28	87.94(19)	1.1095(19)	68(24)	0.80(17)	69(11)	1.0(5)	0.52(15)

L 5.3 Perhitungan % kristalinitas dan Ukuran kristal

a. Suhu 130°C

$$\begin{aligned}\text{Menentukan \%Kristalinitas} &= (\text{Fraksi Luas Kristalin:Luas Difraktogram}) \times 100\% \\ &= (16559.99633: 42806.88162) \times 100\% \\ &= 38,685\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Menentukan ukuran kristal pada } 16,6(2\theta)= D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= \frac{0,9 \times 1,54056}{0,001373 \cos 8,349} \\ &= 1,386504 : 0,001373 \times 0,9894 \\ &= 1,386504 : 0,1088 \\ &= 81,638 \text{ nm}\end{aligned}$$

b. Suhu 140°C

$$\begin{aligned}\text{Menentukan \%Kristalinitas} &= (\text{Fraksi Luas Kristalin:Luas Difraktogram}) \times 100\% \\ &= (13060,14: 33193,14) \times 100\% \\ &= 39,34\%\end{aligned}$$

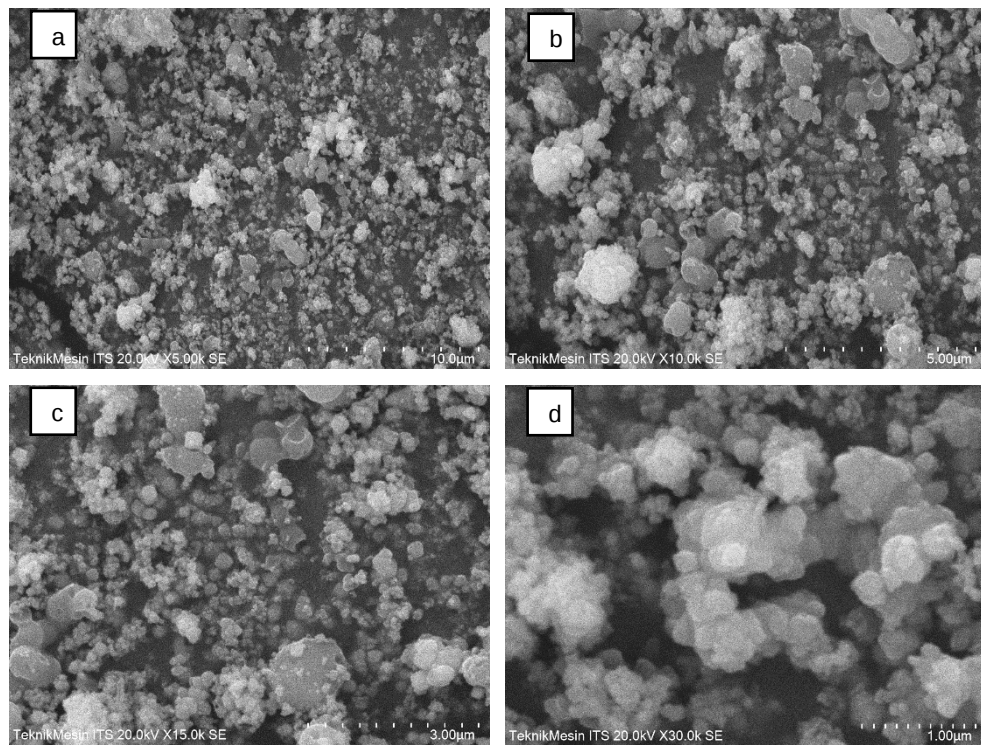
$$\begin{aligned}\text{Menentukan ukuran kristal pada } 16,6(2\theta)= D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= 0,9 \times 1,54056 : 0,0017 \cos (16,689:2) \\ &= 1,386504 : 0,0017 \times 0,9894 \\ &= 1,386504 : 0,00168 \\ &= 81,6388 \text{ nm}\end{aligned}$$

