

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

SKRIPSI

**Oleh:
NAVIDATUL ROCHMATUL MI'ROJ
NIM.19630077**



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

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

SKRIPSI

**Oleh:
NAVIDATUL ROCHMATUL MI'ROJ
NIM. 19630077**

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

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

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

SKRIPSI

**Oleh:
NAVIDATUL ROCHMATUL MI'ROJ
NIM.19630077**

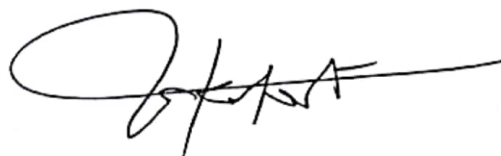
**Telah diperiksa dan disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 04 Desember 2023**

Pembimbing I



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

Pembimbing II



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

**Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia**



**Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP.19840811 200801 2 010**

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

SKRIPSI

Oleh:
NAVIDATUL ROCHMATUL MI'ROJ
NIM.19630077

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 13 Desember 2023

Penguji Utama : Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

(.....)

Ketua Penguji : Vina Nurul Istighfarini, M.Si
LB. 63025

(.....)

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

(.....)

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

(.....)

Mengesahkan,
Ketua Program Studi Kimia



Rachmawati Mingsih, M.Si
NIP. 19810911 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Navidatul Rochmatul Mi'roj
NIM : 19630077
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Gadolinium (III) dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H₃BTC) Menggunakan Metode Sonokimia

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

Malang, 13 Desember 2023
Yang membuat pernyataan



Navidatul Rochmatul Mi'roj
NIM. 19630077

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamin, puji syukur bagi Allah Swt. atas limpahan rahmat, taufiq, hidayah dan inayah-Nya kepada saya sehingga dapat menyelesaikan rangkaian proses penulisan skripsi ini dengan lancar. Semoga saya bisa selalu menjadi pribadi yang beriman dan selalu percaya akan jalan terbaik-Mu, serta dengan selesainya skripsi ini menjadi titik awal kesuksesan saya dalam meraih Ridho-Mu. Sholawat serta salam terhaturkan kepada baginda Rasulullah Saw., atas segala kasih sayang dan perjuangan menunjukkan jalan bagi kami umat-Nya.

Dengan ini saya persembahkan karya ini untuk Ibu tercinta Tri Winarsih. Terimakasih sebesar-besarnya saya berikan kepada beliau atas segala bentuk bantuan, semangat, dan doa yang diberikan selama ini. Terimakasih atas nasihat yang selalu diberikan serta kesabaran dan kebesaran hati menghadapi saya yang keras kepala. Ibu menjadi pengingat dan penguat paling hebat. Begitu juga untuk Ayah tercinta M. Fatkhur Rochman. Beliau memang tidak sempat merasakan pendidikan sampai dengan bangku perkuliahan, namun beliau mampu mendidik, mendoakan, memberikan semangat, dan motivasi tiada henti kepada saya sehingga saya dapat menyelesaikan studi sampai sarjana. Ketiga adik saya yaitu Zahwa, Rafa, dan Rafi. Terimakasih sudah menjadi Moodbooster untuk saya dalam proses menempuh pendidikan selama ini, terimakasih atas doa, semangat, dan cinta yang diberikan kepada saya. Tumbuhlah menjadi versi paling hebat, adik-adikku.

Terimakasih tak terhingga saya ucapkan kepada Ibu Nur Aini, M.Si dan Bapak Dr. Tri Kustono Adi, M.Sc yang dengan sabar dan tulus membimbing baik dalam proses penyusunan skripsi maupun dalam membentuk pribadi yang lebih baik. Terimakasih juga kepada Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si dan Ibu Vina Nurul Istighfarini, M.Si selaku dosen penguji yang telah memberikan masukan dan saran atas tersusunnya skripsi ini. Kepada Ibu Dosen Wali, Ibu Kepala Prodi, serta seluruh Dosen, Laboran, dan Staf Program Studi Kimia yang telah mendukung keberhasilan penelitian ini. Kepada Rahma, terimakasih sudah menjadi partner kamar yang selalu mengibur, mendoakan, dan selalu ada disaat saya butuh bantuan. Terimakasih kepada teman seperjuangan "Rare Earth Metals Team" (Rahma, Rista, Nidya, Sasa, dan Reza) yang telah membersamai proses perjuangan ini dan berbagi canda tawa selama proses bimbingan. Terimakasih juga kepada "Sobat Kolis" serta "Teman-Teman Uranium 19" yang telah memberikan doa dan dukungan. Semoga Allah membalas semua kebaikan kalian dengan segala kemudahan dan Rahmat-Nya.

Last but not least, untuk Navidatul Rochmatul Mi'roj. Terimakasih sudah mau menepikan ego dan memilih tidak menyerah serta selalu berusaha sekeras semampumu untuk menyelesaikan semua ini. Kamu hebat dan selalu berharga! Saya bangga kepadamu. Tapi ingatlah! bahwa ini hanyalah permulaan. Kamu akan melanjutkan perjalananmu yang lebih hebat lagi.

MOTTO

"Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya. Dia mendapat (pahala) dari (kebajikan) yang dikerjakannya dan mendapat (siksa) dari (kejahatan) yang diperbuatnya."

(Q.S. Al-Baqarah: 286)

"Selalu ada harga dalam sebuah proses. Nikmati saja lelah-lelah itu. Lebarkan lagi rasa sabar itu. Semua yang kau investasikan untuk menjadikan dirimu serupa yang kau impikan, mungkin tidak akan selalu berjalan lancar. Tapi, gelombang-gelombang itu yang bisa kau ceriakan."

(Boy Candra)

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Alhamdulillah, segala puji dan syukur ke hadirat Allah SWT yang telah mencurahkan rahmat, taufik, serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah skripsi dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Gadolinium (III) dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H₃BTC) Menggunakan Metode Sonokimia”**. Sholawat serta salam senantiasa terhaturkan kepada junjungan kita baginda Nabi Muhammad SAW yang telah membawa petunjuk kebenaran bagi seluruh umat manusia yaitu cahaya iman dan Islam yang mencerahkan dunia ini.

Penyusunan dan penyelesaian skripsi ini tidak luput dari dukungan semua pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung dan materiil maupun non materiil. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih sedalam-dalamnya kepada:

1. M. Fatkhur Rochman dan Tri Winarsih selaku orang tua penulis yang telah memberikan do'a dan dukungan penuh selama proses penyusunan skripsi.
2. Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini, M.Si, selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Nur Aini, M.Si, dan Dr. Tri Kustono Adi, M.Sc, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, serta nasihat kepada penulis dalam menyelesaikan naskah skripsi ini.
6. Elok Kamilah Hayati, M.Si, dan Vina Nurul Istighfarini, M.Si, selaku dosen penguji skripsi yang telah banyak memberikan saran dan masukan demi perbaikan naskah skripsi.
7. Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si, selaku dosen wali yang telah memberikan motivasi kepada penulis untuk selalu berusaha dan berdoa dalam menyelesaikan pendidikan ini.
8. Seluruh Dosen dan Laboran Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengalaman, dan wawasan sebagai pedoman bagi penulis.

Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam naskah skripsi ini. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua, khususnya bagi penulis dan bagi pembaca.

Malang, 13 Desember 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
HALAMAN PERNYATAAN	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	ix
MOTTO.....	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR LAMPIRAN	xxi
ABSTRAK	xxiii
ABSTRACT	xxv
ملخص البحث.....	xxvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Sintesis Senyawa Kompleks dengan Logam Gadolinium (III)	5
2.2 Sintesis Senyawa Kompleks Gadolinium (III) Menggunakan Ligan 1,3,5- benzenatrikarboksilat (H ₃ BTC).....	7
2.3 Sintesis Senyawa Kompleks Gd-BTC dengan Metode Sonokimia	12
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	17
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	17
3.2 Alat	17
3.3 Bahan	17
3.4 Rancangan Penelitian.....	17
3.5 Tahapan Kerja	18
3.6 Prosedur Penelitian	18
3.6.1 Sintesis Kompleks Gd-BTC dengan Metode Sonokimia Variasi Waktu 15, 30, dan 45 menit.....	18
3.6.2 Karakterisasi Kompleks Gd-BTC Menggunakan Powder XRD.....	18
3.6.3 Karakterisasi Kompleks Gd-BTC Menggunakan SEM-EDS	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	21
4.1 Hasil Sintesis Sonokimia Kompleks Gd-BTC.....	21
4.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks Gd-BTC menggunakan Powder XRD.....	22
4.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks Gd-BTC menggunakan SEM-EDS	25
4.4 Sintesis Kompleks Gd-BTC dalam Perspektif Islam	31
BAB V PENUTUP	33
5.1 Kesimpulan.....	33
5.2 Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN.....	41

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik gadolinium	6
Tabel 2.2 Data penelitian terdahulu tentang sintesis kompleks gadolinium	7
Tabel 4.1 Massa padatan Gd-BTC hasil sintesis.....	22
Tabel 4.2 Data kristalinitas produk sintesis	24
Tabel 4.3 Ukuran kristal hasil sintesis sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit.....	25
Tabel 4.4 Hasil analisis distribusi ukuran panjang dan diameter partikel Gd-BTC pada perbesaran 500x.....	29
Tabel 4.5 Persentase unsur senyawa kompleks Gd-BTC hasil EDS.....	30

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur ligan H ₃ BTC (Herbstein, 2005)	8
Gambar 2.2	Mode koordinasi H ₃ BTC (a) chelating bis-bidentate dan unidentate; (b) chelating/bridging bis-bidentate dan chelating bidentate; (c) unidentate, bridging unidentate, dan bidentate; (d) chelating bidentate, chelating/bridging bidentate, dan unidentate (Dai <i>et. al.</i> , 2002).....	9
Gambar 2.3	(a) Mode koordinasi penghubung BTC dalam sampel kompleks Gd. Tampilan struktur kristal akhir dari (b) kompleks {[Gd(BTC)(H ₂ O)] - DMF} _n yang disintesis, (c) kompleks ([Gd(BTC)] _n) yang diaktivasi, dan (d) senyawa penukar air kompleks {[Gd(BTC)(H ₂ O)] - 2H ₂ O} _n (Almasi <i>et. al.</i> , 2017).....	11
Gambar 2.4	Pola <i>powder</i> XRD dari senyawa yang disintesis (Almasi <i>et. al.</i> , 2017).....	12
Gambar 2.5	Ilustrasi proses kavitasi (Vyas <i>et. al.</i> , 2019).....	13
Gambar 2.6	a) Cu-BTC 24 jam metode solvothermal, dan b) Cu-BTC 30 menit, c) Cu-BTC 15 menit metode sonokimia (Luo <i>et. al.</i> 2018).....	14
Gambar 2.7	Morfologi hasil sintesis Cu-BTC : (a) dan (b) Cu-BTC dengan waktu 24 jam metode solvothermal, (c) dan (d) Cu-BTC waktu 30 menit metode sonokimia, (e) dan (f) Cu-BTC waktu 15 menit metode sonokimia (Luo <i>et. al.</i> , 2018)	15
Gambar 4.1	(a) Produk hasil sintesis Gd-BTC 15 menit; (b) Produk hasil sintesis Gd-BTC 30 menit; (c) Produk hasil sintesis Gd-BTC 45 menit	21
Gambar 4.2	Pola difraktogram hasil sintesis dengan variasi waktu yang sudah dibandingkan dengan pola difraksi dari data standar Gadolinium Nitrat Heksahidrat (ICDD 00-030-0553), H ₃ BTC (ICDD 00-045-1880), dan kompleks Gd-BTC (ICDD 96-720-6535) yang dilaporkan oleh Xie <i>et. al.</i> (2011).	23
Gambar 4.3	Perbesaran pola difraktogram hasil sintesis dengan variasi waktu	24
Gambar 4.4	Mikrograf SEM Kompleks Gd-BTC 15 menit.....	26
Gambar 4.5	Mikrograf SEM Kompleks Gd-BTC 30 menit.....	27
Gambar 4.6	Mikrograf SEM Kompleks Gd-BTC 45 menit.....	27
Gambar 4.7	Mikrograf SEM dengan distribusi ukuran panjang partikel Gd-BTC dengan perbesaran 500x, (a) 15 menit, (b) 30 menit, (c) 45 menit	28
Gambar 4.8	Mikrograf SEM dengan distribusi ukuran lebar partikel Gd-BTC dengan perbesaran 500x, (a) 15 menit, (b) 30 menit, (c) 45 menit	29

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir	41
Lampiran 2 Perhitungan Massa Reaktan	43
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi dan Analisis Menggunakan Powder XRD	44
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi dan Analisis Menggunakan SEM-EDS	52
Lampiran 5 Gambar Pengukuran Panjang dan Lebar Mikrograf SEM pada Partikel Gd- BTC	57
Lampiran 6 Jadwal Pelaksanaan Penelitian Skripsi	67
Lampiran 7 Rancangan Anggaran Penelitian Skripsi	68

ABSTRAK

Mi'roj, Navidatul Rochmatul. 2023. **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Gadolinium (III) dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H₃BTC) Menggunakan Metode Sonokimia**. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si.; Pembimbing II: Dr.Tri Kustono Adi, M.Sc

Kata Kunci: Gadolinium (III), H₃BTC, Sonokimia, Waktu Sintesis

Gadolinium (Gd) merupakan salah satu logam tanah jarang yang bersifat paramagnetik kuat, karena memiliki 7 elektron yang tidak berpasangan dikulit *f*. Ligan yang digunakan dalam sintesis yaitu ligan H₃BTC yang merupakan salah satu ligan multikarboksilat yang mengandung atom donor O untuk membentuk suatu kompleks dengan ion logam. Ligan H₃BTC memiliki kemampuan yang baik untuk membangun kompleks dengan ion logam melalui beberapa mode koordinasi yang berbeda mulai dari yang tidak teridentifikasi (*unidentat*) hingga pengkhelat dan penghubung.

Kompleks Gd-BTC disintesis menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit dengan tujuan untuk mengetahui hubungan antara waktu sintesis dengan produk yang terbentuk. Sintesis dilakukan dengan melarutkan Gd(NO₃)₃·6H₂O dan H₃BTC dengan pelarut DMF dan akuades (3:1) sebanyak 20 mL. Selanjutnya dilakukan proses sonikasi dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit. Produk hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan *powder* XRD untuk mengetahui struktur kristal dan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi kristal dan komposisi unsur.

Produk yang diperoleh dari sintesis dengan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit berbentuk bubuk berwarna putih, dimana massa produk yang diperoleh semakin banyak dengan semakin lama waktu sintesis. Analisis *powder* XRD menunjukkan bahwa masing-masing kompleks Gd-BTC teridentifikasi memiliki sistem kristal tetragonal dengan *space group* P4₁22. Derajat kristalinitas dari kompleks Gd-BTC yang diperoleh menurun seiring bertambahnya waktu sintesis. Sedangkan ukuran kristal kompleks Gd-BTC meningkat sebanding dengan waktu sintesis. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa masing-masing kompleks memiliki morfologi *rectangular plate-like* dengan ukuran partikel yang bervariasi. Ukuran partikel baik panjang maupun lebar yang diperoleh dari masing-masing kompleks menurun seiring dengan lamanya waktu sintesis. Hasil karakterisasi EDS menunjukkan rasio komposisi unsur pada kompleks Gd-BTC yang teridentifikasi berbeda dengan rasio komposisi unsur standar.

ABSTRACT

Mi'roj, Navidatul Rochmatul. 2023. **Synthesis and Characterization of Gadolinium (III) Complex Compound with 1,3,5-Benzenetricarboxylate (H₃BTC) Ligand Using Sonication Method**. Thesis. Chemistry Study Program Faculty of Science and Technology State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Nur Aini, M.Si.; Supervisor II: Dr.Tri Kustono Adi, M.Sc.

Keywords: Gadolinium (III), H₃BTC, Sonochemistry, Synthesis time

Gadolinium (Gd) is one of the rare earth metals that has a strong paramagnetic property, because it has 7 unpaired electrons in the f shell. The ligand used in the synthesis is H₃BTC ligand, which is one of the multidentate carboxylate ligands that contains O donor atoms to form a complex with metal ions. H₃BTC ligand has a good ability to build complexes with metal ions through several different coordination modes ranging from unidentified (unidentate) to chelating and bridging.

Gd-BTC complex was synthesized using sonochemical method with variation of time 15, 30, and 45 minutes with the aim to know the relationship between synthesis time and the product formed. Synthesis was done by dissolving Gd(NO₃)₃·6H₂O and H₃BTC with DMF and water (3:1) solvent as much as 20 mL. Then, sonication process was done with variation of time 15, 30, and 45 minutes. The product of synthesis will be characterized using powder XRD to know the crystal structure and SEM-EDS to know the crystal morphology and elemental composition.

The product obtained from synthesis with sonochemical method with variation of time 15, 30, and 45 minutes was white powder, where the mass of product obtained increased with longer synthesis time. Powder XRD analysis showed that each Gd-BTC complex identified has tetragonal crystal system with space group *P4₁22*. The degree of crystallinity of Gd-BTC complex obtained decreased with increasing synthesis time. While the crystal size of Gd-BTC complex increased proportionally with synthesis time. SEM characterization results showed that each complex has rectangular plate-like morphology with varying particle size. The particle size both length and width obtained from each complex decreased with longer synthesis time. The EDS characterization results show that the elemental composition ratio in the identified Gd-BTC complex is different from the standard elemental composition ratio.

ملخص البحث

معراج، نافذة الرحمة. ٢٠٢٣. تخليق وتوصيف مركبات مركب الجادولينيوم (الثالث) مع روابط ٥،٣،١-بنزينتريكاربوكسييلات (H_3BTC) باستخدام طرق سونوكيميائية. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: نور عيني، الماجستير، المشرف الثاني: الدكتور تري كوستونو أدي، الماجستير

الكلمات الرئيسية: الجادولينيوم (الثالث)، H_3BTC ، سونوكيمياء، وقت التوليف

الجادولينيوم (Gd) هو أحد المعادن الأرضية النادرة القوية المغناطيسية، لأنه يحتوي على ٧ إلكترونات غير مزوجة في الغلاف f. الرابطة المستخدمة في التخليق هي ليغند H_3BTC وهو أحد الروابط متعددة الكربوكسييلات التي تحتوي على ذرة مانحة O لتشكيل مركب مع أيونات المعادن. تتمتع روابط H_3BTC بقدرة جيدة على بناء مجمعات مع أيونات معدنية من خلال عدة أوضاع تنسيق مختلفة تتراوح من يونيدنتيت إلى مخلب والربط.

تم تصنيع معقدات Gd-BTC باستخدام طرق سونوكيميائية مع اختلافات زمنية تبلغ ١٥، ٣٠، و ٤٥ دقيقة بهدف معرفة العلاقة بين وقت التوليف والمنتج المتكون. يتم التخليق عن طريق إذابة $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ و H_3BTC مع مذيب DMF ومائي (١:٣) بقدر ٢٠ مل. علاوة على ذلك، تم تنفيذ عملية الصوتنة مع اختلافات زمنية تبلغ ١٥، ٣٠، و ٤٥ دقيقة. سيتم تمييز المنتجات المركبة باستخدام مسحوق XRD لتحديد البنية البلورية و SEM-EDS لتحديد مورفولوجيا البلورة وتكوين العناصر.

المنتج الذي تم الحصول عليه من التوليف بطريقة سونوكيميائية مع اختلافات زمنية تبلغ ١٥، ٣٠، و ٤٥ دقيقة يكون على شكل مسحوق أبيض، حيث تكون كتلة المنتج التي تم الحصول عليها أكثر فأكثر مع وقت التوليف الأطول. أظهر تحليل مسحوق XRD أن كل مركب Gd-BTC تم تحديده على أنه يحتوي على نظام بلوري رباعي الزوايا مع مجموعة الفضاء $P4_122$. تنخفض درجة تبلور مركب Gd-BTC الذي تم الحصول عليه مع زيادة وقت التوليف بينما يزداد حجم بلورة Gd-BTC المعقدة بما يتناسب مع وقت التوليف. تظهر نتائج توصيف SEM أن كل مركب له مورفولوجيا مستطيلة تشبه الصفحة بأحجام جسيمات مختلفة. يتناقض حجم الجسيمات لكل من الطول والعرض الذي تم الحصول عليه من كل مجمع مع طول وقت التوليف. تظهر نتائج توصيف EDS أن النسبة المئوية للتكوين الأولي في مركب Gd-BTC المحدد تختلف عن النسبة المئوية للتكوين الأولي في الحسابات النظرية.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah Swt. berfirman dalam Al-Quran surat Ad-Dukhan ayat 38-39:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَاعِبِينَ ۚ ۳۸ مَا خَلَقْنَاهُمَا إِلَّا بِالْحَقِّ وَلَكِنَّ أَكْثَرَهُمْ لَا يَعْلَمُونَ ۚ ۳۹

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

As-Sa'di (2015) menjelaskan bahwa berdasarkan ayat-ayat tersebut, Allah Swt. memberitahukan tentang kesempurnaan kuasa dan hikmah-Nya, Allah tidak menciptakan langit dan bumi karena sia-sia dan main-main tanpa adanya guna melainkan dengan haq. Allah Swt. menciptakan keduanya agar mereka semua menyembah Allah Swt. semata dan Allah Swt. memerintah, melarang, memberi pahala bagi para hamba-Nya. Tetapi kebanyakan mereka tidak mengetahui, karena itu mereka tidak mau merenungkan penciptaan langit dan bumi. Hal ini dapat diartikan bahwasanya penciptaan setiap elemen yang ada di muka bumi ini pastilah mengandung kebermanfaatannya lebih, baik diketahui maupun tidak diketahui oleh manusia sebagai makhluk Allah, bergantung pada mau atau tidak mau manusia untuk merenungkan mengenai keseluruhan ciptaan Allah Swt. Diantara upaya-upaya untuk merenungkan mengenai ciptaan Allah Swt. adalah dengan melakukan sintesis dari senyawa-senyawa yang sudah Allah ciptakan. Seperti yang sudah dijelaskan pada ayat tersebut bahwa ciptaan Allah Swt. tidak ada yang sia-sia, yang artinya semua ciptaan Allah Swt. memberikan manfaat. Sintesis kompleks gadolinium (III) dengan ligan H₃BTC (keduanya adalah senyawa ciptaan Allah Swt.) merupakan bentuk ikhtiar dan perenungan manusia bagaimana senyawa tersebut berpotensi memberikan manfaat bagi kehidupan manusia.

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

Senyawa kompleks adalah senyawa yang di dalamnya terdapat kation atau logam dengan beberapa molekul netral atau ion donor elektron. Kation tersebut berfungsi sebagai

atom pusat sedangkan molekul netral atau ion donor elektron berfungsi sebagai ligan (Sucipto dan Martak, 2016). Dalam senyawa kompleks terjadi donasi pasangan electron dari ligan ke dalam orbital kosong ion pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks dapat disebut dengan senyawa koordinasi. Pada umumnya, ion pusat memiliki orbital-orbital d yang tidak terisi penuh elektron sehingga dapat berfungsi sebagai akseptor pasangan elektron tersebut (Hermawati dkk, 2016).

Kompleks polimer merupakan senyawa kompleks yang memiliki porositas permanen, luas permukaan, dan kristalinitas tinggi sehingga dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi seperti bioimaging, drug delivery system, pemisah gas, penyimpanan gas, dan katalis heterogen (Sotnik *et. al.*, 2015). Bioimaging merupakan suatu bidang riset yang sedang berkembang dan yang memiliki tujuan untuk memperluas metode molekuler yang sudah ada atau sedang dikembangkan. Bioimaging juga digunakan untuk menggambarkan lintasan molekuler tertentu di dalam tubuh makhluk hidup. Aplikasi bioimaging yang telah dikembangkan antara lain Computed X-ray Tomography (CT), Optical Imaging, Positron Emission Tomography (PET), Single-Photon-Emission Computed Tomography (SPECT), dan Magnetic Resonance Imaging (MRI) (Na *et. al.*, 2009).

Gadolinium (Gd) merupakan salah satu unsur tanah jarang yang bersifat paramagnetik sangat kuat karena gadolinium merupakan unsur golongan lantanida yang memiliki tujuh elektron valensi dan sering digunakan sebagai *contrast agent* karena memiliki momen magnet yang besar $7,94 \mu_B$ (Wu *et. al.*, 2012). Sifat gadolinium yang memiliki sifat paramagnetik yang besar dibandingkan unsur lantanida yang lain, sangat menjanjikan dalam meningkatkan sinyal resonansi MRI. Kato *et. al.* (2020) pada penelitiannya menyatakan bahwa agen pengontras berbasis gadolinium baik digunakan sebagai alternatif yang aman dengan efek samping yang lebih sedikit seperti dispnea dan hipotensi.

Ligan H_3BTC adalah ligan multidentat yang memiliki kemampuan besar untuk berkoordinasi dengan ion logam karena terdeprotonasi parsial dari kelompok multikarboksilat ligan H_3BTC . Ligan H_3BTC memiliki kemampuan yang baik untuk membangun kompleks dengan ion logam dengan mengadopsi beberapa mode koordinasi yang berbeda mulai dari yang tidak teridentifikasi (unidentat) hingga pengkhelat dan penghubung (Dai *et. al.* 2002; Wang *et. al.*, 2009). Almasi *et. al.* (2017) berhasil mensintesis senyawa kompleks Gd-BTC menggunakan metode solvotermal dan dihasilkan momen magnet sebesar 7,47 BM yang mendekati nilai teoritis 7,94 BM. Hasil momen magnet tersebut menunjukkan bahwa kompleks Gd-BTC bersifat paramagnetik.

Beberapa tahun terakhir metode sonokimia (metode dengan bantuan gelombang mikro) telah terbukti menjadi rute yang sangat efisien dalam pembentukan senyawa kompleks. Metode sonokimia banyak digunakan karena merupakan metode yang efektif untuk mensintesis suatu senyawa. Selain metodenya lebih mudah dan jalur reaksinya lebih cepat, metode sonokimia juga memiliki kelebihan dapat memecah agregat kristal berukuran besar

menjadi agregat kristal berukuran kecil. Prinsip metode sonokimia adalah memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi sangat tinggi yang diiradiasikan ke dalam larutan. Ketika suatu larutan diiradiasi dengan gelombang ultrasonik, maka dalam larutan tersebut terjadi tumbukan antarpartikel penyusun larutan yang bertekanan tinggi (Lestari dkk, 2012). Secara umum, berbagai macam kompleks polimer telah berhasil disintesis dengan teknik sonokimia.

Luo *et. al.* (2018) melakukan sintesis senyawa kompleks Cu-BTC menggunakan metode solvothermal dengan waktu 24 jam dan metode sonokimia dengan variasi waktu 15 dan 30 menit. Dari hasil sintesis tersebut pada waktu reaksi masing-masing adalah 24 jam (solvothermal), 30 menit, dan 15 menit dihasilkan rendemen masing-masing adalah 53,6%; 77,6%; dan 57,9%. Hasil ini menunjukkan bahwa sintesis senyawa kompleks yang cepat dapat direalisasikan dengan hasil yang sangat tinggi menggunakan metode sonokimia.

Sejauh ini masih jarang para peneliti yang melaporkan tentang sintesis senyawa kompleks Gd (III) dengan ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) menggunakan metode sonokimia. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa kompleks logam Gd (III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka perumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana massa produk sintesis senyawa kompleks Gd(III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit?
2. Bagaimana karakteristik produk sintesis terhadap struktur senyawa kompleks Gd (III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit?
3. Bagaimana morfologi kristal dan komposisi unsur dari senyawa kompleks Gd(III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit?

1.3 Tujuan

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Untuk mengetahui massa produk sintesis senyawa kompleks Gd(III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit.
2. Untuk mengetahui karakteristik produk sintesis terhadap struktur senyawa kompleks Gd(III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit.

3. Untuk mengetahui morfologi kristal dan komposisi unsur dari senyawa kompleks Gd(III) dengan ligan H₃BTC menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Metode sintesis senyawa kompleks Gd(III) dan ligan H₃BTC menggunakan metode sonokimia
2. Sintesis senyawa kompleks Gd(III) dan ligan H₃BTC menggunakan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit.
3. Karakter struktur hasil sintesis diukur menggunakan *powder* XRD.
4. Morfologi kristal dan komposisi unsur menggunakan SEM-EDS.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai proses sintesis senyawa kompleks Gd-BTC melalui metode sonokimia dengan menggunakan variasi waktu dan dapat memberikan informasi tentang potensi dari unsur tanah jarang yang mana ketersediaan informasi unsur tanah jarang masih terbatas dan kurang eksploratif sebagai objek penelitian di Indonesia. Manfaat dari penelitian ini adalah dapat diperoleh senyawa kompleks Gd-BTC yang potensial sehingga dapat dimanfaatkan sebagai kandidat material fungsional. Selain itu, penelitian ini juga diharapkan dapat memberikan informasi tambahan yang berguna dalam upaya mentaddaburi ayat yang terkait, terutama Q.S. Ad-Dukhan ayat 38-39.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sintesis Senyawa Kompleks dengan Logam Gadolinium (III)

Senyawa koordinasi atau senyawa kompleks merupakan senyawa yang terbentuk melalui ikatan kovalen koordinasi antara atom pusat dengan ligan (suatu gugus mengeliling). Ikatan kovalen koordinasi yang terjadi dikarenakan adanya pasangan elektron dari salah satu atom donor yang dipakai bersama. Atom pusat berada di bagian tengah senyawa koordinasi yang bertindak sebagai penerima pasangan elektron dan biasa disebut sebagai asam Lewis (biasanya berupa logam, terutama logam transisi). Ligan atau gugus mengeliling merupakan bagian dari senyawa koordinasi yang berada di bagian luar sebagai pendonor pasangan elektron dan biasa disebut sebagai basa Lewis (Chang *et. al.* 2004). Pada umumnya, ion pusat memiliki orbital-orbital *d* yang masih belum terisi penuh elektron sehingga dapat berfungsi sebagai akseptor pasangan elektron tersebut. Ciri ini menyebabkan beberapa sifat khas, meliputi warna yang unik, pembentukan senyawa paramagnetik, aktivitas katalitik, dan terutama memiliki kecenderungan besar untuk membentuk senyawa kompleks (Hermawati dkk, 2016).

Kompleks polimer merupakan senyawa kompleks berupa material polimer berpori yang terdiri dari ion logam dan ligan multidentat yang terikat melalui ikatan kovalen koordinasi (Noro *et. al.*, 2013). Kompleks polimer terdiri dari ion logam atau klaster oksida logam dengan suatu ligan bivalen atau polivalen aromatik maupun alifatik yang memiliki gugus fungsional karboksilat, fosfonat, sulfonat, imidazolat, amina, atau pyridil maupun kombinasinya. Ion logam atau klaster oksida logam berkoordinasi dengan ligan sebagai simpul (node) untuk membentuk kerangka kerja yang disebut dengan kompleks polimer. Ion logam yang pernah dikaji diantaranya logam golongan alkali tanah, logam transisi, dan lantanida (logam tanah jarang) (Hanif dkk., 2018). Sedangkan ligan yang pernah diteliti yakni asam trimesat, asam mukonat, asam fumarat, asam tereftalat, asam amino tereftalat dan masih banyak lagi (Horcajada *et. al.*, 2010).

Dibandingkan dengan senyawa kompleks lainnya, kompleks polimer memiliki beberapa keunggulan yang luar biasa, seperti luas permukaan dan porositas yang tinggi untuk daya tampung agen terapeutik, fisik yang mudah dimodifikasi (seperti ukuran dan bentuk pori), dan sifat kimia kompleks polimer melalui kluster anorganik dan ligan organik (Sun *et. al.*, 2017). Sifat fisik dan kimia yang menarik dari kompleks polimer membuatnya cocok untuk aplikasi *bioimaging*, *drug delivery system* (DDS), penyimpanan gas, dan katalis heterogen.

Gadolinium merupakan suatu unsur dari deret lantanida yang bersifat stabil dengan ion bervalensi +3 dan memiliki 7 elektron tidak berpasangan di kulit *f* yang membuat Gd^{3+} memiliki momen magnet yang cukup besar (Cotton *et. al.*, 2007). Gadolinium juga merupakan salah satu unsur paramagnetik yang menjadi syarat utama sebagai agen.

pengontras dan mempunyai kemampuan menyerap neutron yang sangat tinggi ($4,9 \times 10^4$ barns) (Gunawan, 2006). Gadolinium diidentifikasi pada tahun 1880 dengan spektroskopi mineral gadolinit oleh Jean de Marignac. Dia memberi nama unsur tersebut sebagai Gadolinium setelah mineral gadolinit. Mineral ini dinamai sesuai dengan nama ahli kimia Swedia/Finlandia Johan Gadolin yang telah menemukan dan mengkarakterisasinya pada abad ke-18 (Blomqvist, 2022). Karakteristik gadolinium dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Karakteristik gadolinium

Sifat	Karakteristik
Nomor atom	64
Berat molekul (g/mol)	152,92
Densitas (g/cm ³)	7,90
Titik leleh (°C)	1312
Titik didih (°C)	3000
Konfigurasi elektron	[Xe] 4f ⁷ 5d ¹ 6s ²
Momen magnet (J/T)	7,94
Sifat magnetik	Paramagnetik
Kristalografi	Heksagonal

Sumber : Greenwood (2012)

Gadolinium adalah unsur kimia dengan simbol Gd dan nomor atom 64. Gadolinium adalah logam tanah jarang berwarna putih keperakan, sedikit ulet dan lunak. Logam Gd bereaksi dengan oksigen untuk membentuk lapisan hitam pada suhu tinggi dan larut dalam asam tetapi susah larut dalam air. Gd memiliki titik leleh 1312 °C dan titik didih sekitar 3250 °C seperti ditunjukkan pada Tabel 2.1. Pada sebagian besar senyawa Gadolinium (Gd) dalam bentuk ionik yang mengadopsi keadaan oksidasi +3. Struktur elektronik atom gadolinium netral dapat direpresentasikan sebagai [Xe] 4f⁷5d¹6s². Tujuh elektron yang tidak berpasangan dalam orbital simetris bola 4f bertanggung jawab atas efek paramagnetik yang kuat. Elektron-elektron ini berkontribusi untuk mempersingkat waktu relaksasi molekul air melalui pertukaran dengan molekul air terkoordinasi dengan cara yang sangat efektif.

Kelimpahan gadolinium di permukaan bumi diperkirakan sekitar 4,5 hingga 6,4 bagian per juta. Beberapa mineral yang terdapat di dalamnya adalah monasit, bastnasit, samarskit, gadolinit, dan xenotime (Lide, 2004). Kegunaan senyawa gadolinium antara lain untuk mengintensifkan layar sinar-X, scintillators untuk tomografi sinar X, dan sebagai agen kontras pada MRI (dalam bentuk kelat yang larut dalam air). Gadolinium dalam bentuk khelat berguna sebagai agen pengontras dalam *Magnetic Resonance Imaging* (MRI), karena sifat fisik dan keberadaan elektron tak berpasangan dalam kulit dalam atom Gd. Seperti kebanyakan ion lantanida, gadolinium (III) membentuk kompleks dengan bilangan koordinasi yang tinggi (Rogosnitzky, 2016)

Penelitian tentang sintesis gadolinium dengan ligan karboksilat telah berhasil dilakukan. Sintesis dilakukan menggunakan metode solvotermal, refluks, dan microwave. Pada Tabel

2.2 disajikan rangkuman penelitian sebelumnya yang telah berhasil mensintesis senyawa kompleks gadolinium dengan ligan karboksilat.

Tabel 2.2 Data penelitian terdahulu tentang sintesis gadolinium kompleks

No	Kompleks dan Sumber Pustaka	Bahan dan Metode
1.	[Gd ₂ (BDC) ₂ (NO ₃) ₂ .4DMF] (Liao, dkk., 2012)	Bahan : Gd(NO ₃) ₂ .6H ₂ O dan H ₂ BDC Rasio : - Pelarut: <i>dimethyl formamide</i> (DMF) Metode : Solvotermal Suhu : 85°C selama 5 jam
2.	[Gd ³⁺ (BTC)(DMF) ₂ (H ₂ O)] (Laurikenas, dkk., 2018)	Bahan : Gd(NO ₃) ₃ .6H ₂ O dan H ₃ BTC Rasio : 3:2 Pelarut : DMF dan aquades (3:1) Metode : Solvotermal Suhu : 65°C selama 24 jam
3.	[Gd(BTC)(H ₂ O)(DMF)] (Xie, dkk., 2011)	Bahan : GdCl ₃ .6H ₂ O dan H ₃ BTC Rasio : - Pelarut : DMF dan air Metode : Solvotermal Suhu : 80°C selama 72 jam
4.	[Gd(BTC)(H ₂ O).(DMF)] (Almasi, dkk., 2017)	Bahan : Gd(NO ₃) ₃ dan H ₃ BTC Rasio : 5:1 Pelarut : DMF, etanol dan air (3:3:2,4) Metode : Solvotermal Suhu : 80°C selama 12 jam

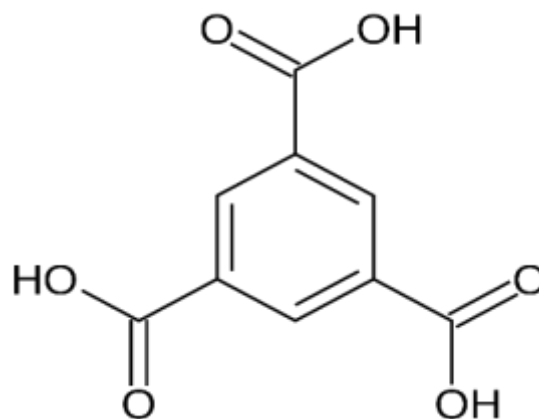
2.2 Sintesis Senyawa Kompleks Gadolinium (III) Menggunakan Ligan 1,3,5-benzenatri-karboksilat (H₃BTC)

Ligan adalah suatu ion atau molekul yang memiliki sepasang elektron atau lebih yang dapat disumbangkan pada atom pusat. Ligan merupakan basa lewis yang dapat terkoordinasi pada ion logam yang berperan sebagai asam lewis membentuk senyawa kompleks. Ligan dapat berupa anion atau molekul netral (Cotton *et. al.* 1984). Jika suatu logam gadolinium berikatan secara kovalen koordinasi dengan satu atau lebih ligan maka akan membentuk suatu senyawa kompleks, dimana logam gadolinium tersebut berfungsi sebagai atom pusat. Logam gadolinium merupakan salah satu logam lantanida memiliki orbital 4f dengan 7 elektron yang tidak berpasangan. Menurut Cornehl *et. al.* (1995), elektron 4f lantanida secara kimiawi tidak aktif karena ikatan kovalen yang melibatkan orbital padat 4f dari unsur-unsur ini pada dasarnya lemah. Perhitungan Maron dan Eisenstein (2000) mengenai konfigurasi keadaan dasar kompleks Ln(NH₂)₃ pada tingkat B3PW91 menunjukkan bahwa semua kompleks mematuhi aturan Hund dan bahwa konfigurasi keadaan dasar sesuai dengan angka spin tertinggi. Hal ini sudah menunjukkan bahwa elektron 4f tidak terlibat dalam ikatan.

Hasil setara yang diperoleh dengan RECP (*Relativistic Effective Core Potential*) inti besar dan kecil sesuai dengan hasil percobaan Anderson *et. al.* (1989) dan King *et al.* (1996). Penelitian Anderson *et. al.* (1989) menunjukkan korelasi antara orbital 5d yang

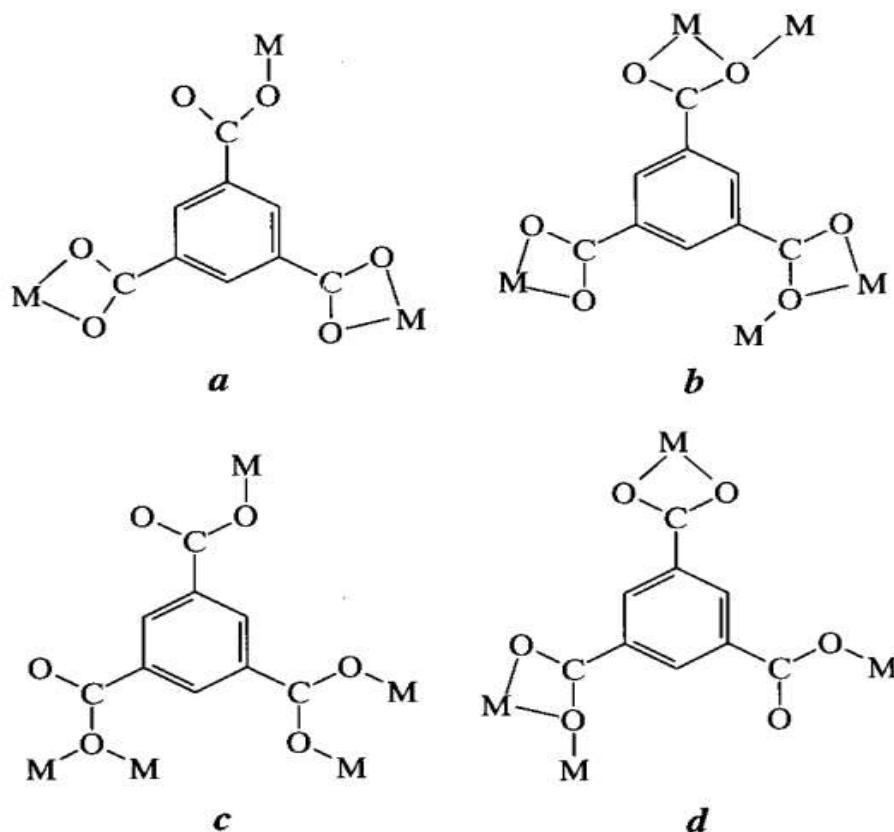
terlibat dalam ikatan logam-ligan dan stabilitas termal spesies $\text{Ln}(\text{TTB})_2$ ($\text{TTB} = \eta^6\text{-}(1,3,5\text{-t-Bu})_3\text{C}_6\text{H}_3$). Stabilitas termal spesies $\text{Ln}(\text{TTB})_2$ secara kualitatif terkait dengan energi orbital atom bebas $f^1s^2 \rightarrow f^{n-1}d^1s^2$ lantanida. Hasil serupa dilaporkan oleh King *et. al.* (1996) dalam kasus energi disosiasi spesies $\text{Ln}(\text{TTB})_2$, yang juga terkait dengan energi orbital atom bebas $f^1s^2 \rightarrow f^{n-1}d^1s^2$ dari lantanida. RECP (*Relativistic Effective Core Potential*) inti besar lantanida mengarah ke kompleks Ln^{3+} formal yang diekstraksi dari konfigurasi atom $f^{n-1}d^1s^2$, sehingga dengan tepat menggambarkan partisipasi orbital $5d$ dalam ikatan. Dari hasil penelitian Anderson *et. al.* (1989) dan King *et. al.* (1996) dapat disimpulkan bahwa pembentukan kompleks lantanida menggunakan logam gadolinium pada penelitian ini tidak melibatkan partisipasi orbital $4f$, melainkan partisipasi orbital $5d$. Sehingga orbital $4f$ pada kompleks gadolinium tetap memiliki 7 elektron tidak berpasangan.

Ligan berbasis karboksilat sering digunakan sebagai bahan penyusun untuk memperoleh senyawa kompleks yang stabil. Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) atau asam trimesat (TMA) merupakan senyawa organik benzena yang memiliki tiga gugus karboksilat pada posisi 1,3, dan 5 dengan rumus molekul $\text{C}_9\text{H}_6\text{O}_6$. 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) adalah molekul planar dengan inti benzil yang dapat berinteraksi dengan permukaan logam. Ligan 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) banyak digunakan dalam pembentukan kompleks karena adanya kemampuan gugus karboksilatnya yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan senyawa lain, seperti H_2O . 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) termasuk dalam golongan senyawa anionik yang dapat bergabung dengan senyawa kationik baik organik maupun anorganik. 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) dapat larut dalam eter, air, dan mudah larut dalam alkohol serta mudah menguap pada temperatur yang sangat tinggi tanpa melalui proses peleburan dan sublimasi (Herbstein, 2005). 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) memiliki berat molekul 210,14 g/mol, titik leleh kurang dari $300\text{ }^\circ\text{C}$, dan titik didih $328\text{ }^\circ\text{C}$. Gambar 2.1 menunjukkan struktur 1,3,5-benzenetrikarboksilat (H_3BTC).



Gambar 2.1 Struktur ligan H_3BTC (Herbstein, 2005)

Ligan H₃BTC merupakan salah satu ligan multikarboksilat yang mengandung atom donor O untuk membentuk suatu kompleks dengan ion logam (Chen *et. al.*, 2004). H₃BTC pada permukaan yang lebih reaktif (seperti tembaga), gugus -COOH dapat terdeprotonasi secara katalitik menjadi COO⁻ yang akan menciptakan kemungkinan untuk terbentuk ikatan terkoordinasi logam (Duffin *et. al.*, 2018). Ligan H₃BTC memiliki kemampuan yang baik untuk membangun kompleks dengan ion logam dengan mengadopsi beberapa mode koordinasi yang berbeda mulai dari yang tidak teridentifikasi (unidentat) hingga pengkhelat dan penghubung (Dai *et. al.* 2002; Wang *et. al.*, 2009). Dalam penelitian Dai *et. al.* (2002), ditunjukkan empat mode koordinasi H₃BTC yang diamati dalam penelitiannya. Empat mode koordinasi H₃BTC ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Mode Koordinasi H₃BTC (a) chelating bis-bidentate dan unidentate; (b) chelating/bridging bis-bidentate dan chelating bidentate; (c) unidentate, bridging unidentate, dan bidentate; (d) chelating bidentate, chelating/bridging bidentate, dan unidentate (Dai *et. al.*, 2002).

Dai *et. al.* (2002) melakukan sintesis 3 kompleks Cd dengan ligan H₃BTC. Kompleks tersebut antara lain Cd₃BTC₂·13H₂O, Cd₃BTC₂·dabco·2H₂O, dan Cd₃HBTC₃·8H₂O. Untuk kompleks Cd₃BTC₂·13H₂O, satu gugus karboksilat pengikat adalah unidentat dan yang lainnya adalah chelating bis-bidentat dalam mode koordinasi H₃BTC (Gambar 2.2a). Pembentukan struktur kristal untuk kompleks Cd₃BTC₂·13H₂O terdiri dari dua pusat Cd(II) yang berbeda (Cd1, Cd2) yang dihubungkan oleh ligan H₃BTC, di mana pusat Cd1

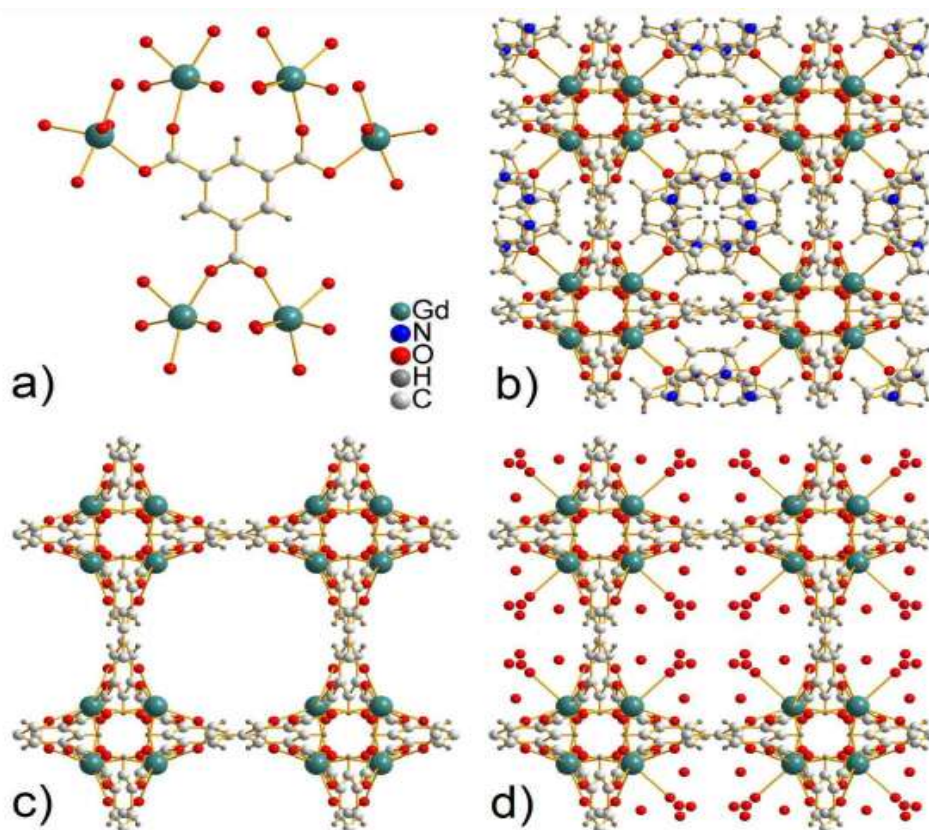
dikoordinasikan lima oleh tiga molekul air (O7, O7b, O8) serta dua atom oksigen (O3, O3b) yang termasuk dalam dua gugus karboksilat tak dikenal yang berbeda dari dua ligan H₃BTC yang terpisah, dan pusat Cd(II) lainnya (Cd2) dikoordinasikan tujuh oleh tiga molekul air lainnya serta empat atom oksigen (O1 dan O2, O5a dan O6a) dari dua gugus karboksilat bis-bidentat pengkelat yang berbeda dari dua ligan H₃BTC yang terpisah.

Untuk kompleks Cd₃BTC₂·dabco·2H₂O, ligan H₃BTC memiliki dua mode koordinasi. Dalam satu mode, ligan mengandung gugus karboksilat chelating/bridging bis-bidentate dan chelating bidentate (Gambar 2.2b). Di sisi lain, ligan H₃BTC memiliki tiga gugus karboksilat yang berbeda yaitu unidentate, bridging unidentate, dan bidentate (Gambar 2.2c). kompleks Cd₃BTC₂·dabco·2H₂O memiliki 3 pusat Cd(II) yaitu Cd1, Cd2, dan Cd3. Setiap atom Cd(II) berada dalam geometri koordinasi oktahedral yang terdistorsi, dan tiga pusat Cd dijembatani oleh atom μ₃-O yang tertutup untuk membangun inti Cd₃O trinuklir dengan prisma segitiga terdistorsi. Atom Cd1 dikoordinasikan oleh enam atom oksigen, tiga [(O21, O22) dan (O24)] di antaranya berasal dari dua gugus pengkelat/penghubung bidentat karboksilat yang berbeda (Gambar 2.2b) dari dua ligan H₃BTC yang terpisah. Yang lainnya berasal dari gugus karboksilat penghubung tak beridentitas (O15) dan bidentat (O13) (Gambar 2.2c) dari dua ligan H₃BTC yang berbeda dengan pengecualian atom μ₃-O (O1). Berbeda dengan Cd1, atom Cd2 yang terkoordinasi enam diikat oleh sebuah atom nitrogen (N1) dari molekul dabco. Atom Cd3 juga terkoordinasi enam oleh enam atom oksigen dari chelating bidentat (O25, O26), chelating/bridging bidentat (O23, O24c), dan bridging unidentat (O15c) gugus karboksilat dari tiga ligan H₃BTC yang terpisah serta atom μ₃-O (O1). Dengan cara ini, unit-unit pembangun kompleks, yang dibangun oleh dua ligan H₃BTC dengan dua mode koordinasi (Gambar 2.2b dan c) dan tiga pusat Cd(II) (Cd1, Cd2, dan Cd3), dari struktur kristal Cd₃BTC₂·dabco·2H₂O saling berhubungan di sepanjang bidang ab untuk menghasilkan subunit motif "*chicken-wire-like*" yang menarik.