c. Suhu 150°C

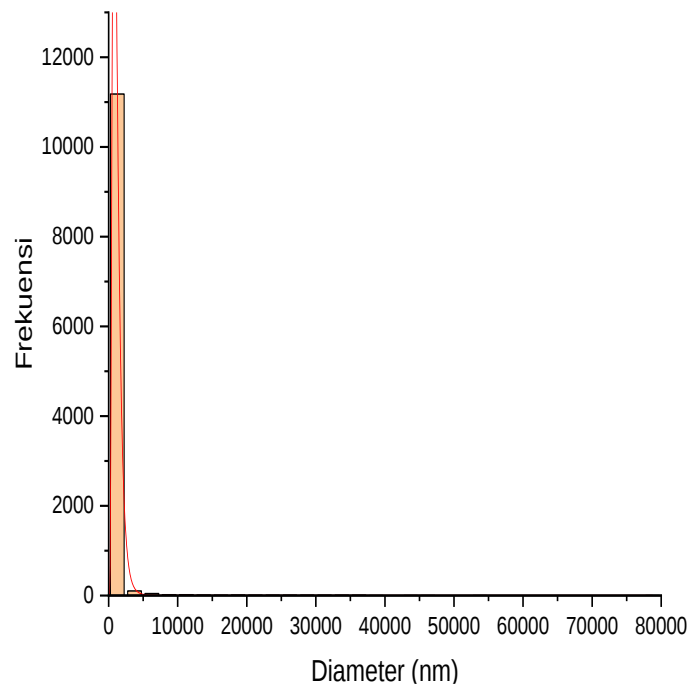
$$\begin{aligned}\text{Menentukan \%Kristalinitas} &= (\text{Fraksi Luas Kristalin:Luas Difraktogram}) \times 100\% \\ &= (12644.26965: 32594.73967) \times 100\% \\ &= 38,7924\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Menentukan ukuran kristal pada } 16,6(2\theta)= D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= 0,9 \times 1,54056 : 0,001373 \cos 16,651 \\ &= 1,386504 : 0,001373 \times 0,98946 \\ &= 1,386504 : 0,001359 \\ &= 102,0424 \text{ nm}\end{aligned}$$

Lampiran 6 Hasil Karakterisasi dan Analisis Menggunakan SEM EDS

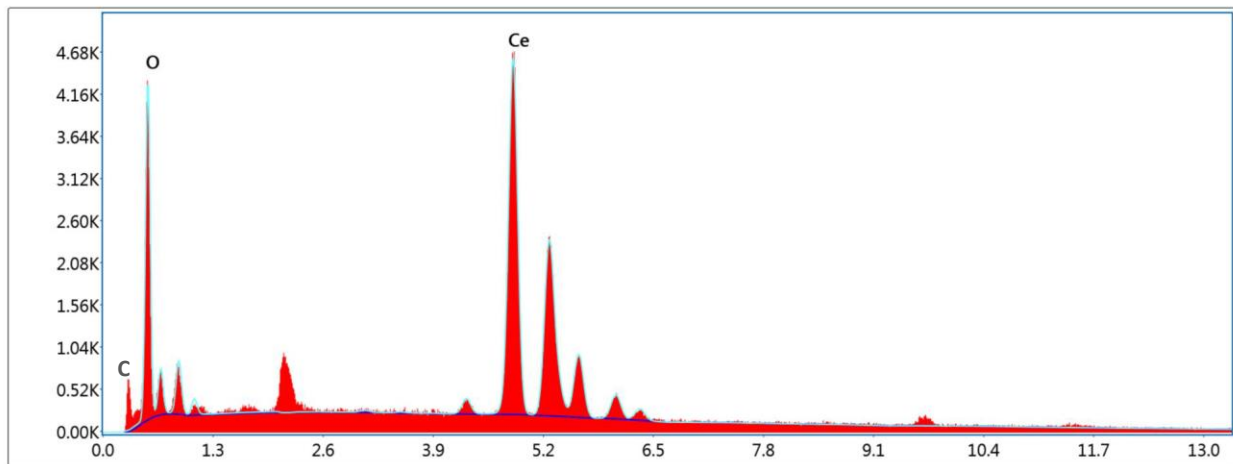


Gambar L 6.1 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 130°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X.



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{(\sqrt{2\pi}) * w * x) * \exp(-(\ln(x/x_c))^2 / (2 * w^2))}$
Plot	Counts
y0	2.70818 ± 9.85587
xc	1022.61325 ± 5647.31102
w	0.51067 ± 1.87956
A	1.9786E7 ± 7.28736E7
Reduced Chi-Sqr	2792.37624
R-Square (COD)	0.99935
Adj. R-Square	0.99928