Untuk kompleks Cd₃HBTC₃ · 8H₂O setiap ligan H₃BTC memiliki tiga gugus karboksilat dengan gaya koordinasi yang berbeda, yaitu chelating/bridging bidentat, chelating bidentat, dan unidentate (Gambar 2.2d). Setiap ligan H₃BTC berkoordinasi dengan empat pusat Cd1 melalui tiga mode koordinasi yang berbeda yang disebutkan di atas. Setiap atom Cd1 yang terkoordinasi enam terhubung ke enam atom oksigen yang termasuk dalam empat gugus karboksilat yang berbeda dari empat ligan H₃BTC yang terpisah, di mana tiga atom oksigen (O3a, O4, dan O3) berasal dari dua gugus karboksilat chelating/bridging yang berbeda, dua atom oksigen (O1, O2) berasal dari gugus karboksilat pengkelat, dan satu atom oksigen (O5) termasuk dalam gugus karboksilat unidentate.

Almasi *et. al.* (2017) melakukan sintesis kompleks GdBTC-DMF dengan komposisi {[Gd(BTC)(H₂O)] - DMF}_n disintesis dengan metode solvotermal pada suhu 80°C dalam campuran pelarut H₂O dan DMF selama 48 menit. Sampel yang diaktivasi ([Gd(BTC)]_n) tanpa pelarut DMF dan H₂O dalam sistem rongga dibuat dengan memanaskan kompleks

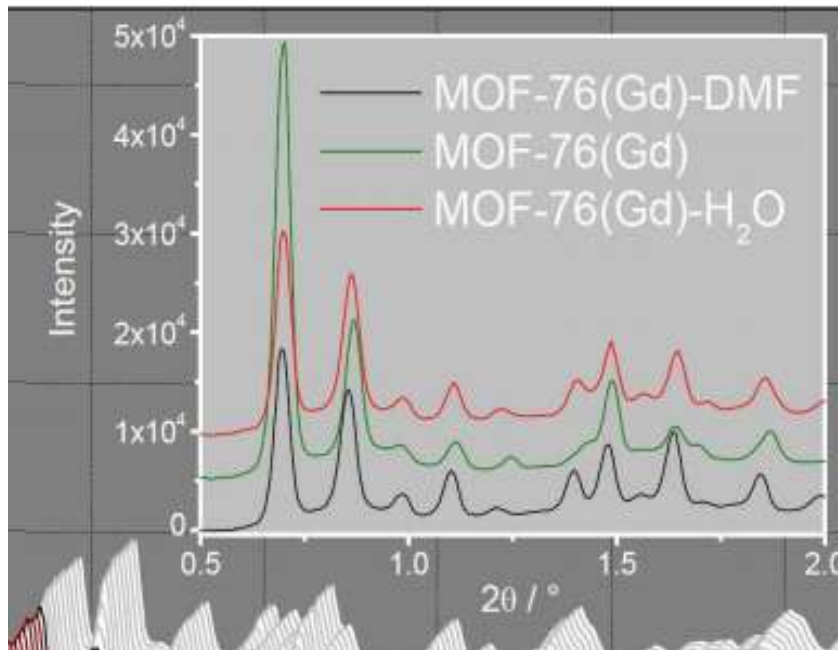
yang disintesis pada suhu 400°C dalam oven dan sampel tersebut dinamakan sebagai kompleks Gd-BTC. Sampel kompleks Gd yang ditukar dengan air dengan rumus $\{[\text{Gd}(\text{BTC})(\text{H}_2\text{O})] - 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ dibuat dari bentuk teraktivasi melalui dispersi dalam akuades. Struktur kristal dari sampel yang disintesis ditunjukkan pada Gambar 2.3. Secara umum, senyawa mengkristal dalam *space group* tetragonal $P4_122$ dan strukturnya dibangun dari ion Gd (III) yang dijembatani oleh ligan BTC untuk membentuk kompleks berupa batang tiga dimensi yang netral. Setiap atom gadolinium dikoordinasikan oleh lima atom oksigen dari gugus karboksilat BTC dan selanjutnya ditutup oleh satu molekul air terkoordinasi. Seperti yang dapat dilihat dari Gambar 2.3 (a), satu molekul BTC secara bersamaan menjembatani enam ion gadolinium yang berbeda dan dikemas ke dalam untaian heliks. Struktur kristal akhir dari senyawa yang dianalisis antara lain : sampel kompleks $\{[\text{Gd}(\text{BTC})(\text{H}_2\text{O})] - \text{DMF}\}_n$ yang disintesis, kompleks $([\text{Gd}(\text{BTC})]_n)$ yang diaktivasi, dan sampel kompleks Gd-BTC yang ditukar dengan air yaitu kompleks $\{[\text{Gd}(\text{BTC})(\text{H}_2\text{O})] - 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ ditunjukkan pada Gambar 2.3 (b-d).



Gambar 2.3 (a) Mode koordinasi penghubung BTC dalam sampel kompleks Gd. Tampilan struktur kristal akhir dari (b) kompleks $\{[\text{Gd}(\text{BTC})(\text{H}_2\text{O})] - \text{DMF}\}_n$ yang disintesis, (c) kompleks $([\text{Gd}(\text{BTC})]_n)$ yang diaktivasi, dan (d) senyawa penukar air kompleks $\{[\text{Gd}(\text{BTC})(\text{H}_2\text{O})] - 2\text{H}_2\text{O}\}_n$ (Almasi *et. al.*, 2017).

Produk hasil penelitian Almasi *et. al.* (2017) yang dikarakterisasi menggunakan *powder* XRD dilakukan selama pemanasan *in situ* pada kisaran suhu 30-600°C menggunakan

radiasi sinkrotron untuk menyelidiki stabilitas kerangka. Seperti yang dilihat di Gambar 2.4, kompleks $\{[\text{Gd}(\text{BTC})(\text{H}_2\text{O})] - \text{DMF}\}_n$ di bawah pemanasan diamati dua transisi struktur fasenya. Setelah pemanasan, kerangka mengalami perubahan struktural setelah penghilangan molekul pelarut (DMF) dari fase tetragonal (20-140°C) ke monoklinik (150-320°C) dan pada suhu yang lebih tinggi kembali ke sistem kristalografi tetragonal (330-600°C). Pola-pola yang hampir identik dan semakin tinggi nilai intensitas sampel membuktikan kemurnian fasa sampel.



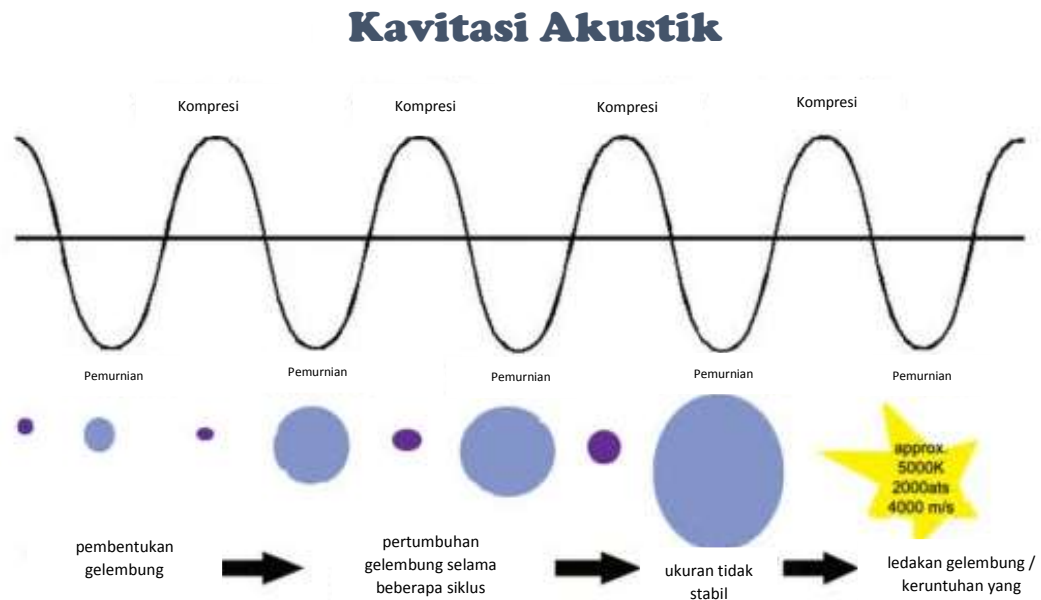
Gambar 2.4 Pola *powder* XRD dari senyawa yang disintesis (Almasi *et. al.*, 2017).

2.3 Sintesis Senyawa Kompleks Gd-BTC dengan Metode Sonokimia

Metode sonokimia adalah metode yang efektif dalam mensintesis material berukuran nano (Hielscher, 2005). Metode sonokimia memanfaatkan gelombang suara dengan frekuensi tinggi berkisar 20 kHz hingga 10 MHz untuk menginisiasi reaksi kimia dari prekursor dan menginduksi pembentukan partikel selama irradiasi (Wongpisutpaisan *et. al.*, 2011; Wattanawikkam and Pecharapa, 2015). Ketika cairan dilakukan proses sonokimia pada intensitas tinggi, gelombang suara yang merambat ke media cair akan menghasilkan tekanan tinggi (kompresi) atau tekanan rendah (rarefaction) bergantung pada frekuensi yang digunakan (Smart and Elaine, 2012). Karakteristik gelombang ultrasonik yang melewati medium mengakibatkan getaran partikel medium amplitudo sejajar dengan arah rambat secara longitudinal, sehingga mengakibatkan partikel medium membentuk regangan dan rapatan. Kecepatan dan penyerapan gelombang ultrasonik akan berbeda apabila medium rambatannya juga berbeda.

Gelombang ultrasonik dalam medium cair dapat menyebabkan kavitasi akustik. Efek kavitasi akustik merupakan proses pembentukan, pertumbuhan, dan pecahnya gelembung di

dalam larutan yang diberi radiasi ultrasonik dengan intensitas gelombang yang tinggi melebihi 20000 MHz. Hal tersebut mengakibatkan adanya peningkatan suhu mencapai 5000 °C dan tekanan sekitar 1000 atm di dalam gelembung serta laju pemanasan dan pendinginan di atas 109 K/s (Abbas *et. al.*, 2013). Ilustrasi proses kavitasi akustik dapat dilihat pada Gambar 2.5.

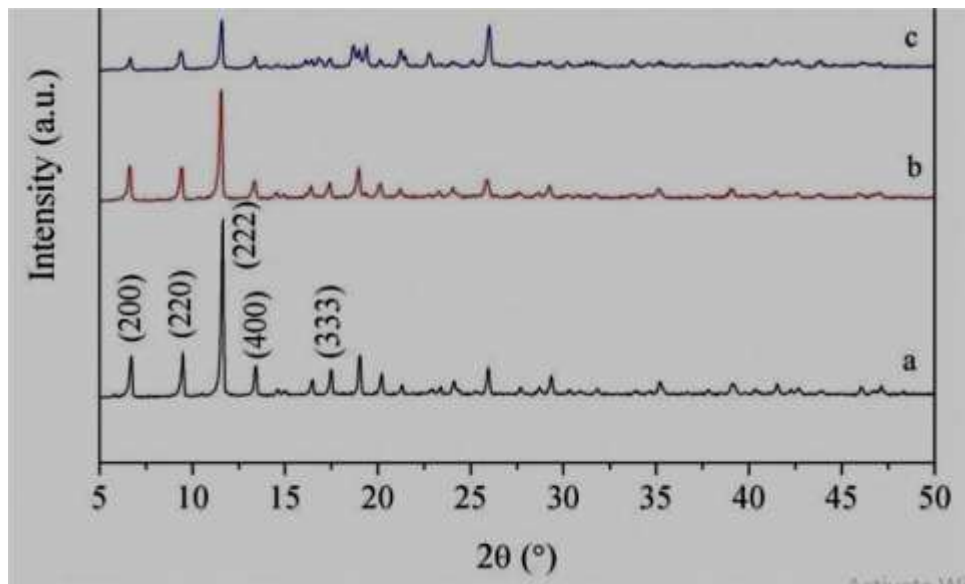


Gambar 2.5 Ilustrasi proses kavitasi (Vyas *et. al.*, 2019)

Secara umum, kavitasi dalam medium cairan dapat menyebabkan degassing yang diawali dari reaksi kimia dengan hasil reaksi berupa radikal bebas seperti radikal OH akibat pemutusan ikatan secara homolitik dari pelarut (Hielscher, 2005). Kemudian mempercepat reaksi kimia dengan memfasilitasi pencampuran reaktan melalui tumbukan antarpartikel dalam larutan tersebut (Bang and Suslick, 2010). Setelah itu, meningkatkan reaksi polimerisasi dan depolimerisasi dengan mendispersikan agregat (deaglomerasi) atau dengan memutus ikatan kimia secara permanen dalam rantai polimerik dan meningkatkan laju difusi sehingga akan terbentuk nanopartikel (Hielscher, 2005).

Metode sonikasi memiliki potensi menjadi salah satu metode sintesis senyawa kompleks mengingat prosesnya yang sederhana, efisien, ramah lingkungan, dan dapat meningkatkan hasil reaksi (Ahmed *et. al.*, 2014). Qiu *et. al.* (2008) telah mensintesis kompleks $Zn_3(BTC)_2 \cdot 12H_2O$ menggunakan metode sonokimia pada suhu ruang dan tekanan atmosfer dengan waktu reaksi yang berbeda yaitu 5, 10, 30, dan 90 menit. Yang mengejutkan, reaksi seng asetat dihidrat dengan H_3BTC dalam dalam air (v/v) di bawah iradiasi ultrasonik pada suhu dan tekanan sekitar selama 5 menit menghasilkan kompleks $Zn_3(BTC)_2 \cdot 12H_2O$ dengan rendemen yang sangat tinggi yaitu 75.3%. Selain itu, hasil kompleks $Zn_3(BTC)_2 \cdot 12H_2O$ meningkat secara bertahap dari 78,2% hingga 85,3% dengan meningkatnya waktu reaksi dari 10 hingga 90 menit.

Sintesis Cu-BTC menggunakan metode sonokimia dari penelitian Luo *et. al.* (2018) menggunakan dua variasi waktu yaitu 30 menit dan 15 menit menunjukkan hasil XRD pada Gambar 2.6.

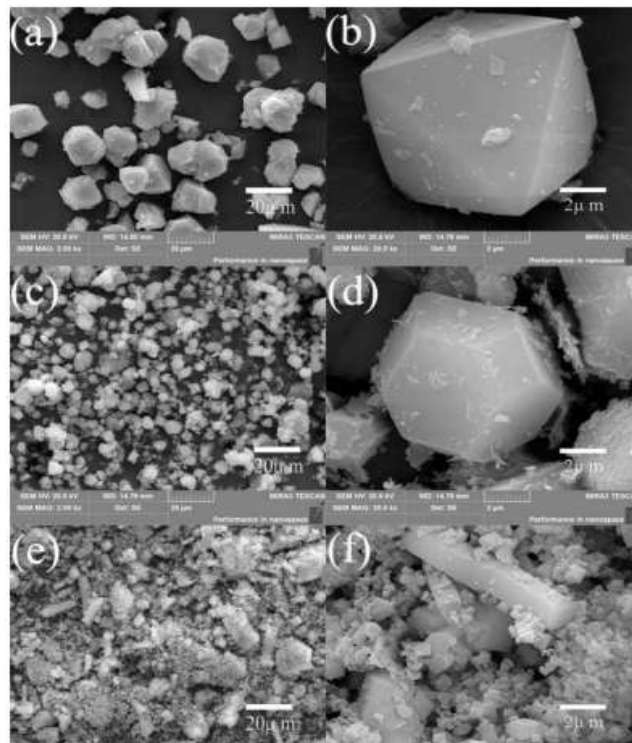


Gambar 2.6 a) Cu-BTC 24 jam metode solvothermal, dan b) Cu-BTC 30 menit, c) Cu-BTC 15 menit metode sonokimia (Luo *et. al.* 2018)

Gambar 2.6 menunjukkan puncak difraksi Cu-BTC muncul di 2θ dari $6,7^\circ$; $9,5^\circ$; $11,6^\circ$; $13,4^\circ$; dan $17,5^\circ$ masing-masing sesuai dengan bidang kristal (200), (220), (222), (400), dan (333). Pola puncak difraksi yang terbentuk pada sintesis Cu-BTC sesuai dengan puncak difraksi dari struktur kristal oktahedral. Dari hasil sintesis tersebut pada waktu reaksi masing-masing adalah 24 jam (solvothermal), 30 menit, dan 15 menit dihasilkan rendemen masing-masing adalah 53,6%; 77,6%; dan 57,9%. Hal tersebut menunjukkan bahwa sintesis dengan bantuan gelombang ultrasonik dapat secara signifikan mengurangi waktu reaksi dan secara efektif meningkatkan hasil. Berdasarkan hasil sintesis dari Qiu *et. al.* (2008) dan Luo *et. al.* (2018) ini menunjukkan bahwa sintesis senyawa kompleks yang cepat dapat direalisasikan dengan hasil yang sangat tinggi dengan menggunakan metode sonokimia. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis Gd(III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode sonokimia untuk mengetahui pengaruh waktu terhadap hasil sintesis.

Hasil karakterisasi SEM dari Luo *et. al.* (2018) menghasilkan morfologi dan bentuk kristal yang berbeda-beda. Gambar 2.7 poin a dan b, Cu-BTC disintesis menggunakan metode solvothermal membentuk struktur oktahedral dengan ukuran diameter 10-20 μm . Sedangkan pada poin c dan d, Cu-BTC disintesis menggunakan metode sonokimia membentuk struktur oktahedral terpotong dengan ukuran diameter 3-7 μm . Poin e dan f keduanya membentuk struktur polihedron. Berdasarkan hasil ditunjukkan pada Gambar 2.7, morfologi Cu-BTC a,b dan Cu-BTC c,d,e,f yang disintesis dengan metode sintesis berbeda menunjukkan perbedaan yang signifikan pada morfologi dan ukuran partikel. Perubahan yang terjadi pada

morfologi kristal yaitu bentuk oktahedron yang menjadi segi delapan terpotong. Selain itu, berkurangnya ukuran kristal disebabkan oleh adanya efek ultrasonik, reaksi yang cepat dan waktu pengadukan yang cepat, dapat menghindari pertumbuhan kristal yang berlebihan.



Gambar 2.7 Morfologi hasil sintesis Cu-BTC : (a) dan (b) Cu-BTC dengan waktu 24 jam metode solvothermal, (c) dan (d) Cu-BTC variasi waktu 30 menit metode sonokimia, (e) dan (f) Cu-BTC waktu 15 menit metode sonokimia (Luo, dkk., 2018)

Penggunaan pelarut merupakan salah satu parameter yang mempengaruhi terbentuknya hasil sintesis. Beberapa penelitian sintesis kompleks Gd-BTC ada yang menggunakan pelarut DMF murni dan pelarut campuran DMF:air. Pada penelitian Laurikenas *et. al.* (2018) yang mensintesis kompleks Gd(III)-BTC menggunakan metode solvothermal menggunakan pelarut DMF:air yang memiliki rasio sebesar 3:1. Pengaruh penggunaan pelarut DMF dan air dibuktikan oleh Cheng *et. al.* (2013) dalam penelitiannya mensintesis NH₂-MIL-53(Al) menggunakan metode solvothermal. Pelarut yang ditambahkan lebih banyak DMF daripada H₂O dengan volume total pelarut dijaga konstan pada 30 mL. Cheng *et. al.* (2013) menjelaskan bahwa penggunaan pelarut DMF murni tanpa adanya campuran membuat proses deprotonasi gugus COO menjadi lebih cepat. Sedangkan jika dengan adanya penambahan sedikit air membuat proses deprotonasi gugus COO menjadi semakin cepat. Tetapi harus diperhatikan, penambahan air yang terlalu berlebih akan menjadikan proses deprotonasi gugus COO menjadi lambat kembali.

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juli - Agustus di Laboratorium Kimia Anorganik Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pengambilan data *X-Ray Diffraction Powder (Powder XRD)* dilakukan di laboratorium Greenlabs Bandung dan data *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS)* dilakukan di laboratorium SEM Departement Teknik Mesin Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya.

3.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah erlenmeyer, gelas beaker 100 mL, kaca arloji, botol semprot, bola hisap, kertas saring, oven, neraca analitik, spatula, pipet ukur, pipet tetes, sonikator *probe Q125*, seperangkat instrumen *X-Ray Diffraction Powder (Powder XRD) Perkin-Elmer 2400 II*, dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS) Hitachi Flexsem 100*.

3.3 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu gadolinium(III) nitrat hexahidrat ($\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) sigma aldrich kode 1002591239, 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC) sigma aldrich kode 1003380670, aquades, *N,N*-dimetilformamida (DMF) Merck 103053, dan etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 96%.

3.4 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah sintesis senyawa kompleks dengan logam Gadolinium (III) dan ligan H_3BTC . Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil sintesis, identifikasi, serta mengetahui morfologi kristal terhadap kompleks Gd-BTC. Proses penelitian dilakukan diawali dengan sintesis senyawa kompleks dari $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan H_3BTC menggunakan metode sonokimia. Sintesis diawali dengan $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,2265 g, 0,5 mmol) dilarutkan dalam campuran DMF dan aquades (3:1 v/v) (20 mL). H_3BTC (0,2101 g, 1 mmol) ditambahkan dan campuran diaduk sampai homogen. Masukkan sampel kedalam gelas beaker 100 mL. Kemudian sampel dilakukan iradiasi ultrasonik dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit. Kemudian dilanjutkan dengan karakterisasi pada hasil yang diperoleh menggunakan instrumen *powder XRD* untuk mengetahui karakter struktur hasil sintesis dan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi dari senyawa kompleks tersebut.

3.5 Tahapan Kerja

Tahapan penelitian yang akan dilakukan yaitu :

1. Sintesis Senyawa Gd-BTC

Proses ini dilakukan dengan mensintesis antara $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan ligan H_3BTC sebelum dilakukan proses ke dalam alat sonikasi, selanjutnya dilakukan proses iradiasi ultrasonik dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit. Setelah itu produk disaring untuk memisahkan endapan dari filtratnya. Endapan yang diperoleh dicuci dengan DMF dan etanol. Kemudian di oven pada suhu 79°C selama 1 jam. Setelah itu produk ditimbang dan dihitung hasil sintesis yang diperoleh. Produk siap dikarakterisasi.

2. Karakterisasi Produk Senyawa Hasil Sintesis

Karakterisasi produk dilakukan menggunakan *powder* XRD untuk mengetahui karakteristik produk sintesis dan SEM-EDS untuk mengetahui morfologi dari senyawa kompleks dari produk hasil sintesis.

3. Analisis Data

Dilakukan untuk membandingkan data hasil karakterisasi produk senyawa kompleks dengan variasi waktu sintesis 15, 30, dan 45 menit.

3.6 Prosedur Penelitian

3.6.1 Sintesis Kompleks Gd-BTC dengan Metode Sonokimia dengan Variasi Waktu 15, 30, dan 45 Menit

Dalam proses sintesis, $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,2265 g, 0,5 mmol) dilarutkan dalam campuran DMF dan aquades (3:1 v/v) (20 mL). H_3BTC (0,2101 g, 1 mmol) ditambahkan dan campuran diaduk sampai homogen. Masukkan sampel ke dalam gelas beaker 100 mL. Kemudian sampel dilakukan iradiasi ultrasonik dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit. Setelah itu produk disaring untuk memisahkan endapan dari filtratnya. Endapan yang diperoleh dicuci dengan DMF dan etanol. Kemudian endapan di oven pada suhu 79°C selama 1 jam. Produk kemudian didinginkan pada suhu kamar. Setelah itu produk ditimbang untuk mengetahui massa produk yang diperoleh.

3.6.2 Karakterisasi dan Analisis Data Kompleks Gd-BTC Menggunakan *Powder* XRD

Karakterisasi hasil sintesis dengan *powder* XRD dilakukan untuk mengetahui jenis struktur pada target sampel, tingkat kristalinitas dan kemurnian fasa produk. Hasil karakterisasi *powder* XRD nantinya digunakan juga untuk mengetahui perbedaan kristalinitas dari kompleks yang diperoleh sebagai akibat dari variasi waktu sintesis yang berbeda. Cuplikan sampel dari kompleks Gd-BTC 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 $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5496 \text{ \AA}$) yang diukur pada rentang $2\theta = 5-60^\circ$.

Data berupa difraktogram dan dibandingkan dengan data standar yang telah dilaporkan oleh Xie *et. al.* (2011). Puncak yang terbentuk diasumsikan dengan puncak tajam difraktogram sebagai area kristal sedangkan puncak yang lebar diasumsikan sebagai amorf. Hasil tersebut akan menunjukkan kristalinitas senyawa yang disintesis dengan menggunakan persamaan 3.1 sebagai berikut:

$$\text{Kristalinitas (\%)} = \frac{\text{Fraksi luas kristalin}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\% \dots \dots \dots (3.1)$$

Ukuran kristal dari sampel Gd-BTC akan dihitung dari difraktogram dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditunjukkan pada persamaan 3.2.

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

Keterangan pada persamaan 3.2 yaitu D merupakan ukuran kristal, k adalah nilai konstanta bentuk partikel (0,9), λ adalah panjang gelombang radiasi sinar Cu $K\alpha$ ($\lambda = 1,5496 \text{ \AA}$), B adalah lebar setengah puncak (FWHM, radian), dan θ adalah sudut *Bragg*.

3.6.3 Karakterisasi dan Analisis Data Kompleks Gd-BTC Menggunakan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel, ukuran partikel, dan mengetahui unsur penyusun dari senyawa Gd-BTC dengan menggunakan berkas elektron berenergi tinggi. Karakterisasi SEM-EDS memerlukan permukaan yang konduktif, sehingga sebelum dikarakterisasi lapisan sampel tersebut dilapisi dengan platina sehingga permukaan sampel menjadi bersifat konduktif. Hasil karakterisasi SEM-EDS dipindai dengan perbesaran 500x; 5.000x; 10.000x; dan 20.000x untuk kompleks Gd-BTC dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit.

Pertama yang harus dilakukan sebelum dilakukan karakterisasi SEM-EDS adalah mengambil beberapa sampel, lalu diletakkan pada plat SEM-EDS. Kemudian sampel tersebut di coating selama 120 detik menggunakan mesin coater dengan arus listrik 3 mA. Setelah itu sampel tersebut dimasukkan ke dalam mesin SEM-EDS untuk dikarakterisasi. Pengujian SEM-EDS dilakukan terhadap permukaan specimen. Resolusi yang ditampilkan lebih tinggi dibandingkan mikroskop optic yaitu 15-30.000 kali serta kedalaman penembusan mempunyai ukuran yang tidak terlalu besar.

Hasil karakterisasi SEM yang sudah diperoleh diolah menggunakan software image-J untuk dihitung distribusi ukuran partikel serta untuk mengetahui nilai *R-square* (COD) pada permukaan kompleks Gd-BTC yang dipindai. Hasil karakterisasi EDS yang diperoleh dibandingkan dengan hasil perhitungan teoritis dengan rumus:

$$\text{Kadar Unsur Teoritis : } \frac{\text{Jumlah unsur dalam senyawa} \times \text{ar unsur}}{\text{Mr senyawa}} \times 100 \dots \dots \dots (3.3)$$

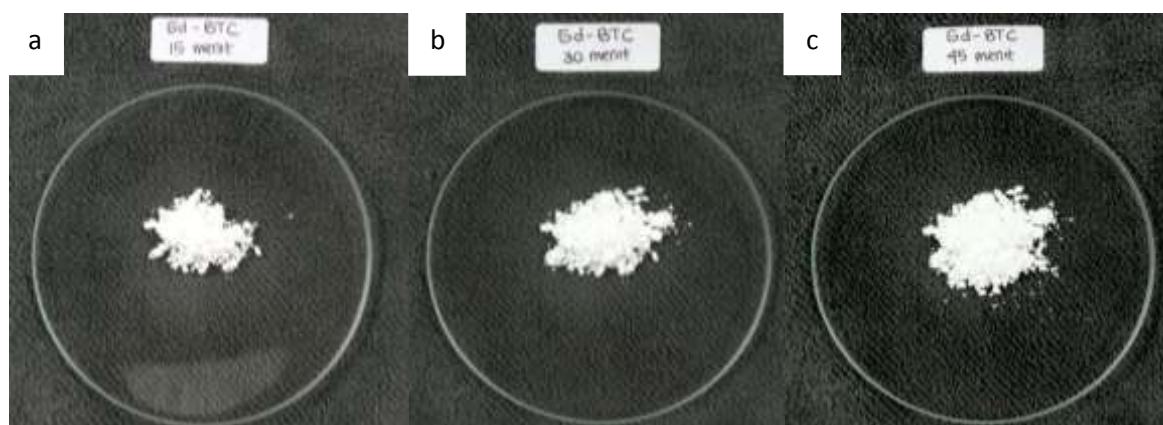
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis senyawa kompleks Gd-BTC dilakukan dengan mereaksikan logam $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan ligan H_3BTC dalam campuran pelarut DMF dan akuades. Sintesis dilakukan menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit. Proses sintesis sonokimia kompleks Gd-BTC menggunakan variasi waktu sonikasi dengan pelarut N'N dimetilformamida (DMF) dan akuades mampu melarutkan logam $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan ligan H_3BTC dengan sempurna. Kemudian dilakukan proses sonikasi menggunakan sonikator *probe* Q125 dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit. Setelah proses sonikasi, dihasilkan produk berupa endapan yang kemudian dilakukan filtrasi dan dicuci menggunakan DMF dan etanol. Proses pengeringan produk dilakukan dengan cara dioven selama 1 jam menggunakan suhu 79°C . Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction Powder (Powder XRD)* untuk mengetahui struktur material kompleks dan *Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS)* untuk mengetahui morfologi kompleks dan komposisi unsur dalam sampel.

4.1 Hasil Sintesis Sonokimia Kompleks Gd-BTC

Produk hasil sintesis sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit berupa serbuk berwarna putih seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 dan massa padatan yang diperoleh disajikan dalam Tabel 4.1.



Gambar 4.1 (a) Produk hasil sintesis Gd-BTC 15 menit; (b) Produk hasil sintesis Gd-BTC 30 menit; (c) Produk hasil sintesis Gd-BTC 45 menit

Tabel 4.1 Massa padatan Gd-BTC hasil sintesis

Waktu Sintesis	Massa $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Massa H_3BTC	Wujud produk	Massa produk
15 menit	0,2265 g	0,2101 g	Serbuk putih	0,0388 g
				0,0466 g
				0,0494 g
				0,0518 g
				0,057 g
Rata-rata massa produk				0,0487 g
30 menit	0,2265 g	0,2101 g	Serbuk putih	0,074 g
				0,0791 g
				0,0803 g
				0,0823 g
				0,092 g
Rata-rata massa produk				0,0815 g
45 menit	0,2265 g	0,2101 g	Serbuk putih	0,1036 g
				0,1242 g
				0,1342 g
				0,1359 g
				0,1457 g
Rata-rata massa produk				0,1287 g

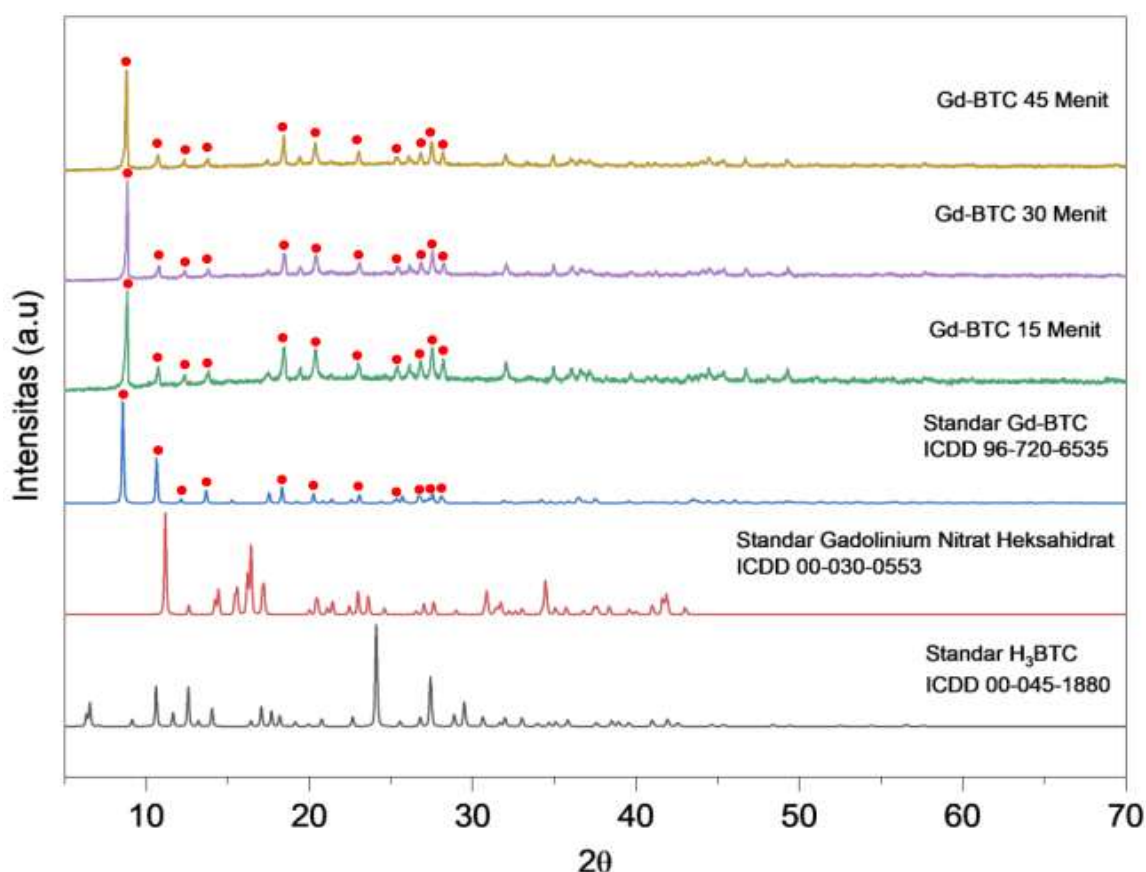
Tabel 4.1 diatas menjelaskan bahwa dengan adanya variasi waktu yang digunakan, massa produk yang dihasilkan akan berbeda. Massa produk yang dihasilkan semakin banyak seiring dengan semakin lamanya waktu sintesis. Menurut Hielscher (2005), hal ini terjadi karena adanya fenomena kavitasi akustik yang terjadi ketika gelombang ultrasonik masuk ke dalam cairan. Kavitasi akustik adalah pembentukan, pertumbuhan, dan keruntuhan gelembung dalam cairan. Keruntuhan gelembung ini menghasilkan suhu dan tekanan yang sangat tinggi serta aliran jet cair yang sangat cepat. Kondisi inilah yang dapat meningkatkan laju reaksi dan meningkatkan laju difusi sehingga produk yang terbentuk semakin banyak, dan memecah molekul atau partikel menjadi ukuran yang lebih kecil. Qiu *et. al.* (2008) telah mensintesis kompleks Zn-BTC menggunakan metode sonokimia dengan waktu reaksi yang berbeda yaitu 5, 10, 30, dan 90 menit. Dari hasil penelitian tersebut diperoleh hasil kompleks Zn-BTC meningkat secara bertahap dari 75,3% hingga 85,3% dengan meningkatnya waktu reaksi dari 5 hingga 90 menit.

4.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks Gd-BTC menggunakan *Powder XRD*

Karakterisasi menggunakan *powder XRD* bertujuan untuk menganalisis perbedaan karakter struktur dan tingkat kristalinitas akibat digunakannya variasi waktu sintesis yang berbeda. Pola difraksi sinar-x senyawa hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.2 yang sudah dibandingkan dengan pola difraksi dari data standar Gadolinium Nitrat Heksahidrat (ICDD 00-030-0553), H_3BTC (ICDD 00-045-1880), dan kompleks Gd-BTC (ICDD 96-720-6535) yang telah dilaporkan oleh Xie *et. al.* (2011).

Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi sinar-X berbeda antara produk hasil sintesis semua variasi dengan standar Gadolinium Nitrat Heksahidrat dan standar H_3BTC . Hal ini menunjukkan telah terbentuk senyawa baru pada produk sintesis yang ditandai dengan tidak

terdapat kemiripan puncak khas antara standar reaktan dan standar kompleks. Puncak ketiga senyawa hasil sintesis juga memiliki kecocokan dengan standar senyawa Gd-BTC yang telah dilaporkan oleh Xie *et. al.* (2011). Pada penelitian tersebut didapatkan puncak khas pada sudut $8,56^\circ$; $10,63^\circ$; $12,12^\circ$; $13,66^\circ$; $18,30^\circ$; $20,24^\circ$; $22,55^\circ$; $25,35^\circ$; $26,80^\circ$; $27,53^\circ$; dan $28,18^\circ$. Puncak khas tersebut dibandingkan dengan pola difraksi sinar-X pada penelitian ini dan didapatkan kemiripan puncak khas di daerah $8,85^\circ$; $10,74^\circ$; $12,37^\circ$; $13,83^\circ$; $18,44^\circ$; $20,34^\circ$; $22,99^\circ$; $25,41^\circ$; $26,80^\circ$; $27,53^\circ$; dan $28,21^\circ$ pada waktu 15 menit, $8,85^\circ$; $10,79^\circ$; $12,39^\circ$; $13,79^\circ$; $18,47^\circ$; $20,38^\circ$; $22,05^\circ$; $25,37^\circ$; $26,80^\circ$; $27,50^\circ$; dan $28,20^\circ$ pada waktu 30 menit, dan $8,80^\circ$; $10,73^\circ$; $12,33^\circ$; $13,77^\circ$; $18,41^\circ$; $20,34^\circ$; $23,03^\circ$; $25,33^\circ$; $26,80^\circ$; $27,48^\circ$; dan $28,19^\circ$ pada waktu 45 menit. Kesesuaian tersebut mengindikasikan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan fasa Gd-BTC tanpa adanya puncak lain yang terdeteksi berdasarkan standar. Pola-pola yang hampir identik, membuktikan kemurnian fasa sampel (Almasi *et. al.*, 2017)



Gambar 4.2 Pola difraktogram hasil sintesis dengan variasi waktu yang sudah dibandingkan dengan pola difraksi dari data standar Gadolinium Nitrat Heksahidrat (ICDD 00-030-0553), H₃BTC (ICDD 00-045-1880), dan kompleks Gd-BTC (ICDD 96-720-6535) yang dilaporkan oleh Xie *et. al.* (2011).

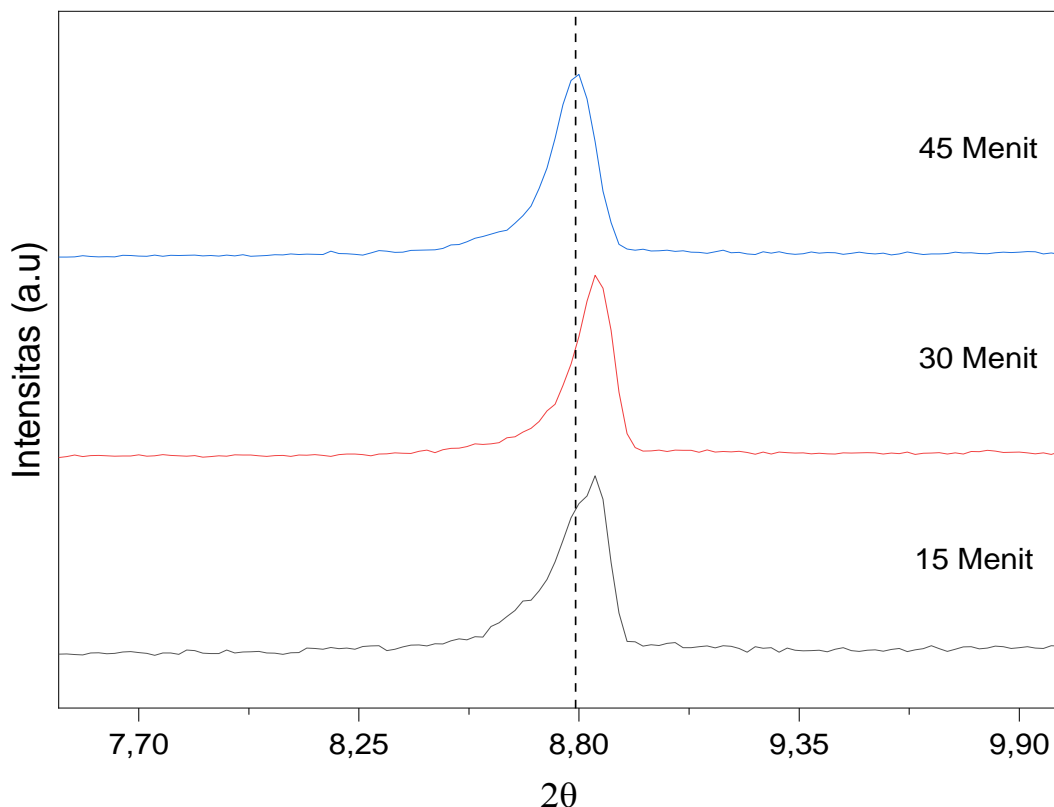
Pola difraktogram dengan variasi waktu sintesis menunjukkan bahwa masing-masing produk terbentuk kristal yang dibuktikan dengan munculnya puncak tajam dan memiliki derajat kristalinitas yang berbeda, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2. Proses

refinement menggunakan data standar dari kompleks hasil sintesis yang dilakukan oleh Xie et. al. (2011) dengan kode ICDD 96-720-6535 yakni Gd-BTC dengan rumus empiris $Gd_1C_9H_{15}O_{12}$ dan rumus formula $[Gd(btc)(H_2O)] \cdot (H_2O)_5$. Data kristalografi standar yang berasal dari Xie et. al. (2011) memiliki sistem kristal tetragonal dengan space group $P4_122$ dan parameter kisi a dan b = 10,4710; c = 14,645.

Tabel 4.2 Data kristalinitas produk sintesis yang dihitung dari 11 puncak khas pada pola difraktogram

Waktu Sintesis	Derajat Kristalinitas
15 Menit	82,75%
30 Menit	78,56%
45 Menit	74,92%

Tabel 4.2 menunjukkan hasil perhitungan derajat kristalinitas berdasarkan 11 puncak khas pada pola difraktogram yang terlampir pada L.3.4. Berdasarkan data dari Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa semakin lama waktu sintesis, derajat kristalinitasnya semakin kecil. Hal ini dapat terjadi karena dalam proses sonikasi, jika melewati waktu optimal dapat menyebabkan degradasi (penurunan kualitas, kestabilan, atau fungsi) struktur kristal Gd-BTC akibat gelombang ultrasonik yang menghasilkan efek kavitas akustik. Hal ini dapat menurunkan derajat kristalinitas Gd-BTC. Kristalinitas menggambarkan tingkat keberaturan struktural dalam suatu padatan, sehingga kristalinitas yang tinggi menunjukkan susunan atom yang semakin teratur.



Gambar 4.3 Perbesaran pola difraktogram hasil sintesis dengan variasi waktu

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa terjadi pergeseran puncak difraksi. Puncak difraksi kompleks Gd-BTC dengan waktu sintesis 15 dan 30 menit pada posisi 2θ 8,8463 dan 8,8460 mengalami pergeseran ke kanan atau ke posisi 2θ lebih besar. Hasil sintesis Luo *et. al.* (2018) untuk kompleks Cu-BTC 15 menit mengalami pergeseran ke kanan atau ke posisi 2θ lebih besar dari pada kompleks Cu-BTC 30 menit. Pergeseran puncak pada difraktogram berkaitan dengan perubahan ukuran kristal akibat variasi waktu sintesis. Puncak yang mengalami pergeseran pada posisi 2θ lebih besar menunjukkan bahwa ukuran kristal tersebut akan semakin kecil (Prasetya *et. al.*, 2020). Kondisi ini dapat dijelaskan dengan persamaan Debye Scherrer. Persamaan ini menyatakan bahwa ukuran kristal berbanding terbalik dengan nilai FWHM (full width at half maximum) dari puncak difraksi. FWHM adalah lebar puncak difraksi sinar-x yang diukur pada setengah ketinggian maksimum puncak. Nilai FWHM sendiri dipengaruhi oleh besar sudut dari masing-masing kristal, dimana semakin besar sudut maka nilai FWHM semakin kecil. Jadi, jika puncak difraksi bergeser ke arah sudut yang lebih besar, maka ukuran kristal menjadi lebih kecil, dan sebaliknya. Hal tersebut juga dibuktikan dengan hasil perhitungan ukuran kristal dari produk hasil sintesis sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit pada Lampiran L.3.5 menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* dan ditampilkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Ukuran kristal hasil sintesis sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit

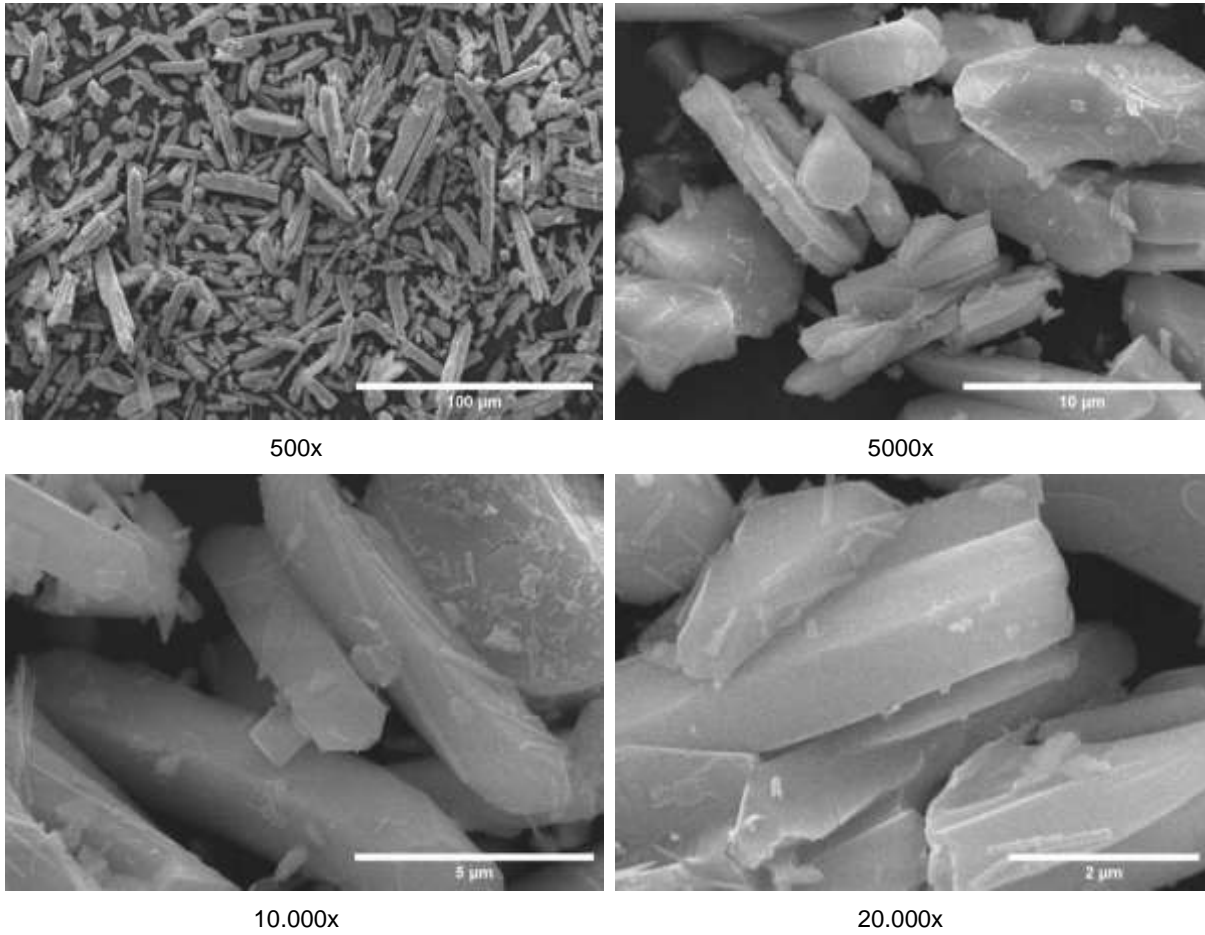
Waktu sintesis	Ukuran Kristal
15 Menit	51,51 nm
30 Menit	69,54 nm
45 Menit	77,26 nm

Tabel 4.3 menunjukkan bahwa semakin lama waktu sonikasi, ukuran kristal Gd-BTC semakin besar. Pada penelitian Widiyana (2011) yang melakukan sintesis seng oksida dengan metode sonikasi. Waktu sonikasi yang semakin lama, menghasilkan ukuran kristal yang semakin besar. Hal ini diakibatkan karena semakin lama waktu sonikasi kompleks yang terbentuk semakin banyak sehingga distribusi kristalnya cepat dan terbentuk kristal yang besar. Berdasarkan ukuran kristal kompleks hasil sintesis sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit, kompleks tersebut dapat dikatakan sebagai nanopartikel karena ukuran kristalnya masuk dalam range ukuran nanopartikel yaitu 10 - 100 nm (Banfield and Zhang, 2001; Biswas and Wu, 2005).

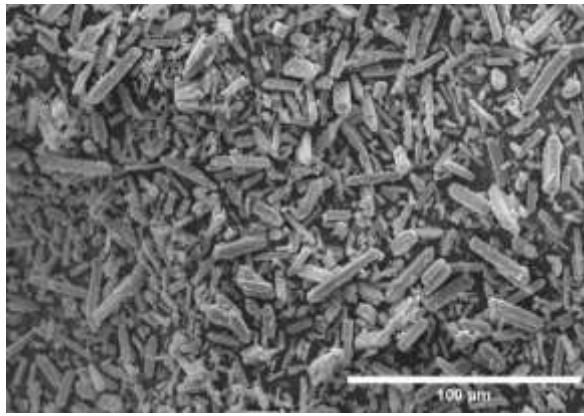
4.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks Gd-BTC menggunakan SEM-EDS

Kompleks Gd-BTC hasil sintesis sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS. Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dari senyawa Gd-BTC hasil sintesis dengan variasi waktu sintesis yaitu 15, 30, dan 45 menit. Sedangkan karakterisasi menggunakan EDS bertujuan untuk mengetahui persentase unsur-unsur penyusunnya. Perbesaran yang digunakan pada

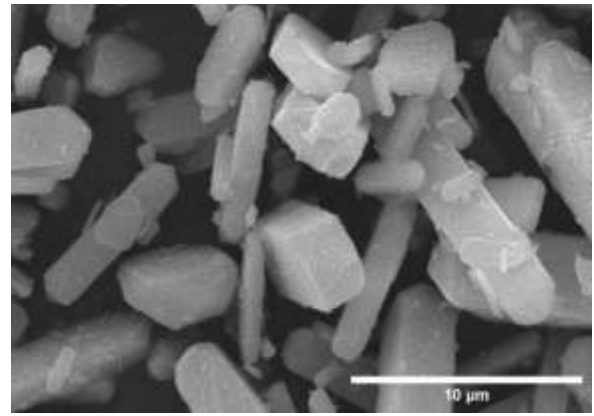
penelitian ini adalah 500x, 5.000x; 10.000x; dan 20.000x untuk kompleks Gd-BTC. Perbesaran yang digunakan jika semakin besar maka luas permukaan yang dipindai akan semakin kecil. Penggunaan variasi waktu yang berbeda menunjukkan adanya pengaruh yang signifikan terhadap morfologi kompleks Gd-BTC yang dihasilkan sesuai dengan Gambar 4.4; 4.5; dan 4.6.