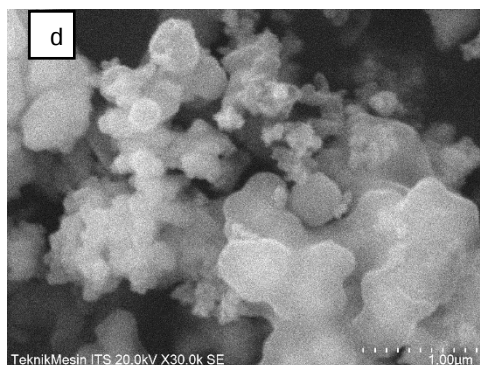
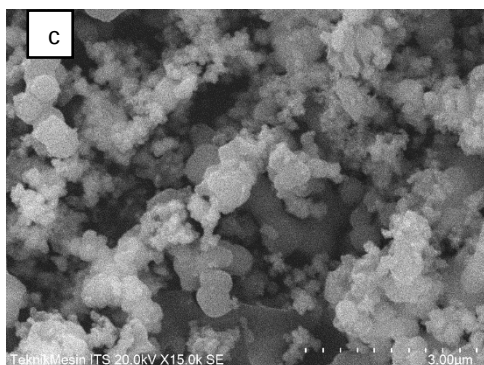
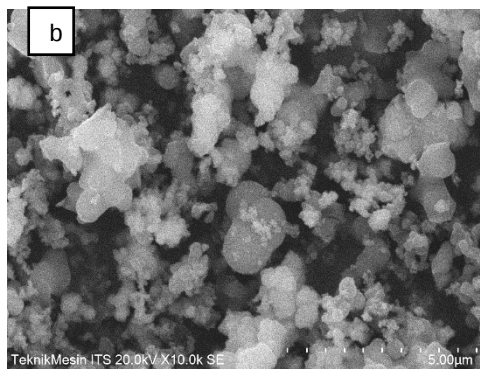
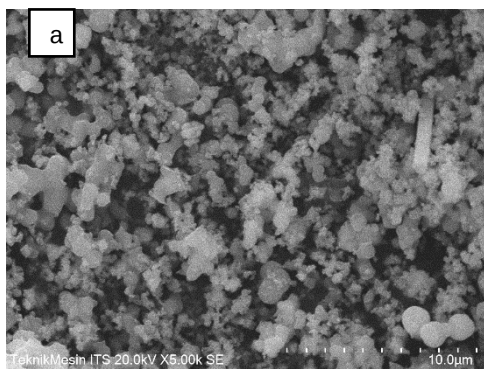
Gambar L 6.2 Hasil analisis distribusi partikel serium(III)-tartrat pada suhu 130°C



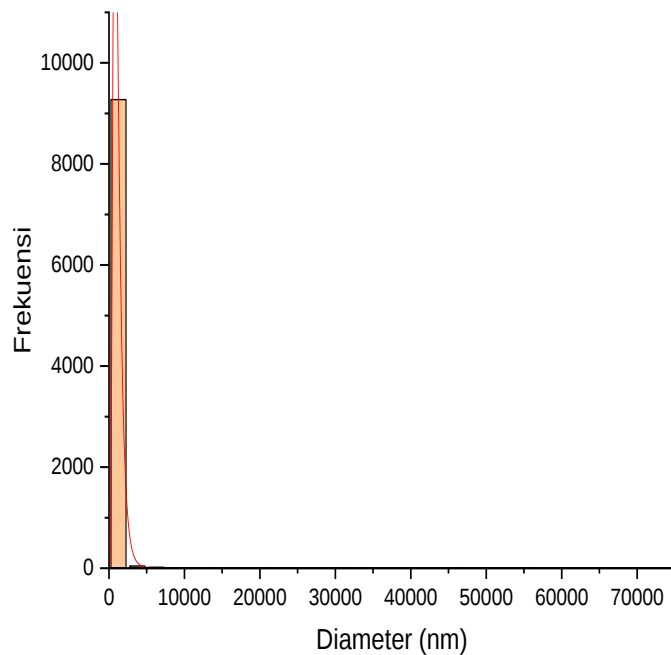
Gambar L 6.3 EDS serium(III)-tartrat suhu 130°C

Tabel L 6.1 Presentase unsur yang terkandung pada suhu 130°C

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	4.22	16.90	42.08	8.94	0.0247	1.4143	0.4137	1.0000
O K	18.84	56.67	304.44	8.15	0.0912	1.3599	0.3558	1.0000
CeL	76.94	26.43	613.25	2.33	0.7016	0.8786	1.0379	1.0000

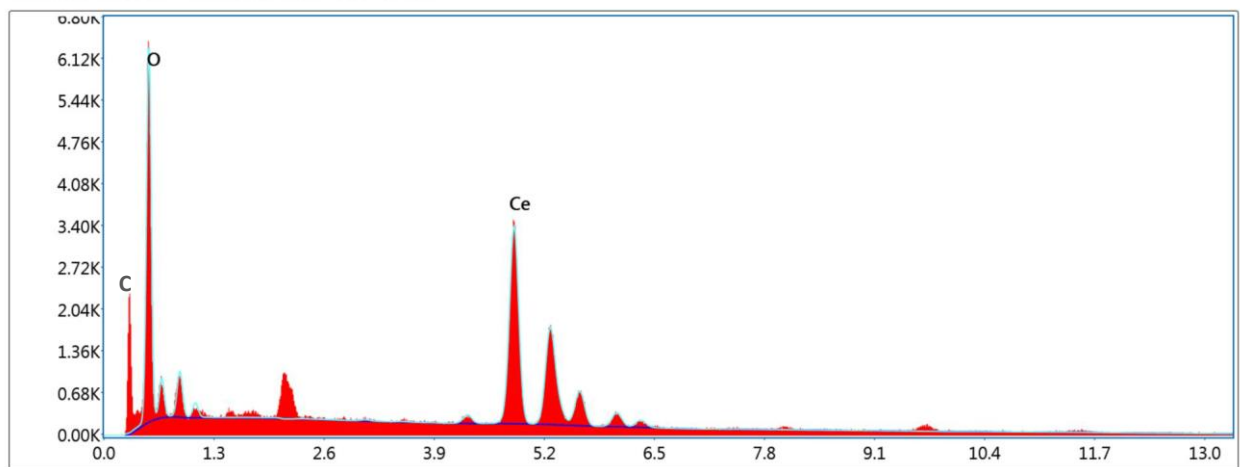


Gambar L 6.4 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 140°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{\sqrt{2\pi} \cdot w \cdot x} \cdot \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2 \cdot w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	1.59628 ± 2.7688
xc	1009.35821 ± 2435.55045
w	0.50275 ± 0.79479
A	1.60113E7 ± 2.81068E7
Reduced Chi-Sqr	205.24605
R-Square (COD)	0.99994
Adj. R-Square	0.99993

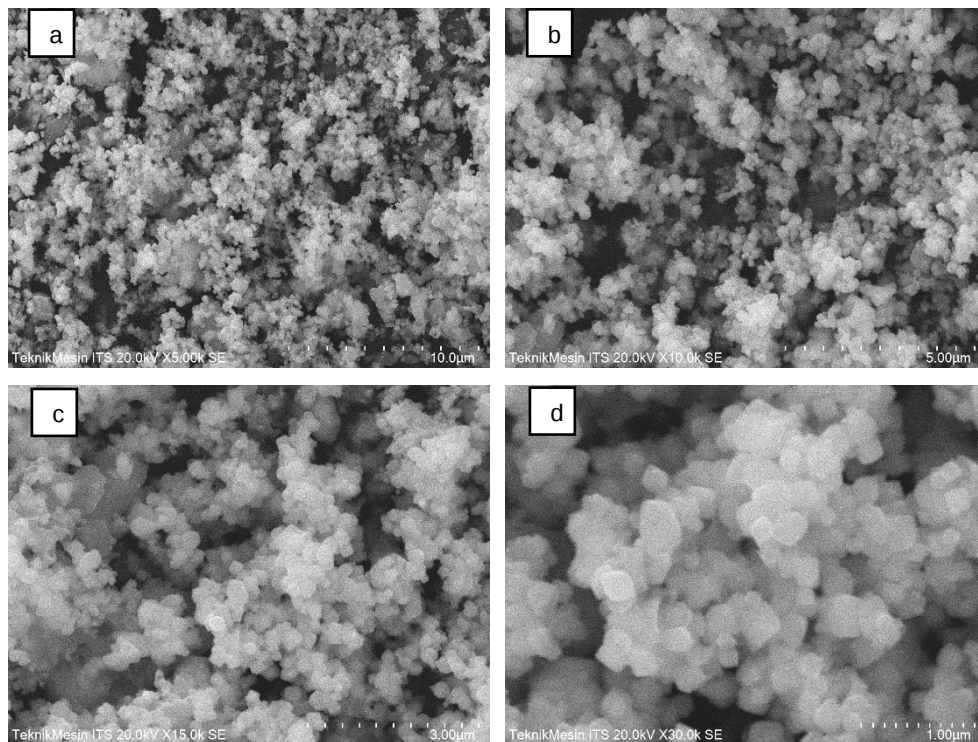
Gambar L 6.5 Hasil analisis distribusi partikel serium(III)-tartrat pada suhu 140°C