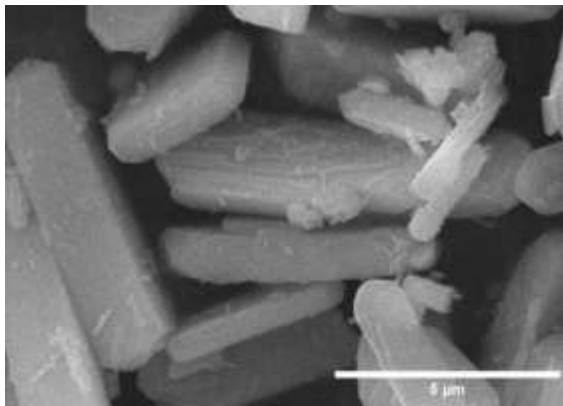
Gambar 4.4 Mikrograf SEM Kompleks Gd-BTC 15 menit



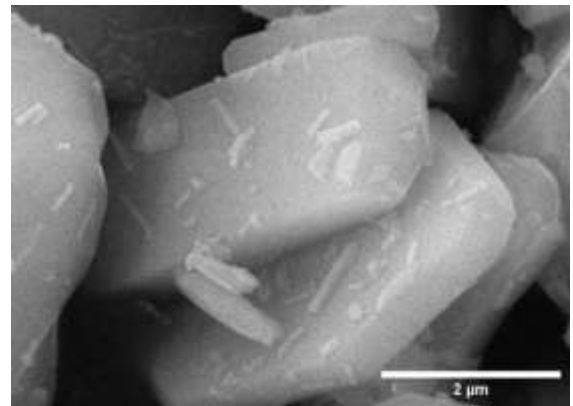
500x



5000x

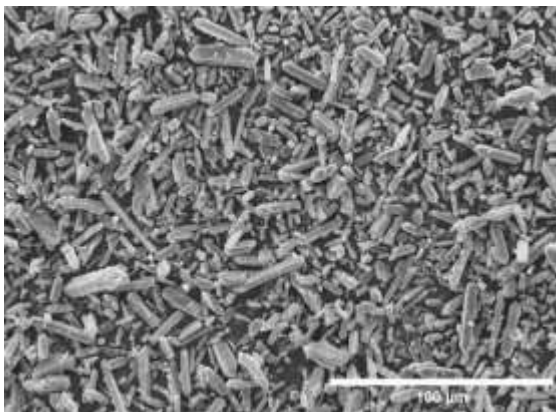


10.000x

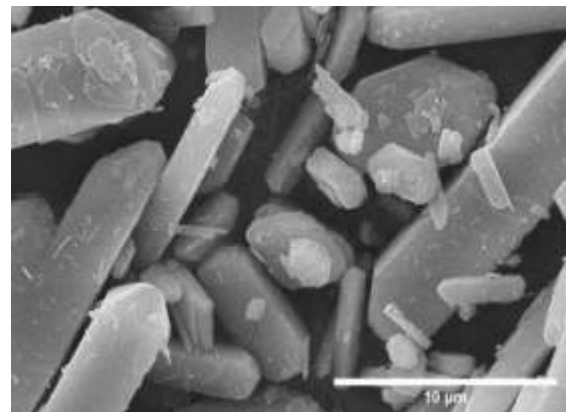


20.000x

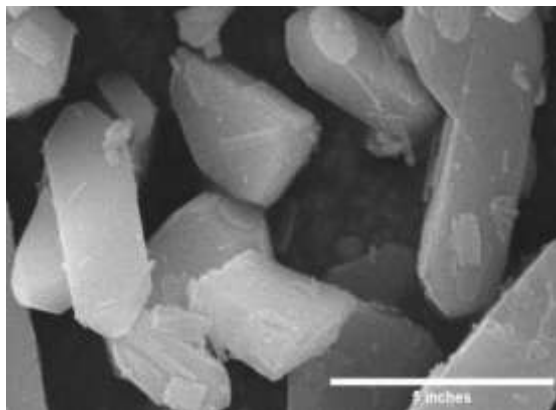
Gambar 4.5 Mikrograf SEM Kompleks Gd-BTC 30 menit



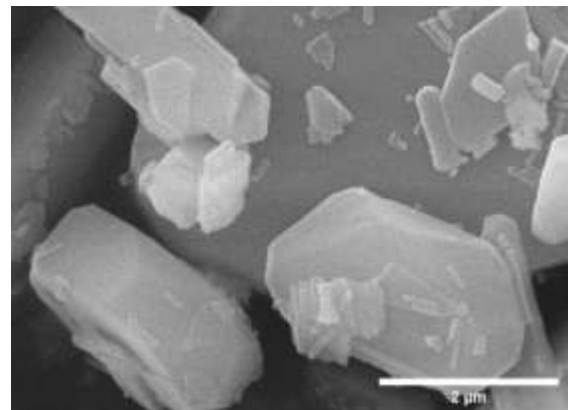
500x



5000x



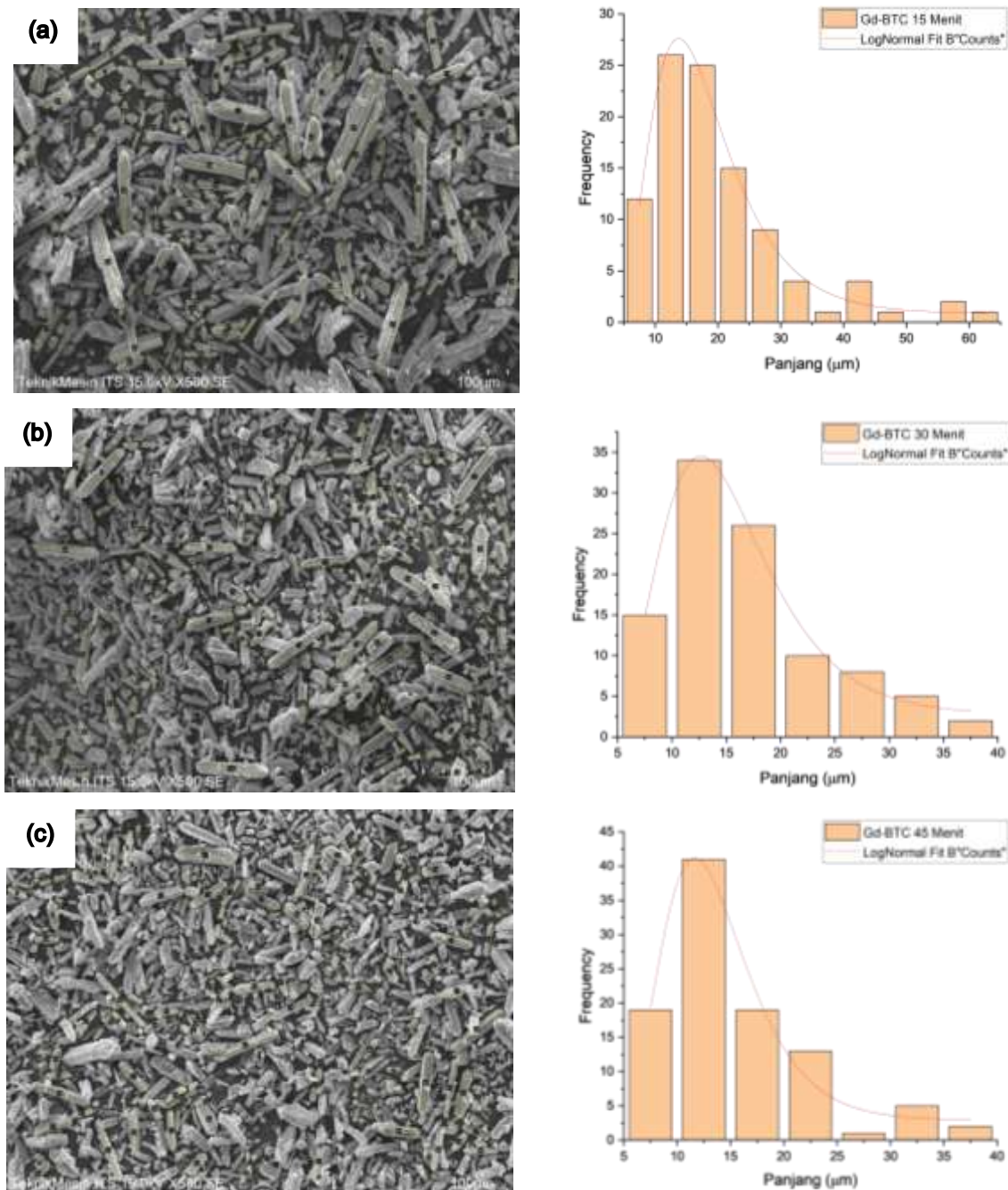
10.000x



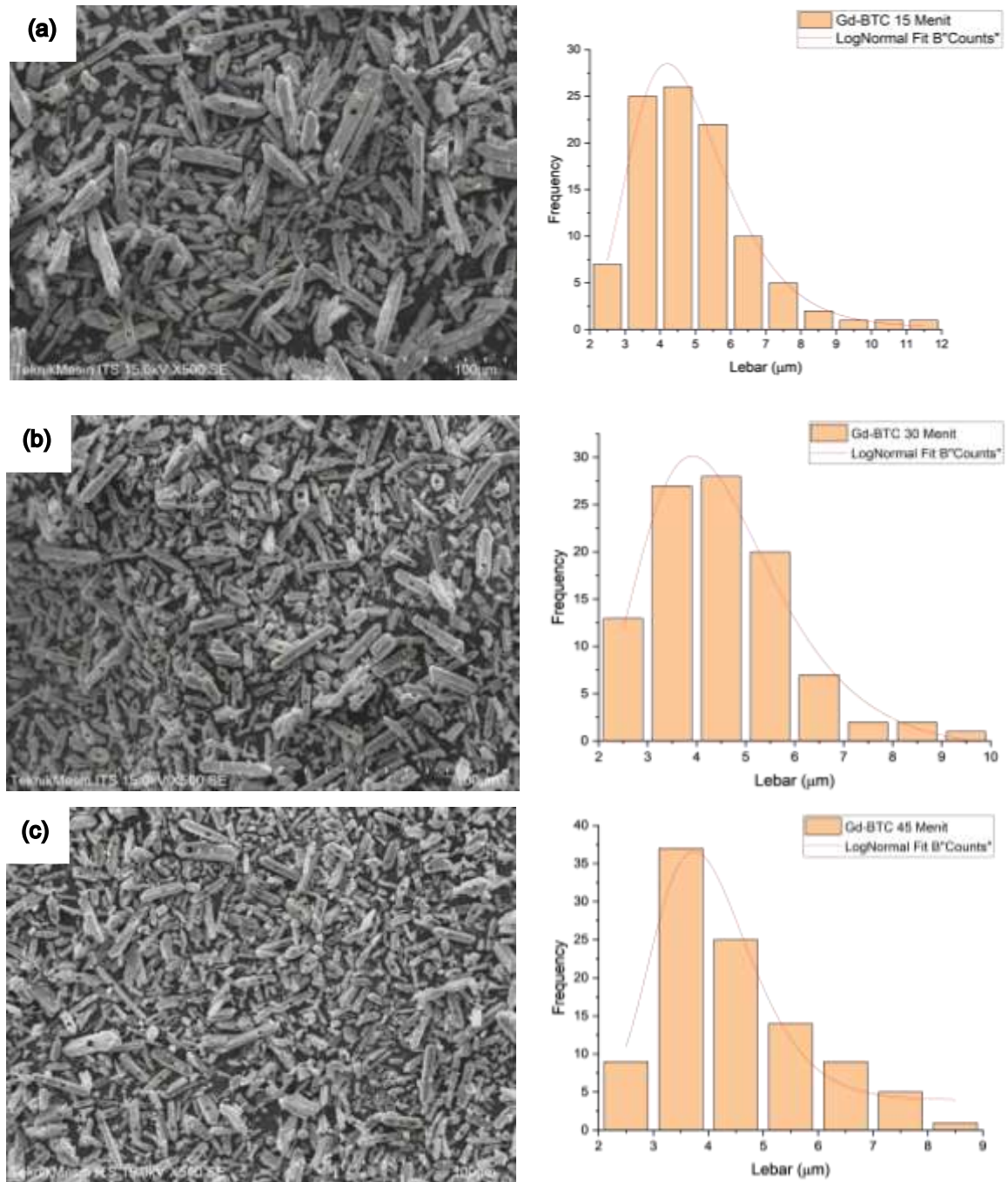
20.000x

Gambar 4.6 Mikrograf SEM Kompleks Gd-BTC 45 menit

Gambar 4.4; 4.5; dan 4.6 menunjukkan hasil mikrograf SEM yang menjelaskan bahwa kompleks Gd-BTC dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit menunjukkan morfologi rectangular plate-like (piring persegi panjang) dengan ukuran partikel yang bervariasi. Jin *et. al.* (2012) dalam penelitiannya diperoleh morfologi Gd-BTC berupa straw–sheaf-like (berkas jerami). Perbedaan morfologi partikel dari penelitian ini dengan Jin *et. al.* (2012) dikarenakan daya ultrasonik yang digunakan berbeda. Data hasil karakterisasi SEM yang diperoleh, kemudian diolah dengan *software ImageJ* untuk mendapatkan data distribusi ukuran panjang dan lebar partikel dari masing-masing kompleks. Output data menggunakan *software ImageJ* yang sudah diolah ditunjukkan pada Gambar 4.7 dan 4.8.



Gambar 4.7 Mikrograf SEM dengan distribusi ukuran panjang partikel Gd-BTC dengan perbesaran 500x, (a) 15 menit, (b) 30 menit, (c) 45 menit



Gambar 4.8 Mikrograf SEM dengan distribusi ukuran lebar partikel Gd-BTC dengan perbesaran 500x, (a) 15 menit, (b) 30 menit, (c) 45 menit

Tabel 4.4 Hasil analisis distribusi ukuran panjang dan diameter partikel Gd-BTC pada perbesaran 500x

Waktu Sintesis	Panjang Partikel	R-Square (COD)	Lebar Partikel	R-Square (COD)
15 Menit	16,72268 μm	0,9853	4,63314 μm	0,98849
30 Menit	14,55516 μm	0,98382	4,38122 μm	0,97973
45 Menit	13,03529 μm	0,96507	3,94555 μm	0,96021

Hasil pengolahan menggunakan *software ImageJ* pada Lampiran 4 dan ditampilkan pada Tabel 4.4 menunjukkan hasil analisis distribusi ukuran panjang dan lebar partikel Gd-

BTC dengan variasi waktu sintesis 15, 30, dan 45 menit. Kompleks Gd-BTC yang diuji yaitu pada perbesaran 500x. Nilai *R-square* (COD) yang dihasilkan harus mendekati satu, semakin mendekati satu maka menunjukkan bahwa proses pemindaian partikel untuk menghitung ukuran partikel adalah lebih akurat. Berdasarkan analisis data SEM, disimpulkan bahwa semakin lama waktu sintesis maka ukuran partikel (baik lebar maupun panjang) kompleks Gd-BTC semakin kecil. Ukuran partikel hasil sintesis dapat dipengaruhi oleh waktu sonikasi. Kandjani (2007) menyatakan bahwa efek gelombang ultrasonik dapat memecahkan suatu partikel yang berukuran besar menjadi berukuran kecil.

Kompleks Gd-BTC yang dapat dijadikan sebagai kandidat agen pengontras atau luminescent harus berupa nanopartikel dengan range ukuran partikel 1-1000 nm. Menurut Brunckova et. al. (2021) range ukuran kompleks Gd-BTC yang dapat diaplikasikan sebagai luminescent adalah 50-300 nm. Sedangkan untuk aplikasi agen pengontras dalam MRI, Rocca and Lin (2010) melakukan sintesis Gd-BTC dan memperoleh morfologi pelat tipis (tebal 60 nm) dengan panjang dan lebar bervariasi dari 400-1000 nm. Oleh karena itu, kompleks Gd-BTC hasil sintesis sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit pada penelitian ini belum bisa dijadikan sebagai kandidat agen pengontras atau luminescent. Secara umum, ukuran partikel Gd-BTC yang lebih kecil memiliki luas permukaan yang besar, efisiensi relaksasi yang lebih tinggi, dan waktu pelepasan yang lebih cepat, sehingga dapat digunakan sebagai kandidat agen pengontras dalam MRI atau luminescent. Namun, ukuran partikel Gd-BTC juga harus mempertimbangkan faktor-faktor lain seperti stabilitas, toksisitas, dan momen magnet.

Tabel 4.5 Persentase unsur senyawa kompleks Gd-BTC hasil EDS

Senyawa Kompleks Gd-BTC Variasi Waktu	Kadar C (%)	Kadar O (%)	Kadar Gd (%)	Rasio (Gd, C, O)
15 menit	27,34	55,03	17,64	1 : 1,55 : 3,12
30 menit	39,37	48,01	12,62	1 : 3,12 : 3,8
45 menit	41,25	48,24	10,51	1 : 3,9 : 4,6

Data EDS pada Tabel 4.5 menunjukkan bahwa kompleks Gd-BTC terdiri dari unsur Gd, C, dan O. Semua unsur tersebut merupakan kandungan dari *Gadolinium Nitrate Hexahydrate* dan H_3BTC . Rasio unsur kompleks Gd-BTC hasil perhitungan pada Lampiran L.4.4 dibandingkan dengan rasio unsur kompleks Gd-BTC dari Xie et. al. (2011). Penelitian Xie et. al. (2011) menunjukkan rasio unsur Gd:C:O berturut-turut adalah 1:9:12. Rasio unsur pada kompleks Gd-BTC yang teridentifikasi pada saat karakterisasi menggunakan EDS berbeda dengan rasio unsur pada penelitian Xie et. al. (2011). Perbedaan tersebut diduga disebabkan oleh dua hal. Pertama, terdapat perbedaan hasil antara data penelitian ini dengan data penelitian Xie et. al. (2011) yaitu pada 2 θ 19,46 (15 menit), 19,42 (30 menit), dan 19,42 (45 menit) yang mana pada penelitian Xie et. al. (2011) tidak terdapat puncak tersebut. Kedua, disebabkan oleh karakterisasi EDS yang memiliki keterbatasan dalam

menganalisis permukaan yang tidak menyeluruh, sehingga rasio yang didapatkan pada saat pengukuran hanya pada satu posisi saja.

4.4 Sintesis Kompleks Gd-BTC dalam Perspektif Islam

Dalam penelitian ini diperoleh kompleks Gd-BTC yang berbeda ketika dilakukan variasi waktu sintesis yaitu 15, 30, dan 45 menit. Kompleks Gd-BTC dengan tiga variasi sintesis tersebut sesuai hasil karakterisasi *powder* XRD dan SEM-EDS yang terindikasi membentuk kompleks dengan bentuk dan morfologi kristal yang sama namun dengan derajat kristalinitas dan ukuran kristal yang berbeda. Hal tersebut menunjukkan bagaimana kebesaran Allah Swt. sudah ditunjukkan dengan ciptaan-Nya yang begitu memberi kebermanfaatannya dengan adanya niat untuk mempelajari dan mengeksplorasi dari makhluk terutama manusia sebagai ciptaan Allah Swt. yang berakal. Ilmu Allah yang harus dieksplor lebih banyak dan lebih mendalam lagi adalah mengenai sintesis kompleks yang berasal dari unsur tanah jarang karena kompleks tersebut memiliki indikasi untuk mendapatkan produk sebagai kandidat material fungsional yang akan bermanfaat secara berkala. Hal ini menggambarkan bahwa segala sesuatu seperti logam tanah jarang dapat dimanfaatkan, karena Allah Swt. menciptakan sesuatu yang ada di langit dan bumi tidaklah sia-sia. Seperti yang ditunjukkan dalam firman Allah Swt. dalam surah Ad-Dukhan 38-39 yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَاعِبِينَ ۝ ٣٨ مَا خَلَقْنَاهُمَا إِلَّا بِالْحَقِّ وَلَكِنَّ أَكْثَرَهُمْ لَا يَعْلَمُونَ ۝ ٣٩

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

Tafsir Al-Maraghi memberikan penjelasan bahwa tidak ada segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah Swt. itu sia-sia, bahkan semua ciptaan-Nya adalah haq yang memiliki hikmah-hikmah yang bermanfaat. Sebagai contoh, logam gadolinium yang merupakan salah satu logam tanah jarang, diciptakan oleh Allah Swt. dengan sifat magnetik paling tinggi diantara logam lainnya. Namun, Allah Swt. juga menciptakan logam ini bersifat toksik. Allah Swt. adalah sebaik-baik pencipta, yang mampu mengubah sesuatu yang rendah menjadi sesuatu yang mulia, dan yang mampu menghilangkan sifat buruk dari sesuatu dan menggantinya dengan sifat baik. Sintesis gadolinium adalah salah satu contoh dari usaha manusia untuk meniru karya Allah Swt. dengan mengubah unsur yang beracun menjadi unsur yang bermanfaat, dengan menggunakan ilmu dan teknologi yang diberikan oleh Allah Swt. Hal ini merupakan bukti bahwa penciptaan Allah Swt. tidak ada yang sia-sia dan memiliki hikmah-hikmah yang bermanfaat. Gadolinium diciptakan dengan sifat magnet yang tinggi dan sangat toksik agar kita dapat berfikir dan mengkaji cara untuk mengoptimalkan manfaatnya dengan melakukan penelitian ilmiah.

Tafsir Ibnu Katsir menjelaskan bahwa Allah Swt. menceritakan berbagai nikmat yang diberikan kepada hamba-Nya. Seluruh nikmat ini merupakan bukti kekuasaan Allah Swt. bagi kaum yang memikirkan, mengkaji, dan melakukan penelitian ilmiah terhadap ayat-ayat Allah Swt. Itulah bentuk bagaimana manusia dapat mengoptimalkan daya fikir yang telah diberikan oleh Allah Swt. (Mahran, 2006). Allah Swt. firman pada surat Al-Ankabut ayat 20 yang berbunyi:

قُلْ سِيرُوا فِي الْأَرْضِ فَانظُرُوا كَيْفَ بَدَأَ الْخَلْقَ ثُمَّ اللَّهُ يُنشِئُ النَّشْأَةَ الْآخِرَةَ ۗ إِنَّ اللَّهَ عَلَىٰ كُلِّ شَيْءٍ قَدِيرٌ ۚ ٢٠

Artinya: "Katakanlah: "Berjalanlah di (muka) bumi, maka perhatikanlah bagaimana Allah menciptakan (manusia) dari permulaannya, kemudian Allah menjadikannya sekali lagi. Sesungguhnya Allah Maha Kuasa atas segala sesuatu."

Ayat ini menyatakan bahwa Allah Swt. adalah pencipta segala sesuatu, dan bahwa Allah Swt. mampu menghidupkan kembali makhluk-Nya pada hari kiamat. Ayat ini mengajak manusia untuk berjalan di muka bumi dan melihat bagaimana Allah Swt. menciptakan makhluk-makhluk-Nya. Ayat ini menunjukkan bahwa Allah Swt. menghendaki manusia untuk menggunakan akal dan pikiran mereka untuk mengenal penciptaan-Nya dan mengagumi kebesaran-Nya. Ayat ini juga mengajak manusia untuk tidak berpangku tangan, tetapi berusaha untuk meneliti, mengkaji, dan menemukan rahasia keajaiban serta keindahan alam semesta yang diciptakan oleh Allah Swt. disertai dengan iman dan takwa kepada-Nya.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan, diperoleh kesimpulan bahwa :

1. Kompleks Gd-BTC telah berhasil disintesis menggunakan metode sonokimia dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit. Hasil sintesis menunjukkan bahwa massa produk meningkat sebanding dengan waktu sintesis, yaitu 0,0487 g, 0,0815 g, dan 0,1287 g untuk masing-masing variasi waktu.
2. Hasil karakterisasi *powder* XRD menunjukkan bahwa kompleks Gd-BTC dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit teridentifikasi memiliki sistem kristal tetragonal dengan *space group* $P4_122$. Derajat kristalinitas dari kompleks Gd-BTC yang diperoleh menurun seiring bertambahnya waktu sintesis. Sedangkan ukuran kristal kompleks Gd-BTC meningkat sebanding dengan waktu sintesis.
3. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa kompleks Gd-BTC dengan variasi waktu 15, 30, dan 45 menit memiliki morfologi rectangular plate-like dengan ukuran partikel yang bervariasi. Ukuran partikel baik panjang maupun lebar berkurang seiring dengan peningkatan waktu sintesis. Hasil karakterisasi menggunakan EDS menunjukkan rasio unsur pada kompleks Gd-BTC yang teridentifikasi berbeda dengan rasio unsur pada standar kompleks yang telah dilaporkan oleh Xie et. al. (2011).

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan EDS mapping untuk mendapatkan rasio unsur yang akurat karena EDS mapping dapat menyebabkan penembakan sinar-X pada masing-masing unsur secara spasial.
2. Untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih kecil perlu menaikkan daya ultrasonik atau menambahkan surfaktan PVP (polyvinylpyrrolidone) pada penelitian ini agar produk yang diperoleh memiliki ukuran optimal sebagai kandidat agen pengontras pada MRI dan luminescent.
3. Perlu dilakukan pengujian lebih lanjut untuk mempertimbangkan faktor-faktor lain seperti stabilitas, toksisitas, dan momen magnet..

DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, Shabbar., Khizar Hayat., Eric Karangwa., Mohanad Bashari., dan Xiaoming Zhang. 2013. An Overview of Ultrasound-Assisted Food-Grade Nanoemulsions. *Food Engineering Reviews*, 5(3): 139-57.
- Ahmed, N. S., Alfooty, K. O., Khalifah, S. S. 2014. An Efficient Sonochemical Synthesis of Novel Schiff's Bases, Thiazolidine, and Pyrazolidine Incorporating 1,8-Naphthyridine Moiety and Their Cytotoxic Activity against HePG₂ Cell Lines. *The Scientific World Journal*.
- Almasi, M., Zelenak, V., and Zelenakova, A. 2017. Magnetic and Structural Studies into the Effect of Solvent Exchange Process in Metal-Organic Framework MOF-76(Gd). *Proceedings of the 16th Czech and Slovak Conference on Magnetism, Košice, Slovakia*, June 13–17, 2016.
- Anderson, David M., Cloke, F. Geoffrey N., Cox, P. Anthony, Edelstein, Norman, reen, Jennifer C., Pang, Tanya, Sameh, Ausama A., and Shalimoff, George. 1989. On the Stability and Bonding in Bis(q-arene)lanthanide Complexes. *JOURNAL CHEM. SOC., CHEM. COMMUN.*, 1989.
- Banfield, Jillian. F. and Zhang, Hengzhong. 2001. Nanoparticles in the Environment. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 44(1), 1–58.
- Bang, J. H dan Suslick, K. S. 2010. Applications of Ultrasound to The Synthesis of Nanostructured Materials. *Advanced Materials*. 22: 1039-1059.
- Bergstrom. 2015. *Mechanics of Solid Polymers Theory and Computational Modeling*. Elsevier Inc.
- Biswas, Pratim. and Wu, Chang-Yu. 2005. Nanoparticles and the Environment. *Journal of the Air & Waste Management Association*, 55(6), 708–746.
- Blomqvist, Lennart, Nordberg, Gunnar F., Nurchi, Valeria M., and Aaseth, Jan O. 2022. Gadolinium in Medical Imaging-Usefulness, Toxic Reactions and Possible Countermeasures- A Review. *Biomolecules*.
- Brunckova, Helena, Mudra, Erika, Rocha, Lucas, Nassar, Eduardo, Nascimento, Willian, Kolev, Hristo, Lisnichuk, Maksym, Kovalcikova, Alexandra, Molcanova Zuzana, Strečková, Magdalena, and Medvecký, Lubomir. 2021. Nanostructure and Luminescent Properties of Bimetallic Lanthanide Eu/Gd, Tb/Gd and Eu/Tb Coordination Polymers. *Inorganics* 2021, 9, 77.
- Chang, Raymond. 2004. *Kimia Dasar: Konsep-konsep Inti. Ed. ke-3*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Chen, Jian-Xin, Liu, Shi-Xiong, and Gao, En-Qing. 2004. Syntheses, structures and fluorescence of three novel 3D coordination polymers [Cd₃(TMA)₂(H-PRZ)(H₂O)₃(OH)].H₂O, Cd₂Na₂(TMA)₂(H₂O)₄ and [Cd₂Co(TMA)₂(H₂O)₄]. 2H₂O (TMA = trimesic acid, PRZ = piperazine). *Polyhedron* 23 (2004) 1877–1888..

- Cheng, Xinquan, Zhang, Anfeng, Hou, Keke, Liu, Min Liu, Wang, Yingxia, Song, Chunshan, Zhang, Guoliang, and Guo, Xinwen. 2013. Size and morphology- controlled NH₂-MIL-53(Al) prepared in DMF–water mixed solvents. *Dalton Trans.*, 2013, 42, 13698–13705
- Cornehl, Hans H., Heinemann, Christoph, Schroder, Detlef, and Schwarz, Helmut. 1995. Gas-Phase Reactivity of Lanthanide Cations with Hydrocarbons. *Organometallics* 1995, 14, 992-999.
- Cotton, F.Albert dan Wilkinson,G. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta : Penerbit Universitas Indonesia.
- Dai, Jing-Cao, Wu, Xin-Tao, Fu, Zhi-Yong, Cui, Chuan-Peng, Hu, Sheng-Min, Du, Wen-Xin, Wu, Li-Ming, Zhan Han-Hui, and Sun, Rui-Qing. 2002. Synthesis, Structure, and Fluorescence of the Novel Cadmium(II)–Trimesate Coordination Polymers with Different Coordination Architectures. *Inorganic Chemistry*, Vol. 41, No. 6, 2000.
- Duffin, Joshua Lipton, Abyazisani, Maryam, and MacLeod, Jennifer. 2018. Periodic and nonperiodic chiral self-assembled networks from 1,3,5-benzenetricarboxylic acid on Ag(111). *Chemistry Communication*, 2018, 54, 8316.
- Gunawan AH, Mutalib A, Aguswarini S dan Lubis H. 2006. Akumulasi dan clearance dari contrast agents MRI Gd-DTPA yang disimulasikan dengan ¹⁵³GdDTPA dalam hewan mencit. *Jurnal Kimia Indonesia*, 1(2), 78-81.
- Greenwood NN & Earnshaw A. 2012. *Chemistry of the Elements*. Elsevier.
- Hanif, Qonita Awliya, Nugraha, Reva Edra, dan Lestari, Witri Wahyu. 2018. Kajian Metal–Organic Frameworks (MOFs) sebagai Material Baru Pengantar Obat. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, Vol. 14(1) 2018, 16-36.
- Herbstein, F.H. 2005. *Crystalline Molecular Complexes and Compounds Volume 1*. New York: Oxford University Press Inc.
- Hermawati, Eka Sulistya, Suhartana, dan Taslimah. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi* 19 (3) (2016) : 94 – 98.
- Hielscher, Thomas. 2005. *Ultrasonic Production of Nano-Size Dispersions and Emulsions*. Paris: ENS'05.
- Horcajada, P., Serre, C., Regí, M.V., Sebban, M., Taulelle, F. and Ferey, G. 2010. Metal Organic Frameworks as Efficient Materials for Drug Delivery. *Angewandte Chemie International Edition* 45 (36), 5974-5978.
- Jin, Li-Na, Liu, Qing, Lu, Yi, and Sun, Wei-Yin. 2012. Ultrasonic-assisted solution-phase synthesis of gadolinium benzene-1,3,5-tricarboxylate hierarchical architectures and their solid-state thermal Transformation. *CrystEngComm*, 2012, 14, 3515

- Kandjani, A. Esmailzadeh, Tabriz, M. Farzalipour, and Pourabbas, B. 2007. Sonochemical Synthesis of ZnO Nanoparticles : The Effect of Temperature and Sobication Power. *Journal Marerials Research Bulletin* 43.
- Kato, Kazuhiko, Fujimoto, Shota, Inukai, Shun, Takatsu, Hiroki, Kono, Yu, and Kasai Kenji. 2020. Late-onset acute respiratory distress syndrome induced by a gadolinium-based contrast agent. *Respiratory Medicine Case Reports* 29 (2020).
- Laurikenas, Andrius, Beganskiene, Aldona, and Kareiva, Aivaras. 2018. On the Synthesis and Characterization of Lanthanide Metal-Organic Frameworks. *Ceramics*, 2018, 1, 54–64.
- Lestari, Diah, Sunarto, Wisnu, dan Susaty, Eko Budi. 2012. Preparasi Nanokomposit ZnO/TiO₂ dengan Sonokimia Serta Uji Aktivitasnya Untuk Fotodegradasi Fenol. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 1 (1) (2012).
- Liao, Liang, Ingram, Conrad W., Vandever, Don, Hardcastle, Kenneth, Solntsev, Kyril M., Sabo, Daniel, Zhang, Z. John, Weber, Ralph T. 2012. Poly-(bis((1,4-benzene dicarboxylato)-bis(2-N,N-dimethylformamide)-(nitrate)-gadolinium(III))) metal organic framework: Synthesis, magnetic and luminescence properties. *Inorganica Chimica Acta* 391 (2012) 1–9.
- Luo, Yun, Chen, Ding, Wei, Fuhua, and Liang, Zhao. 2018. Synthesis of Cu-BTC Metal-Organic Framework by Ultrasonic Wave-Assisted Ball Milling with Enhanced Congo Red Removal Property. *Chemistry Select* 2018, 3, 11435-11440.
- Mahrani, J. dan Abdul, A.H. 2006. *Al-Qur'an Bertutur Tentang Makanan dan Obat-obatan*. Yogyakarta: Mitra Pustaka.
- Maulana, irfan, dkk. 2008. Pembentukan Senyawa Kompleks dari Logam Gadolinium dengan Ligan Asam dietilentriaminpentaasetat (DTPA). *Jurnal kimia*. Universitas Padjadjaran, Bandung.
- Maron, Laurent and Eisenstein, Odile. Do f Electrons Play a Role in the Lanthanide-Ligand Bonds? A DFT Study of Ln(NR₂)₃; R) H, SiH₃. *J. Phys. Chem. A* 2000, 104, 7140-7143.
- Na, Hyon Bin, Song, In Chan, and Hyeon, Taeghwan. 2009. Inorganic Nanoparticles for MRI Contrast Agents. *Advanced Materials*, 2009, 21, 2133–2148.
- Noro, S. 2013. *Metal-Organic Frameworks in Comprehensive Inorganic Chemistry II (Second Edition)*. (eds. J. Reedijk and K. Poeppelmeier). Elsevier, Amsterdam. 55-71.
- Prasetya, Ahadi Damar, Rifai, Muhammad, Mujamilah, dan Miyamoto, Hiroyuki. 2020. X-ray Diffraction (XRD) Profile Analysis of Pure ECAP-annealing Nickel Samples. *Journal of Physics: Conference Series*, 1436 (1), 012113.
- Qiu, Ling-Guang, Li, Zong-Qun, Wu, Yun, Wang, Wei, Xu, Tao, ang Jiang, Xia. 2008. Facile synthesis of nanocrystals of a microporous metal–organic framework by an ultrasonic method and selective sensing of organoamines. *Chemistry Communication*, 2008, 3642–3644.

- Rocca, Joseph Della and Lin, Wenbin. 2010. Nanoscale Metal-Organic Frameworks: Magnetic Resonance Imaging Contrast Agents and Beyond. *European Journal of Inorganic Chemistry*, (24), 3725–3734.
- Rogosnitzky, M.; Branch, S.M. Gadolinium-based contrast agent toxicity: A review of known and proposed mechanisms. *Bio Metals* 2016, 29, 365–376.
- Smart, Lesley E., and Elaine A. Moore. 2012. *Fourth Edition Solid State Chemistry An Introduction*. New York: CRC Press.
- Sotnik, S.A., Gavrilenko, K.S., Lytvynenko, A.S., Kolotilov, S.V. 2015. “Catalytic activity of copper (II) benzenetricarboxylate (HKUST-1) in reactions of aromatic aldehydes condensation with nitromethane: Kinetic and diffusion study”. *Inorganica Chim. Acta.*, Vol. 426, hal. 119–125.
- Sucipto, Teguh Hari and Martak, Fahimah. 2016. Synthesis of Metal-Organik (Complexes) Compounds Chopper(II)-Imidazol for Antiviral HIV Candidate. *Indonesian Journal of Tropical and Infectious Disease*, Vol. 6 No. 1.
- Sun, Keke, Li, Ling, Yu, Xiao Lan, Liu, Li, Meng, Qingtao, Wng, Fei, and Zhang, Run. 2017. Functionalization of mixed ligand metal-organic frameworks as the transport vehicles for drugs. *Journal of Colloid and Interface Science* 486 (2017) 128–135.
- Vyas, Nina, Manmi, Kawa, Wang, Qianxi, Jadhav, Ananda J., Barigou, Mostafa, Sammons, Rachel L., Kuenhe, Sarah A., and Walmsley, A. Damien. 2019. Which Parameters Affect Biofilm Removal with Acoustic Cavitation? A Review. *Ultrasound in Medicine & Biology*, Volume 45, Nomor 5, pp. 1044-1055, 2019.
- Wang, Xiu-Li, Li, Jin, Lin, Hong-Yan, Hu, Hai-Liang, Chen, Bao-Kuan, and Mu, Bao. 2009. Synthesis, structures and electrochemical properties of two novel metal–organic coordination complexes based on trimesic acid (H_3BTC) and 2,5-bis(3-pyridyl)- 1,3,4-oxadiazole (BPO). *Solid State Sciences* 11 (2009) 2118–2124.
- Wattanawikkam, C., and W. Pecharapa. 2015. Synthesis and Characterization of Zn-Doped TiO_2 Nanoparticles via Sonochemical Method. *Integrated Ferroelectrics*, 165(1): 167-75.
- Widiyana, Kasih. 2011. Penumbuhan Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) yang Disintesis dengan Metode Sonokimia dan Pemanfaatannya Sebagai Tinta Pengaman. *Skripsi*. Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Wongpisutpaisan, Narongdet., Piyanut Charoonsuk., Naratip Vittayakom., and Wisanu Pecharapa. 2011. Sonochemical Synthesis and Characterization of Copper Oxide Nanoparticles. *Energy Procedia*, 9: 404-9.
- Wu, Yanli, Xu, Xianzhu, Tang, Qun, and Li, Yongxiu. 2012. A New Type of Silica-Coated $Gd_2(CO_3)_3:Tb$ Nanoparticle as a Bifunctional Agent for Magnetic Resonance Imaging and Fluorescent Imaging. *Nanotechnology*, 23 (2012).

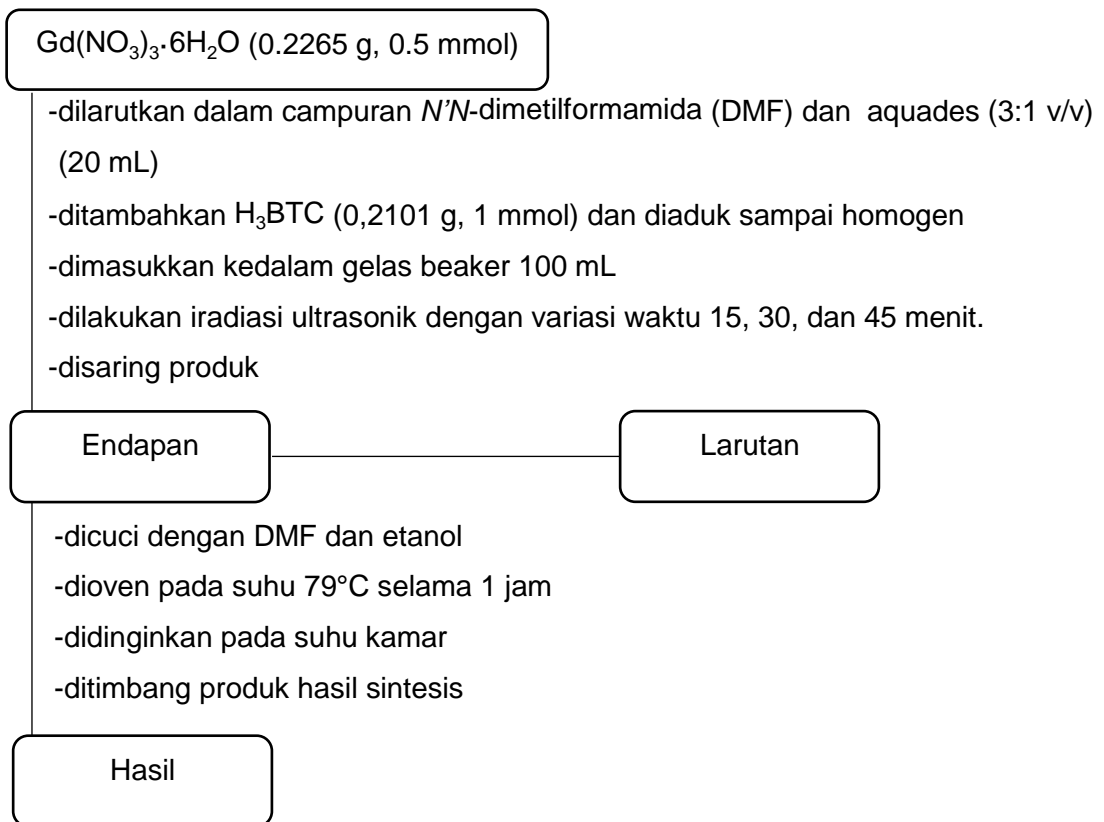
Xie, Lin-Hua, Wang, Yu, Liu, Xiao-Min, Lin, Jian-Bin, Zhang, Jie-Peng, and Chen, Xiao-Ming. 2011. Crystallographic studies into the role of exposed rare earth metal ion for guest Sorption. *CrystEngComm*, 2011, 13, 5849.

.

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1. DIAGRAM ALIR

L.1.1 Sintesis Kompleks Gd-BTC dengan metode sonokimia (15, 30, dan 45 menit)



L.1.2 Karakterisasi Kompleks Gd-BTC Menggunakan *Powder XRD*

Produk hasil sintesis

- dihaluskan hingga menjadi serbuk halus
- dipress dengan alat press
- diletakkan pada *sample holder* kurang lebih 0,5 gram
- disinari dengan sumber sinar-X Cu K α dengan skala 2θ ($\lambda = 1,5496^\circ \text{ \AA}$)
- dianalisis pada rentang $2\theta = 5 - 60^\circ$
- dibandingkan data dengan database difraksi yang ada di literatur

Hasil

L.1.3 Karakterisasi Kompleks Gd-BTC Menggunakan SEM-EDS

Produk hasil sintesis

- dihaluskan hingga menjadi serbuk halus
- diletakkan pada *sample holder* dan diratakan
- di coating selama 120 detik menggunakan mesin coater dengan arus listrik 3 mA
- dianalisis pada rentang perbesaran 500; 5.000; 10.000; dan 20.000 kali
- diukur dimensinya dan diolah datanya menggunakan software image-J
- dibandingkan dengan literatur atau riset sebelumnya

Hasil

LAMPIRAN 2. PERHITUNGAN MASSA REAKTAN**L.2.1 Perhitungan Massa Senyawa $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$**

$$\begin{aligned} \text{BM senyawa} &= 451,25 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,5 \text{ mmol} = 0,0005 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0005 \text{ mol} \times 451,25 \text{ g/mol} \\ &= 0,2265 \text{ g} \end{aligned}$$

L.2.2 Perhitungan Massa Senyawa 1,3,5-benzenatrikarboksilat (H_3BTC)

$$\begin{aligned} \text{BM senyawa} &= 210,14 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 1 \text{ mmol} = 0,001 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,001 \text{ mol} \times 210,14 \text{ g/mol} \\ &= 0,2101 \text{ g} \end{aligned}$$

LAMPIRAN 3. HASIL KARAKTERISASI DAN ANALISIS MENGGUNAKAN POWDER XRD

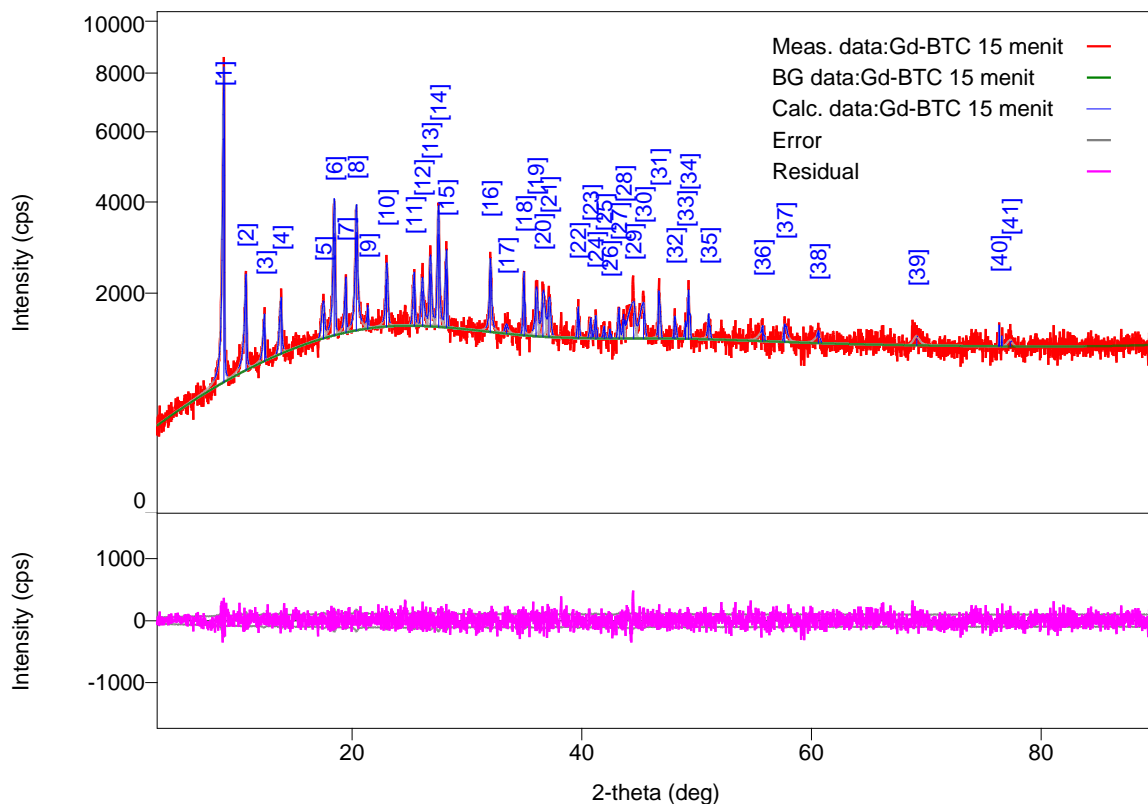
L.3.1 Hasil Karakterisasi Senyawa Kompleks Variasi Waktu 15 Menit

Peak List

General information

Analysis date	2023/09/04 18:38:00	Measurement date	2023/09/04 17:09:27
Sample name		Operator	ADMINISTRATOR
File name	Gd-BTC 15 menit.ras		
Comment			

Measurement profile



Peak list

No.	2-theta (deg)	d (ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I(cps deg)	Int. W (deg)	Asym. factor
1	8.8463(12)	9.9881(14)	5093(206)	0.153(5)	1046(19)	0.205(12)	4.8(11)
2	10.742(14)	8.229(10)	1032(93)	0.182(18)	300(12)	0.29(4)	1.9(7)
3	12.373(6)	7.148(3)	469(63)	0.18(2)	113(11)	0.24(5)	4(5)
4	13.83(2)	6.400(9)	589(70)	0.22(2)	163(11)	0.28(5)	4(3)
5	17.50(3)	5.064(9)	382(56)	0.28(3)	120(13)	0.32(8)	2.1(11)
6	18.437(8)	4.808(2)	1929(127)	0.188(8)	482(12)	0.25(2)	1.5(3)
7	19.457(5)	4.5584(12)	641(73)	0.16(2)	143(10)	0.22(4)	5(5)
8	20.342(7)	4.3621(16)	1883(125)	0.167(14)	558(14)	0.30(3)	0.59(14)
9	21.35(2)	4.159(4)	292(49)	0.08(4)	39(7)	0.13(5)	1.3(8)
10	22.99(2)	3.865(4)	823(83)	0.20(2)	223(13)	0.27(4)	0.9(5)
11	25.411(8)	3.5023(12)	674(75)	0.18(2)	154(15)	0.23(5)	4(3)
12	26.122(16)	3.409(2)	592(70)	0.21(2)	177(15)	0.30(6)	1.9(5)
13	26.80(2)	3.324(3)	928(88)	0.193(18)	235(14)	0.25(4)	1.1(6)
14	27.527(9)	3.2377(10)	1790(122)	0.175(12)	411(14)	0.23(2)	2.6(9)
15	28.205(7)	3.1614(7)	1038(93)	0.173(10)	198(10)	0.19(3)	2.2(4)
16	32.014(15)	2.7934(13)	1085(95)	0.15(3)	253(12)	0.23(3)	0.9(5)
17	33.43(6)	2.678(4)	104(29)	0.25(16)	39(14)	0.4(2)	2(4)
18	34.966(5)	2.5640(4)	848(84)	0.130(16)	130(13)	0.15(3)	4(5)
19	36.01(2)	2.4923(14)	633(73)	0.19(3)	167(16)	0.26(6)	0.6(3)
20	36.59(3)	2.4536(19)	538(67)	0.28(5)	212(19)	0.39(8)	0.6(3)
21	37.12(2)	2.4203(14)	497(64)	0.22(4)	150(19)	0.30(8)	0.6(3)
22	39.69(2)	2.2692(13)	413(59)	0.12(3)	62(10)	0.15(5)	3(4)
23	40.784(10)	2.2107(5)	238(45)	0.15(3)	39(6)	0.16(6)	5(5)
24	41.217(9)	2.1885(5)	269(47)	0.15(3)	44(8)	0.16(6)	5(5)
25	41.951(19)	2.1519(9)	149(35)	0.14(6)	23(11)	0.15(11)	4(10)
26	42.44(3)	2.1281(14)	129(33)	0.10(7)	14(11)	0.11(11)	2(10)
27	43.238(8)	2.0907(4)	372(56)	0.14(3)	57(7)	0.15(4)	5(2)
28	43.633(10)	2.0727(5)	257(46)	0.10(3)	28(8)	0.11(5)	5(2)
29	44.497(17)	2.0344(7)	395(57)	0.68(6)	293(22)	0.74(16)	5(2)
30	45.368(13)	1.9974(5)	394(57)	0.48(6)	205(19)	0.52(12)	5(2)
31	46.696(8)	1.9436(3)	726(78)	0.133(14)	118(8)	0.16(3)	0.69(17)
32	48.08(2)	1.8907(9)	331(53)	0.13(3)	45(10)	0.13(5)	1.3(10)
33	49.03(2)	1.8565(7)	223(43)	0.13(5)	35(9)	0.16(7)	1.4(6)
34	49.288(11)	1.8473(4)	765(80)	0.119(13)	106(13)	0.14(3)	1.4(6)
35	51.050(12)	1.7876(4)	353(54)	0.11(4)	64(11)	0.18(6)	4(3)
36	55.74(2)	1.6477(6)	181(39)	0.21(7)	74(15)	0.41(17)	5(10)
37	57.65(3)	1.5977(9)	255(46)	0.18(5)	76(14)	0.30(11)	0.9(5)
38	60.59(4)	1.5269(9)	148(35)	0.20(12)	54(14)	0.36(18)	3(6)
39	69.15(8)	1.3575(14)	99(29)	0.5(2)	68(20)	0.7(4)	2(4)
40	76.34(2)	1.2464(3)	315(51)	0.033(12)	11(5)	0.04(2)	2(5)
41	77.3(2)	1.234(3)	71(24)	0.4(2)	32(13)	0.4(3)	2(5)