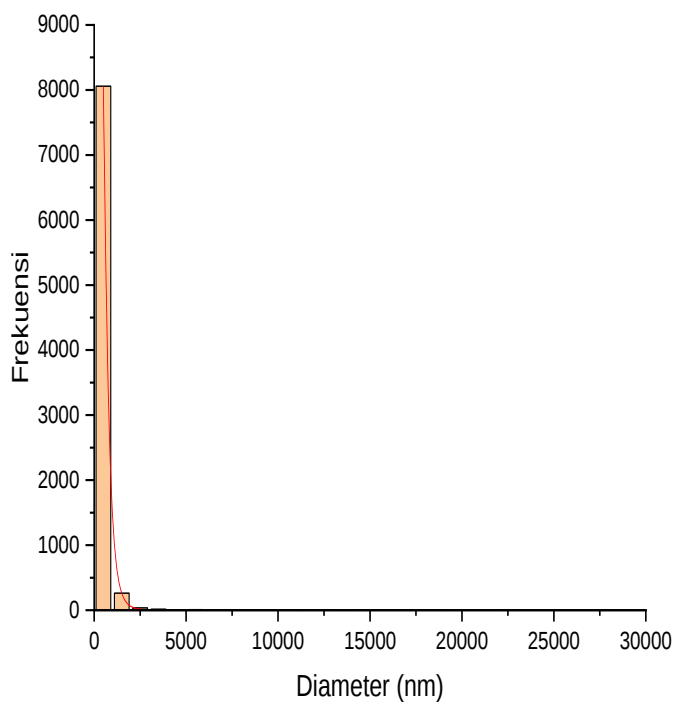
Gambar L 6.6 EDS serium(III)-tartrat suhu 140°C

Tabel L 6.2 Presentase unsur yang terkandung pada suhu 140°C

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	<u>Kratio</u>	Z	A	F
C K	10.27	27.83	113.15	7.58	0.0645	1.2675	0.4322	1.0000
O K	28.45	57.92	432.76	8.21	0.1243	1.2203	0.3043	1.0000
<u>CeL</u>	61,28	14.24	445.43	2.78	0.4693	0.7822	1.0674	1.0001

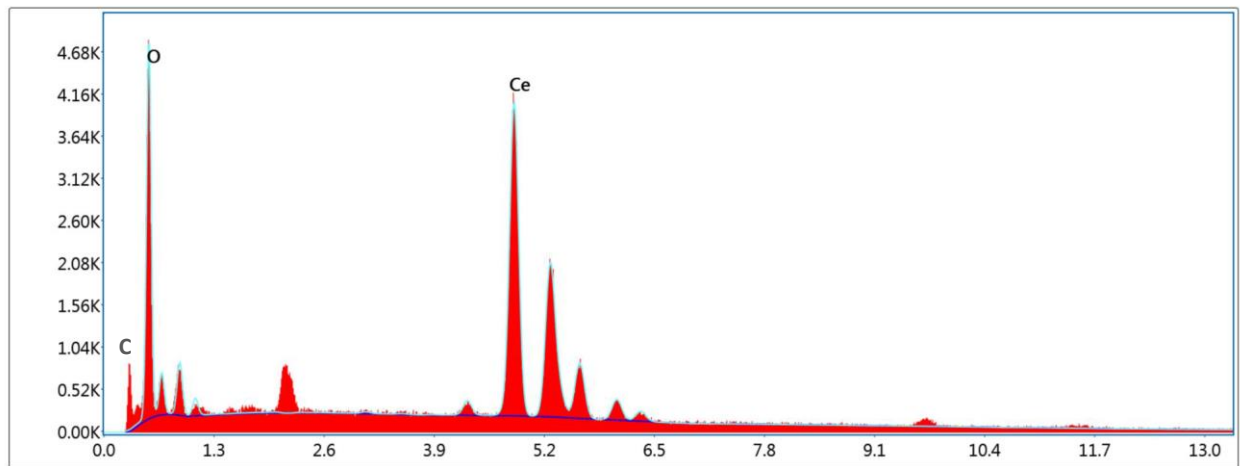


Gambar L 6.7 Mikrograf serium(III)-tartrat suhu 150°C dengan perbesaran (a) 5000X, (b) 10.000X, (c) 15.000X, (d) 30.000X



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{(\sqrt{2\pi}) \cdot w \cdot x} \cdot \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{(2 \cdot w^2)}\right)$
Plot	Counts
y0	2.47325 ± 0.9059
xc	447.30964 ± 74.76686
w	0.55788 ± 0.07046
A	$5.74495E6 \pm 314838.66594$
Reduced Chi-Sqr	21.78447
R-Square (COD)	0.99999
Adj. R-Square	0.99999

Gambar L 6.8 Hasil analisis distribusi partikel serium(III)-tartrat pada suhu 150°C



Gambar L 6.9 EDS serium(III)-tartrat suhu 150°C

Tabel L 6.3 Presentase unsur yang terkandung pada suhu 150°C

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	5.55	19.42	52.36	8.61	0.0322	1.3779	0.4211	1.0000
O K	22.45	58.98	339.92	7.95	0.1067	1.3255	0.3586	1.0000
CeL	72.00	21.60	536.85	2.43	0.6441	0.8555	1.0457	1.0001

Lampiran 7 Perhitungan Rasio Mol Berdasarkan Hasil EDS

1. Suhu 130°C

- $O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 56,67 \text{ mol} = 906,1533 \text{ g}$
- $C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 16,9 \text{ mol} = 202,9859 \text{ g}$
- $Ce = Ar \times \% \text{ atomic} = 140,116 \text{ g/mol} \times 26,43 \text{ mol} = 3703,226 \text{ g}$

$$\text{Massa total} = 906,1533 \text{ g} + 202,9859 \text{ g} + 3703,226 \text{ g} = 4812,405 \text{ g}$$

$$O = \frac{\text{Massa } O}{\text{Massa total}} = \frac{906,1533}{4812,405} = 0,1882953 \times 100\% = 18,82953\%$$

$$C = \frac{\text{Massa } C}{\text{Massa total}} = \frac{202,9859}{4812,405} = 0,0421797 \times 100\% = 4,21797\%$$

$$Ce = \frac{\text{Massa } Ce}{\text{Massa total}} = \frac{3703,226}{4812,405} = 0,769525 \times 100\% = 76,9525\%$$

Dari hasil yang didapatkan %weight menunjukkan bahwa mempunyai hubungan dengan hasil %atomic

2. Suhu 140 °C

- $O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 57,92 \text{ mol} = 926,1408 \text{ g}$
- $C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 27,83 \text{ mol} = 334,2661 \text{ g}$
- $Ce = Ar \times \% \text{ atomic} = 140,116 \text{ g/mol} \times 14,24 \text{ mol} = 1995,252 \text{ g}$

$$\text{Massa total} = 926,1408 \text{ g} + 334,2661 \text{ g} + 1995,252 \text{ g} = 3255,659 \text{ g}$$

$$O = \frac{\text{Massa } O}{\text{Massa total}} = \frac{926,1408}{3255,659} = 0,2844711 \times 100\% = 28,44711\%$$

$$C = \frac{\text{Massa } C}{\text{Massa total}} = \frac{334,2661}{3255,659} = 0,1026723 \times 100\% = 10,26723\%$$

$$Ce = \frac{\text{Massa } Ce}{\text{Massa total}} = \frac{1995,252}{3255,659} = 0,6128566 \times 100\% = 61,28566\%$$

Dari hasil yang didapatkan %weight menunjukkan bahwa mempunyai hubungan dengan hasil %atomic

3. Suhu 150°C

- $O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 58,95 \text{ mol} = 942,6105 \text{ g}$
- $C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 19,42 \text{ mol} = 233,2536 \text{ g}$
- $Ce = Ar \times \% \text{ atomic} = 140,116 \text{ g/mol} \times 21,6 \text{ mol} = 3026,506 \text{ g}$

$$\text{Massa total} = 942,6105 \text{ g} + 233,2536 \text{ g} + 3026,506 \text{ g} = 4202,37$$

$$O = \frac{\text{Massa } O}{\text{Massa total}} = \frac{942,6105}{4202,37} = 0,2243045 \times 100\% = 22,43045\%$$

$$C = \frac{\text{Massa } C}{\text{Massa total}} = \frac{233,2536}{4202,37} = 0,05550526 \times 100\% = 5,550526\%$$

$$Ce = \frac{\text{Massa } Ce}{\text{Massa total}} = \frac{3026,506}{4202,37} = 0,7201902 \times 100\% = 72,01902\%$$

Dari hasil yang didapatkan %weight menunjukkan bahwa mempunyai hubungan dengan hasil %atomic