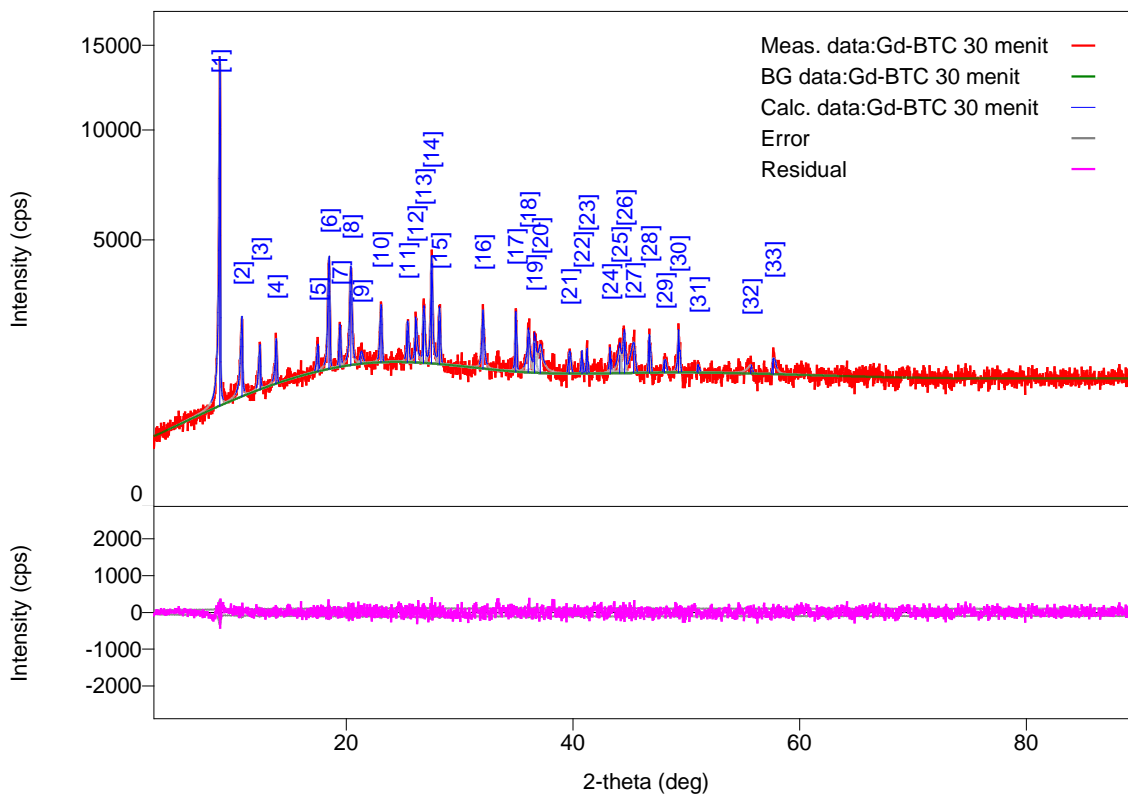
L.3.2 Hasil Karakterisasi Senyawa Kompleks Variasi Waktu 30 Menit

Peak List

General information

Analysis date	2023/09/04 18:39:01	Measurement date	2023/09/04 17:19:36
Sample name		Operator	ADMINISTRATOR
File name	Gd-BTC 30 menit.ras		
Comment			

Measurement profile



Peak list

No.	2-theta (deg)	d (ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W (deg)	Asym. factor
1	8,846	9.988(4)	9531(282)	0,118	1426(24)	0.150(7)	2.1(4)
2	10,789	8.193(10)	1165(99)	0,173	315(11)	0.27(3)	3.0(16)
3	12,392	7.137(11)	601(71)	0,17	137(11)	0.23(4)	5(4)
4	13,788	6.417(3)	653(74)	0,151	146(8)	0.22(4)	0.78(15)
5	17,50	5.062(10)	375(56)	0,18	74(13)	0.20(6)	4(4)
6	18,470	4.800(2)	2140(134)	0,181	488(14)	0.23(2)	1.8(4)
7	19,420	4.5671(18)	658(74)	0,174	126(8)	0.19(3)	1.02(18)
8	20,376	4.355(3)	1869(125)	0,207	546(18)	0.29(3)	0.9(3)
9	21,28	4.172(12)	174(38)	0,27	56(15)	0.32(16)	0.5(2)
10	23,049	3.8556(13)	990(91)	0,194	226(11)	0.23(3)	1.4(2)
11	25,366	3.5084(11)	716(77)	0,17	158(15)	0.22(5)	0.5(5)
12	26,112	3.4099(15)	876(85)	0,11	202(14)	0.23(4)	0.6(4)
13	26,798	3.3240(11)	980(90)	0,179	199(13)	0.20(3)	0.54(12)
14	27,502	3.2406(3)	2486(144)	0,121	509(13)	0.205(17)	0.66(17)
15	28,195	3.163(2)	999(91)	0,174	194(13)	0.19(3)	1.1(4)
16	32,046	2.7907(10)	1049(94)	0,173	279(16)	0.27(4)	1.8(4)
17	34,936	2.5661(7)	1247(102)	0,103	158(11)	0.126(19)	0.9(4)
18	36,046	2.4897(12)	758(79)	0,17	249(25)	0.33(7)	1.0(4)
19	36,588	2.4540(8)	626(72)	0,111	108(13)	0.17(4)	1.2(4)
20	37,08	2.422(3)	404(58)	0,44	340(37)	0.8(2)	1.0(4)
21	39,67	2.270(3)	343(54)	0,21	77(13)	0.22(7)	1.0(10)
22	40,78	2.2110(11)	388(57)	0,11	50(9)	0.13(4)	3(3)
23	41,23	2.1878(10)	445(61)	0,12	58(10)	0.13(4)	2.3(19)
24	43,265	2.0895(4)	437(60)	0,08	49(9)	0.11(4)	3.4(16)
25	44,11	2.0514(9)	365(55)	0,29	142(22)	0.39(12)	3.4(16)
26	44,528	2.0331(7)	663(74)	0,21	193(19)	0.29(6)	3.4(16)
27	45,35	1.9981(14)	451(61)	0,46	281(28)	0.62(15)	3.4(16)
28	46,723	1.9426(6)	751(79)	0,144	118(12)	0.16(3)	1.2(5)
29	48,07	1.891(3)	225(43)	0,20	47(13)	0.21(10)	0.8(11)
30	49,301	1.8469(6)	852(84)	0,11	137(16)	0.16(3)	0.8(7)
31	51,01	1.7889(8)	153(36)	0,12	21(10)	0.14(10)	0.6(15)
32	55,67	1.650(4)	120(32)	0,4	81(23)	0.7(4)	4(10)
33	57,67	1.5972(10)	309(51)	0,20	94(16)	0.31(10)	0.8(8)

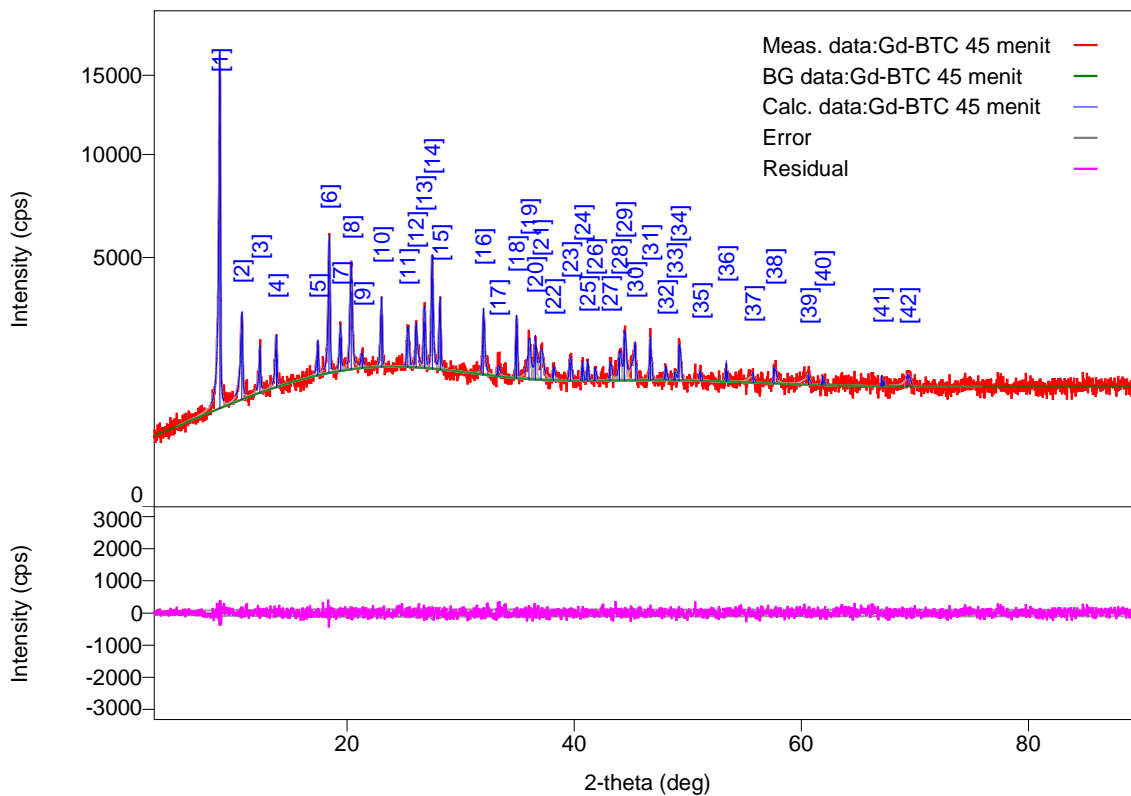
L.3.3 Hasil Karakterisasi Senyawa Kompleks Variasi Waktu 45 Menit

Peak List

General information

Analysis date	2023/09/04 18:39:58	Measurement date	2023/09/04 17:29:52
Sample name		Operator	ADMINISTRATOR
File name	Gd-BTC 45 menit.ras		
Comment			

Measurement profile



Peak list

No.	2-theta (deg)	d (ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W (deg)	Asym. factor
1	8,792	10.050(4)	11001(303)	0,104	1841(24)	0.167(7)	1.6(2)
2	10,733	8.236(9)	1444(110)	0,181	402(13)	0.28(3)	1.9(6)
3	12,327	7.174(5)	755(79)	0,12	158(9)	0.21(3)	1.6(6)
4	13,770	6.426(8)	834(83)	0,163	196(11)	0.23(4)	2.2(12)
5	17,401	5.0921(19)	600(71)	0,13	109(10)	0.18(4)	1.0(9)
6	18,406	4.8165(9)	3427(169)	0,117	614(14)	0.179(13)	0.66(6)
7	19,42	4.567(5)	821(83)	0,164	170(12)	0.21(4)	2.3(14)
8	20,343	4.3619(18)	2221(136)	0,203	606(13)	0.27(2)	1.03(18)
9	21,328	4.163(4)	240(45)	0,21	64(14)	0.27(11)	2(4)
10	23,033	3.8582(19)	1396(108)	0,152	255(12)	0.18(2)	2.6(11)
11	25,33	3.513(3)	739(78)	0,225	180(15)	0.24(5)	0.8(3)
12	26,054	3.417(2)	937(88)	0,14	228(13)	0.24(4)	0.7(4)
13	26,796	3.3243(16)	1202(100)	0,179	232(13)	0.19(3)	1.1(3)
14	27,484	3.2426(10)	2691(150)	0,154	551(13)	0.205(16)	1.5(4)
15	28,187	3.1633(9)	1514(112)	0,123	223(10)	0.147(18)	3.8(18)
16	31,994	2.7951(3)	1505(112)	0,108	298(13)	0.20(2)	0.6(3)
17	33,29	2.689(10)	172(38)	0,20	46(16)	0.27(15)	0.6(4)
18	34,901	2.5686(7)	1364(107)	0,126	184(10)	0.135(18)	1.2(3)
19	36,002	2.4926(11)	739(78)	0,22	285(21)	0.39(7)	0.7(3)
20	36,568	2.4553(5)	802(82)	0,092	129(15)	0.16(4)	0.7(3)
21	37,07	2.4232(15)	504(65)	0,33	290(32)	0.58(14)	0.7(3)
22	38,15	2.3571(17)	277(48)	0,11	48(11)	0.17(7)	0.6(6)
23	39,65	2.271(3)	388(57)	0,21	87(13)	0.22(7)	1.2(11)
24	40,713	2.2144(9)	354(54)	0,12	47(6)	0.13(4)	1.6(9)
25	41,175	2.1906(10)	366(55)	0,13	53(7)	0.14(4)	1.6(9)
26	41,811	2.1587(6)	273(48)	0,11	31(10)	0.11(6)	0.5(7)
27	43,16	2.0944(17)	356(54)	0,14	76(12)	0.21(7)	0.6(9)
28	43,97	2.0577(9)	513(65)	0,22	151(17)	0.29(7)	0.7(3)
29	44,415	2.0380(6)	1019(92)	0,16	214(17)	0.21(4)	0.7(3)
30	45,373	1.9972(2)	690(76)	0,203	274(14)	0.40(6)	5(2)
31	46,698	1.9436(4)	919(88)	0,135	132(9)	0.14(2)	1.6(5)
32	48,06	1.8917(13)	273(48)	0,14	42(10)	0.15(6)	1.5(15)
33	48,86	1.8625(8)	174(38)	0,14	25(7)	0.15(7)	0.7(3)
34	49,237	1.8491(2)	822(83)	0,151	132(12)	0.16(3)	0.7(3)
35	51,11	1.7856(13)	196(40)	0,15	35(11)	0.18(9)	5(8)
36	53,372	1.71519(11)	464(62)	0,04	33(7)	0.07(3)	2(6)
37	55,73	1.6482(6)	166(37)	0,23	75(15)	0.45(19)	5(10)
38	57,583	1.5994(4)	337(53)	0,16	87(9)	0.26(7)	0.8(3)
39	60,62	1.5263(6)	171(38)	0,29	97(17)	0.6(2)	5(8)
40	61,876	1.4983(3)	183(39)	0,08	18(9)	0.10(7)	5(20)
41	67,07	1.3943(5)	214(42)	0,07	17(8)	0.08(5)	3(5)
42	69,39	1.3532(7)	204(41)	0,31	107(16)	0.53(18)	1.4(14)

L.3.4 Perhitungan Derajat Kristalinitas Gd-BTC Hasil Sintesis

Derajat kristalinitas diukur menggunakan persamaan 3.1. Berikut merupakan hasil perhitungan derajat kristalinitas senyawa hasil sintesis.

L.3.4.1 Waktu Sintesis 15 Menit

$$\begin{aligned}\text{Kristalinitas (\%)} &= \frac{\text{Fraksi luas kristalin}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\% \\ &= \frac{75459}{91191,42} \times 100\% \\ &= 82,75 \%\end{aligned}$$

L.3.4.2 Waktu Sintesis 30 Menit

$$\begin{aligned}\text{Kristalinitas (\%)} &= \frac{\text{Fraksi luas kristalin}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\% \\ &= \frac{73255,86}{93248,3} \times 100\% \\ &= 78,56 \%\end{aligned}$$

L.3.4.3 Waktu Sintesis 45 Menit

$$\begin{aligned}\text{Kristalinitas (\%)} &= \frac{\text{Fraksi luas kristalin}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\% \\ &= \frac{68100,65}{90897,83} \times 100\% \\ &= 74,92 \%\end{aligned}$$

L.3.5 Perhitungan Ukuran Kristal Gd-BTC Hasil Sintesis

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

L.3.5.1 Waktu Sintesis 15 Menit

$$\begin{aligned} K &= 0,9 \\ \lambda &= 0,15406 \\ \beta \text{ (FWHM)} &= 0,153 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,153}{180} \times 3,14 = 0,0027 \\ 2\theta &= 8,8463 \rightarrow \theta = 4,4232 \\ \cos \theta &= 0,997 \end{aligned}$$

Sehingga ukuran kristal Gd-BTC adalah:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 0,15406}{0,0027 \times 0,997} = 51,51 \text{ nm}$$

L.3.5.2 Waktu Sintesis 30 Menit

$$\begin{aligned} K &= 0,9 \\ \lambda &= 0,15406 \\ \beta \text{ (FWHM)} &= 0,118 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,118}{180} \times 3,14 = 0,0020 \\ 2\theta &= 8,846 \rightarrow \theta = 4,423 \\ \cos \theta &= 0,997 \end{aligned}$$

Sehingga ukuran kristal Gd-BTC adalah:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 0,15406}{0,0020 \times 0,997} = 69,54 \text{ nm}$$

L.3.5.3 Waktu Sintesis 45 Menit

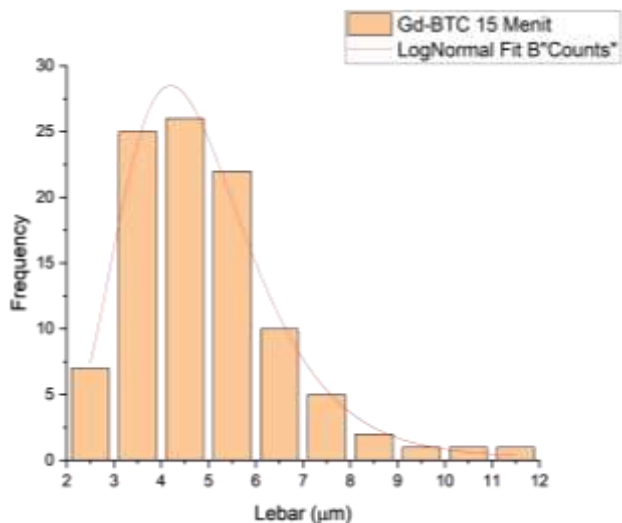
$$\begin{aligned} K &= 0,9 \\ \lambda &= 0,15406 \\ \beta \text{ (FWHM)} &= 0,104 \text{ rad} \rightarrow \frac{0,104}{180} \times 3,14 = 0,0018 \\ 2\theta &= 8,792 \rightarrow \theta = 4,396 \\ \cos \theta &= 0,997 \end{aligned}$$

Sehingga ukuran kristal Gd-BTC adalah:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 0,15406}{0,0018 \times 0,997} = 77,26 \text{ nm}$$

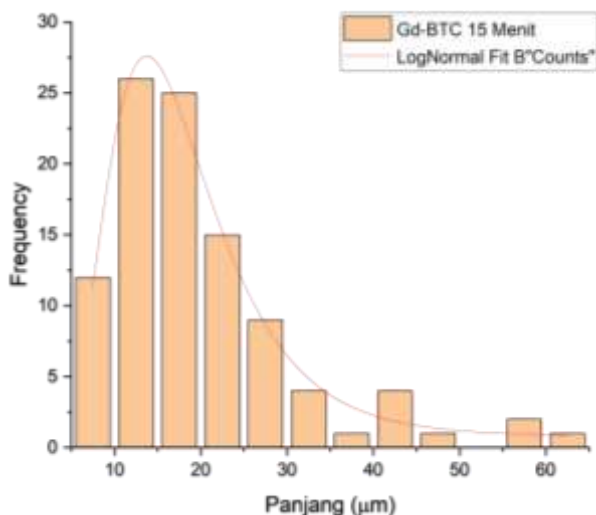
LAMPIRAN 4. HASIL KARAKTERISASI DAN ANALISIS MENGGUNAKAN SEM-EDS

L.4.1 Data SEM Sampel Gd-BTC 15 Menit



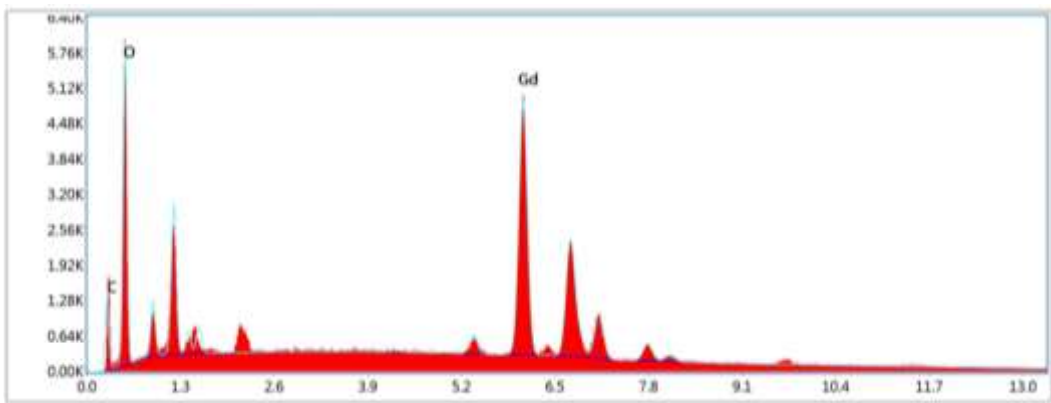
Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{\sqrt{2\pi} \cdot w \cdot x} \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2 \cdot w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	0,23136 ± 0,89741
xc	4,63314 ± 0,07875
w	0,31333 ± 0,0197
A	97,91547 ± 4,55474
Reduced Chi-Sqr	1,85343
R-Square (COD)	0,98849
Adj. R-Square	0,98273

Gambar L.4.1.1 Hasil analisis distribusi ukuran lebar partikel Gd-BTC waktu 15 menit



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{\sqrt{2\pi} \cdot w \cdot x} \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2 \cdot w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	0,80293 ± 0,6708
xc	16,72268 ± 0,45385
w	0,44357 ± 0,02501
A	451,49601 ± 21,06114
Reduced Chi-Sqr	1,75778
R-Square (COD)	0,9853
Adj. R-Square	0,97979

Gambar L.4.1.2 Hasil analisis distribusi ukuran panjang partikel Gd-BTC waktu 15 menit

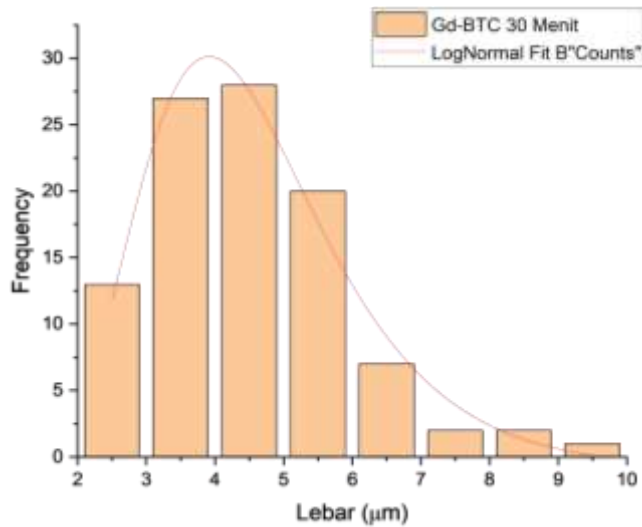


Gambar L.4.1.3 Hasil EDS sampel Gd-BTC waktu 15 menit

Presentase unsur yang terkandung :

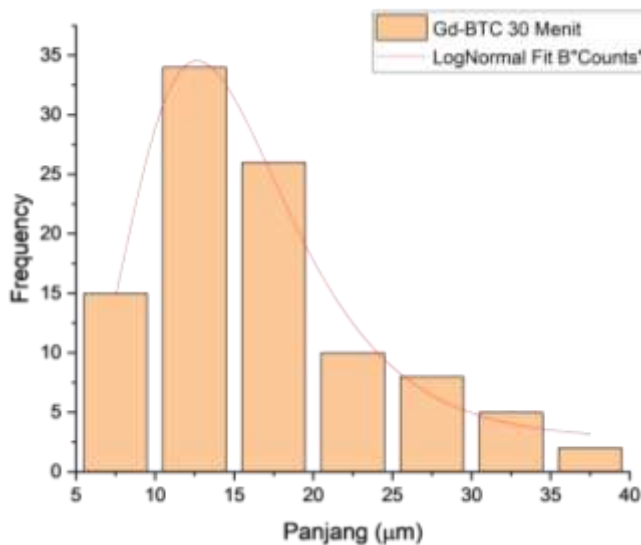
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	8.25	27.34	90.69	9.32	0.0340	1.3822	0.2980	1.0000
O K	22.11	55.03	432.73	8.66	0.0827	1.3296	0.2815	1.0000
GdL	69.64	17.64	705.93	2.53	0.5995	0.8275	1.0402	1.0002

L.4.2 Data SEM Sampel Gd-BTC 30 Menit



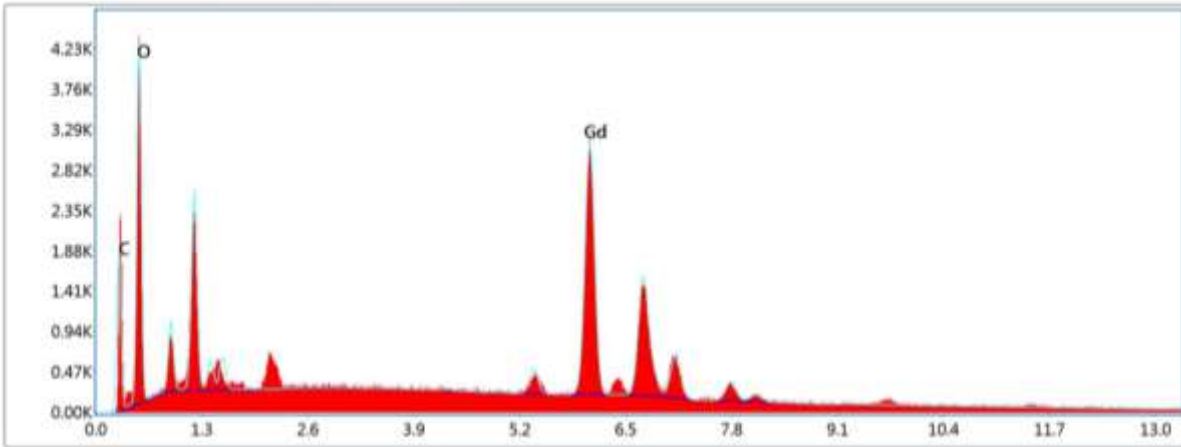
Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{\sqrt{2\pi} \cdot w \cdot x} \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2 \cdot w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	$-0,81259 \pm 2,21501$
xc	$4,38122 \pm 0,13657$
w	$0,33551 \pm 0,03657$
A	$107,742 \pm 9,27195$
Reduced Chi-Sqr	4,50901
R-Square (COD)	0,97973
Adj. R-Square	0,96454

Gambar L.4.2.1 Hasil analisis distribusi ukuran lebar partikel Gd-BTC waktu 30 menit



Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{\sqrt{2\pi} \cdot w \cdot x} \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2 \cdot w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	$2,70989 \pm 1,8401$
xc	$14,55516 \pm 0,53899$
w	$0,37498 \pm 0,03606$
A	$405,75897 \pm 33,33378$
Reduced Chi-Sqr	4,43034
R-Square (COD)	0,98382
Adj. R-Square	0,96764

Gambar L.4.2.2 Hasil analisis distribusi ukuran panjang partikel Gd-BTC waktu 30 menit

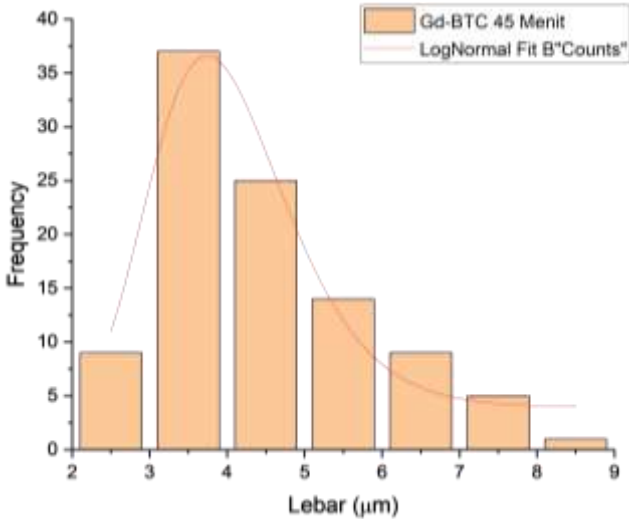


Gambar L.4.2.3 Hasil EDS sampel Gd-BTC waktu 30 menit

Presentase unsur yang terkandung :

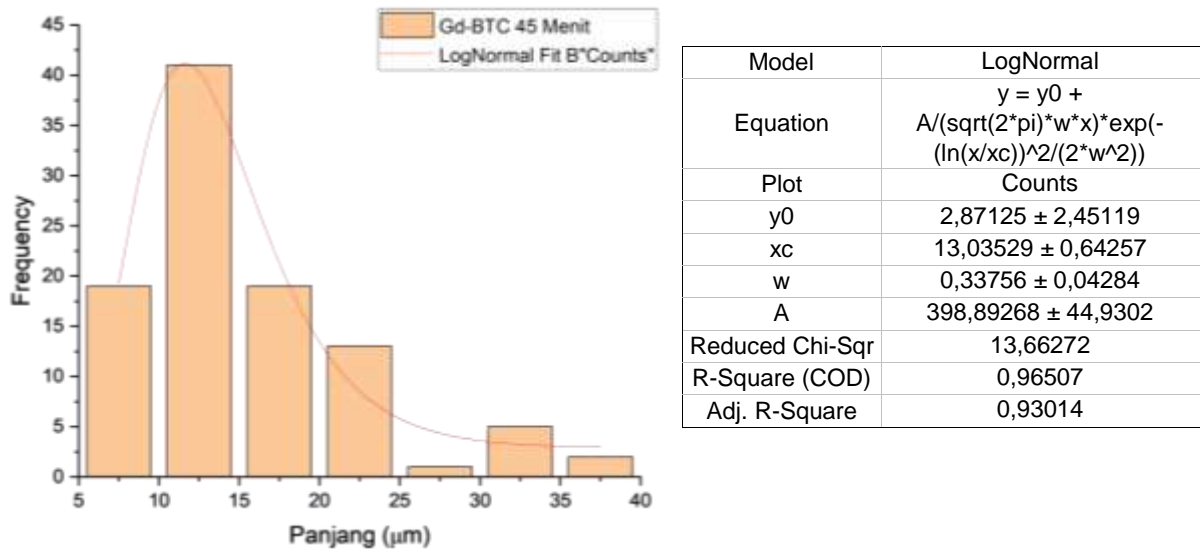
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	14.66	39.37	123.79	8.80	0.0622	1.3199	0.3217	1.0000
O K	23.82	48.01	311.09	8.93	0.0799	1.2706	0.2639	1.0000
GdL	61.52	12.62	446.42	2.84	0.5090	0.7876	1.0504	1.0003

L.4.2 Data SEM Sampel Gd-BTC 45 Menit

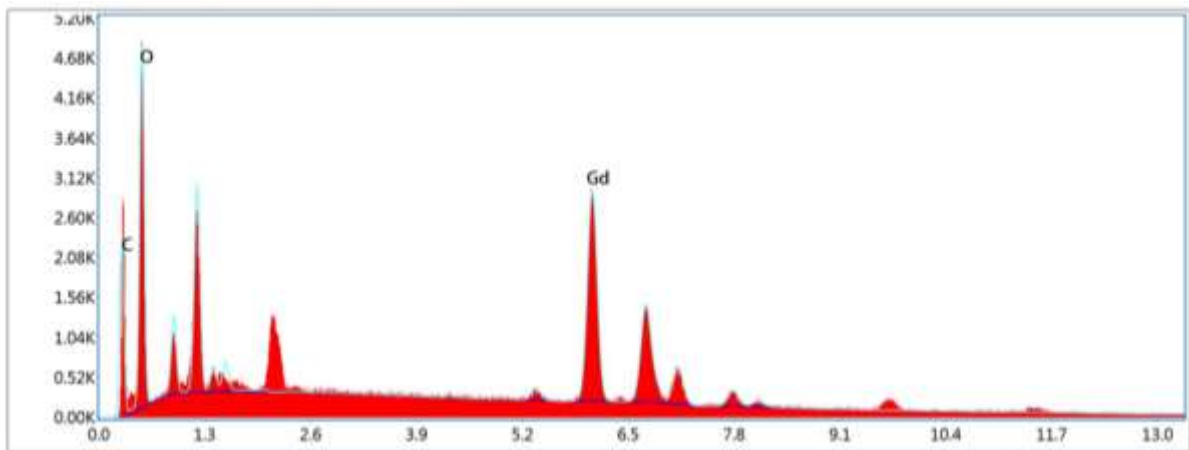


Model	LogNormal
Equation	$y = y_0 + \frac{A}{\sqrt{2\pi} \cdot w \cdot x} \cdot \exp\left(-\frac{(\ln(x/x_c))^2}{2 \cdot w^2}\right)$
Plot	Counts
y0	3,94823 ± 2,50346
xc	3,94555 ± 0,12245
w	0,23036 ± 0,03796
A	72,44084 ± 8,72638
Reduced Chi-Sqr	12,5911
R-Square (COD)	0,96021
Adj. R-Square	0,92043

Gambar L.4.3.1 Hasil analisis distribusi ukuran lebar partikel Gd-BTC waktu 45 menit



Gambar L.4.3.2 Hasil analisis distribusi ukuran panjang partikel Gd-BTC 45 menit



Gambar L.4.3.3 Hasil EDS sampel Gd-BTC 45 menit

Presentase unsur yang terkandung :

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	16.97	41.25	152.61	8.58	0.0731	1.2872	0.3345	1.0000
O K	26.43	48.24	351.41	8.92	0.0859	1.2393	0.2622	1.0000
GdL	56.60	10.51	422.10	3.04	0.4582	0.7660	1.0562	1.0004

L.4.4 Perhitungan Rasio Mol Berdasarkan Hasil EDS

1. Variasi 15 menit

$$a. O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 55,03 \text{ mol} = 879,93 \text{ g}$$

$$b. C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 27,34 \text{ mol} = 328,38 \text{ g}$$

$$c. Gd = Ar \times \% \text{ atomic} = 157,25 \text{ g/mol} \times 17,64 \text{ mol} = 2773,89 \text{ g}$$

$$\text{Massa total} = 879,93 \text{ g} + 328,38 \text{ g} + 2773,89 \text{ g} = 3982,2 \text{ g}$$

$$O = \frac{\text{massa O}}{\text{massa total}} = \frac{879,93 \text{ g}}{3982,2 \text{ g}} = 0,2210 \times 100\% = 22,10 \%$$

$$C = \frac{\text{massa C}}{\text{massa total}} = \frac{328,38 \text{ g}}{3982,2 \text{ g}} = 0,0825 \times 100\% = 8,25 \%$$

$$Gd = \frac{\text{massa Gd}}{\text{massa total}} = \frac{2773,89 \text{ g}}{3982,2 \text{ g}} = 0,6966 \times 100\% = 69,66 \%$$

Dari hasil %weight menunjukkan bahwa %atomic merupakan hasil mol dari setiap unsur, sehingga didapatkan perbandingan mol anatar unsur Gd:C:O adalah 1 : 1,55 : 3,12

2. Variasi 30 menit

$$a. O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 48,01 \text{ mol} = 767,68 \text{ g}$$

$$b. C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 39,37 \text{ mol} = 472,87 \text{ g}$$

$$c. Gd = Ar \times \% \text{ atomic} = 157,25 \text{ g/mol} \times 12,62 \text{ mol} = 1984,5 \text{ g}$$

$$\text{Massa total} = 767,68 \text{ g} + 472,87 \text{ g} + 1984,5 \text{ g} = 3225,05 \text{ g}$$

$$O = \frac{\text{massa O}}{\text{massa total}} = \frac{767,68 \text{ g}}{3225,05 \text{ g}} = 0,2380 \times 100\% = 23,80 \%$$

$$C = \frac{\text{massa C}}{\text{massa total}} = \frac{472,87 \text{ g}}{3225,05 \text{ g}} = 0,1466 \times 100\% = 14,66 \%$$

$$Gd = \frac{\text{massa Gd}}{\text{massa total}} = \frac{1984,5 \text{ g}}{3225,05 \text{ g}} = 0,6153 \times 100\% = 61,53 \%$$

Dari hasil %weight menunjukkan bahwa %atomic merupakan hasil mol dari setiap unsur, sehingga didapatkan perbandingan mol anatar unsur Gd:C:O adalah 1 : 3,12 : 3,8

3. Variasi 45 menit

$$a. O = Ar \times \% \text{ atomic} = 15,99 \text{ g/mol} \times 48,24 \text{ mol} = 771,36 \text{ g}$$

$$b. C = Ar \times \% \text{ atomic} = 12,011 \text{ g/mol} \times 41,25 \text{ mol} = 495,45 \text{ g}$$

$$c. Gd = Ar \times \% \text{ atomic} = 157,25 \text{ g/mol} \times 10,51 \text{ mol} = 1652,70 \text{ g}$$

$$\text{Massa total} = 771,36 \text{ g} + 495,45 \text{ g} + 1652,70 \text{ g} = 2919,51 \text{ g}$$

$$O = \frac{\text{massa O}}{\text{massa total}} = \frac{771,36 \text{ g}}{2919,51 \text{ g}} = 0,2642 \times 100\% = 26,42 \%$$

$$C = \frac{\text{massa C}}{\text{massa total}} = \frac{495,45 \text{ g}}{2919,51 \text{ g}} = 0,1697 \times 100\% = 16,97 \%$$

$$Gd = \frac{\text{massa Gd}}{\text{massa total}} = \frac{1652,70 \text{ g}}{2919,51 \text{ g}} = 0,5661 \times 100\% = 56,61 \%$$

Dari hasil %weight menunjukkan bahwa %atomic merupakan hasil mol dari setiap unsur, sehingga didapatkan perbandingan mol anatar unsur Gd:C:O adalah 1 : 3,9 : 4,6.

**LAMPIRAN 5. GAMBAR PENGUKURAN PANJANG DAN LEBAR MIKROGRAF SEM
PADA PARTIKEL GD-BTC**

L.5.1 Gambar Pengukuran Panjang Mikrograf SEM pada Partikel Gd-BTC

L.5.1.1 Waktu Sintesis 15 Menit



L.5.1.2 Waktu Sintesis 30 Menit



L.5.1.3 Waktu Sintesis 45 Menit



L.5.2 Data Pengukuran Panjang Partikel Gd-BTC

L.5.2.1 Waktu Sintesis 15 Menit

No	Area	StdDev	Angle	Panjang (μm)
1	2.274	32.162	85.986	11.315
2	3.921	24.866	166.527	19.548
3	2.706	18.297	17.904	13.526
4	2.941	21.112	8.569	14.619
5	4.117	14.719	83.355	20.534
6	3.568	26.979	82.321	17.783
7	2.157	20.507	155.821	10.636
8	2.235	28.015	94.086	11.117
9	2.902	22.776	103.465	14.457
10	2.196	20.211	172.747	10.979
11	2.784	18.812	89.182	13.863
12	4.549	14.381	16.22	22.685
13	4.353	25.967	33.546	21.859
14	3.098	13.457	75.069	15.37
15	3.019	13.158	54.638	15.055
16	3.96	18.755	152.668	19.839
17	6.274	30.847	-3.599	31.547
18	1.961	29.382	-29.168	9.751
19	1.568	18.324	-104.744	7.781
20	4.588	23.302	-116.123	22.937
21	2.902	24.097	-32.171	14.504
22	2.392	20.801	114.842	11.783
23	3.686	31.587	67.286	18.462
24	2.745	24.618	85.03	13.715
25	2.117	15.541	141.843	10.577
26	3.686	28.341	79.418	18.332
27	1.608	26.268	95.711	7.96
28	2.235	16.133	64.799	11.161
29	2.823	29.982	10.521	14.098
30	2.784	17.212	59.036	13.856
31	1.882	12.748	108.435	9.393
32	2.666	33.604	40.786	13.338
33	4.353	31.969	-14.797	21.71
34	3.451	20.511	80.754	17.254
35	1.961	15.788	99.462	9.636
36	2.353	22.496	118.301	11.695
37	3.372	17.547	18.435	16.907
38	2.274	22.317	-9.13	11.231
39	6.548	31.143	37.147	32.792
40	6.117	28.074	-96.299	30.68
41	5.764	23.024	-99.462	28.908
42	4.862	27.643	79.237	24.389
43	2.431	13.356	75.735	12.055
44	2.235	21.003	56.592	11.149
45	3.176	19.784	44.493	15.823
46	4.196	18.375	75.311	21.085
47	2.902	19.425	155.879	14.537
48	3.529	26.223	0	17.624
49	4.235	39.176	-5.339	21.28
50	2.117	18.5	52.696	10.456
51	3.49	15.865	67.23	17.395
52	6.392	18.517	111.012	32.031
53	4.039	19.272	-86.074	20.246
54	2.666	18.03	-130.135	13.21
55	1.765	29.031	-86.1	8.733
56	2.157	17.773	-57.2	10.601
57	3.921	19.313	-47.454	19.621
58	4.47	22.041	-88.479	22.384
59	6.195	28.833	-17.398	31.127
60	3.294	46.95	-133.531	16.388
61	4.196	20.503	24.624	20.911
62	2.666	25.946	44.397	13.303
63	7.019	22.338	22.818	35.233
64	3.176	22.924	-71.114	15.906
65	3.019	15.392	29.275	14.983
66	2.47	21.689	36.501	12.317
67	1.608	12.046	56.31	7.854
68	2.51	15.923	29.407	12.502
69	1.765	22.496	67.479	8.789
70	1.294	19.704	30.964	6.351
71	3.411	33.991	77.975	17.108
72	1.372	19.67	-92.564	6.64
73	1.647	28.248	-75.964	8.165
74	2.039	29.509	15.255	10.16
75	1.608	21.628	-97.927	7.897
76	1.725	19.042	-130.746	8.495
77	1.529	19.851	179.246	7.525
78	4.666	27.35	26.131	23.38
79	2.039	20.776	68.515	10.002
80	2.196	23.498	133.891	10.854
81	3.019	26.893	116.901	15.099
82	2.039	14.595	29.327	10.107
83	3.176	26.398	135.507	15.823
84	4.196	26.485	-171.563	20.919
85	1.765	25.421	70.953	8.799
86	1.725	17.211	61.928	8.416
87	2.706	18.795	-128.463	13.53
88	2.157	27.573	140.599	10.763
89	1.568	17.89	11.889	7.69
90	7.254	16.704	132.033	36.524
91	1.961	18.73	131.241	9.612
92	2.51	20.129	7.745	12.49
93	2.941	32.869	46.918	14.64
94	3.215	24.95	57.393	15.985
95	2.353	21.884	75.847	11.743
96	2.666	20.516	-178.708	13.172
97	2.196	20.461	-166.967	10.976
98	1.608	18.867	-160.442	7.986
99	2.47	18.269	-2.309	12.287
100	2.47	22.693	-100.763	12.195

L.5.2.2 Waktu Sintesis 30 Menit

No	Area	StdDev	Angle	Panjang (μm)
1	6.326	21.093	-132.973	31.696
2	4.636	31.935	-119.624	23.258
3	2.318	20.851	10.923	11.507
4	2.357	19.541	-27.44	11.614
5	2.75	15.688	106.858	13.67
6	1.611	10.385	-151.504	7.894
7	3.379	17.668	-179.326	16.85
8	2.672	30.986	-93.417	13.304
9	3.34	25.635	-108.004	16.674
10	3.182	31.843	-83.501	15.76
11	2.554	11.914	-86.424	12.711
12	2.711	18.383	-150.781	13.4
13	3.654	18.587	-99.36	18.281
14	3.811	15.13	-148.627	19.037
15	5.343	25.292	-89.151	26.762
16	3.615	25.484	-44.556	18.081
17	3.025	25.374	-18.435	15.044
18	2.161	23.99	1.061	10.706
19	1.729	18.649	-146.31	8.576
20	3.772	16.085	176.987	18.857
21	1.886	14.493	-106.113	9.284
22	6.915	26.527	-126.148	34.611
23	2.947	18.897	42.797	14.587
24	1.807	14.013	115.436	8.999
25	1.768	25.897	-80.106	8.652
26	1.611	19.602	-14.56	7.885
27	3.379	23.901	95.072	16.815
28	1.847	20.448	109.612	9.153
29	2.75	23.838	-122.535	13.637
30	1.493	24.251	-121.357	7.428
31	2.79	21.321	-41.532	13.901
32	3.025	19.327	-126.193	15.105
33	2.986	26.828	-29.129	14.863
34	4.047	23.692	148.173	20.297
35	4.361	17.375	-75.27	21.827
36	5.108	31.811	-93.784	25.526
37	4.086	17.988	-67.166	20.432
38	2.79	18.41	84.695	13.935
39	3.222	24.152	46.005	15.981
40	1.454	21.922	-55.654	7.202
41	4.911	18.507	-75.292	24.592
42	1.886	15.752	-61.243	9.27
43	2.24	14.719	-92.556	11.111
44	2.2	11.91	-55.437	10.831
45	2.75	17.918	-54.703	13.722
46	2.436	14.035	-38.367	12.135
47	6.051	22.824	-34.885	30.325
48	4.008	24.48	-85.189	20.091
49	3.575	22.55	-90	17.74
50	5.186	26.789	-25.004	26.027
51	4.165	19.682	-98.746	20.857
52	3.34	16.33	111.675	16.637
53	2.357	16.766	47.726	11.787
54	2.632	22.286	98.68	13.134
55	1.689	20.811	-94.135	8.247
56	2.947	23.432	-48.013	14.667
57	3.654	16.294	-65.53	18.184
58	3.3	17.401	9.689	16.489
59	2.79	35.384	-108.306	13.884
60	4.793	21.846	-47.837	24.067
61	3.418	18.097	-151.496	17.03
62	2.593	19.39	31.724	12.817
63	1.925	10.348	-66.644	9.5
64	3.89	21.411	-36.113	19.506
65	3.457	14.979	-133.603	17.245
66	4.833	20.628	34.799	24.139
67	2.711	17.634	-133.516	13.53
68	5.579	23.53	45.864	27.895
69	3.929	15.447	86.244	19.666
70	6.208	17.863	49.379	31.207
71	5.029	21.839	-173.211	25.152
72	2.868	15.144	54.554	14.355
73	1.768	19.35	-6.557	8.679
74	7.465	23.294	35.414	37.455
75	2.947	31.066	55.452	14.68
76	3.615	28.725	-45.895	17.943
77	3.3	11.588	-174.118	16.439
78	3.025	25.45	-37.02	15.144
79	4.833	18.924	15.173	24.234
80	1.847	15.739	-120.434	9.196
81	5.226	23.796	178.481	26.174
82	5.579	16.369	-28.108	27.978
83	2.24	22.002	-105.524	11.109
84	6.797	17.898	-7.001	34.15
85	3.025	13.857	-54.638	15.07
86	2.554	17.673	121.345	12.765
87	3.457	12.249	-108.747	17.269
88	2.554	14.002	-108.576	12.756
89	2.75	12.17	-90.418	13.578
90	2.632	16.245	-67.145	13.014
91	2.672	42.389	-139.214	13.351
92	3.693	16.043	-97.125	18.378
93	3.536	12.912	99.728	17.597
94	2.2	21.088	-33.835	10.858
95	5.186	14.634	-99.211	26.004
96	1.925	14.998	-147.301	9.54
97	2.082	15.773	-45.774	10.373
98	2.868	20.965	-114.083	14.33
99	2.161	27.037	135.374	10.722
100	7.229	23.337	-4.399	36.182

L.5.2.3 Waktu Sintesis 45 Menit

No	Area	StdDev	Angle	Panjang (μm)
1	2.274	32.162	85.986	11.315
2	3.921	24.866	166.527	19.548
3	2.706	18.297	17.904	13.526
4	2.941	21.112	8.569	14.619
5	4.117	14.719	83.355	20.534
6	3.568	26.979	82.321	17.783
7	2.157	20.507	155.821	10.636
8	2.235	28.015	94.086	11.117
9	2.902	22.776	103.465	14.457
10	2.196	20.211	172.747	10.979
11	2.784	18.812	89.182	13.863
12	4.549	14.381	16.22	22.685
13	4.353	25.967	33.546	21.859
14	3.098	13.457	75.069	15.37
15	3.019	13.158	54.638	15.055
16	3.96	18.755	152.668	19.839
17	6.274	30.847	-3.599	31.547
18	1.961	29.382	-29.168	9.751
19	1.568	18.324	-104.744	7.781
20	4.588	23.302	-116.123	22.937
21	2.902	24.097	-32.171	14.504
22	2.392	20.801	114.842	11.783
23	3.686	31.587	67.286	18.462
24	2.745	24.618	85.03	13.715
25	2.117	15.541	141.843	10.577
26	3.686	28.341	79.418	18.332
27	1.608	26.268	95.711	7.96
28	2.235	16.133	64.799	11.161
29	2.823	29.982	10.521	14.098
30	2.784	17.212	59.036	13.856
31	1.882	12.748	108.435	9.393
32	2.666	33.604	40.786	13.338
33	4.353	31.969	-14.797	21.71
34	3.451	20.511	80.754	17.254
35	1.961	15.788	99.462	9.636
36	2.353	22.496	118.301	11.695
37	3.372	17.547	18.435	16.907
38	2.274	22.317	-9.13	11.231
39	6.548	31.143	37.147	32.792
40	6.117	28.074	-96.299	30.68
41	5.764	23.024	-99.462	28.908
42	4.862	27.643	79.237	24.389
43	2.431	13.356	75.735	12.055
44	2.235	21.003	56.592	11.149
45	3.176	19.784	44.493	15.823
46	4.196	18.375	75.311	21.085
47	2.902	19.425	155.879	14.537
48	3.529	26.223	0	17.624
49	4.235	39.176	-5.339	21.28
50	2.117	18.5	52.696	10.456

51	3.49	15.865	67.23	17.395
52	6.392	18.517	111.012	32.031
53	4.039	19.272	-86.074	20.246
54	2.666	18.03	-130.135	13.21
55	1.765	29.031	-86.1	8.733
56	2.157	17.773	-57.2	10.601
57	3.921	19.313	-47.454	19.621
58	4.47	22.041	-88.479	22.384
59	6.195	28.833	-17.398	31.127
60	3.294	46.95	-133.531	16.388
61	4.196	20.503	24.624	20.911
62	2.666	25.946	44.397	13.303
63	7.019	22.338	22.818	35.233
64	3.176	22.924	-71.114	15.906
65	3.019	15.392	29.275	14.983
66	2.47	21.689	36.501	12.317
67	1.608	12.046	56.31	7.854
68	2.51	15.923	29.407	12.502
69	1.765	22.496	67.479	8.789
70	1.294	19.704	30.964	6.351
71	3.411	33.991	77.975	17.108
72	1.372	19.67	-92.564	6.64
73	1.647	28.248	-75.964	8.165
74	2.039	29.509	15.255	10.16
75	1.608	21.628	-97.927	7.897
76	1.725	19.042	-130.746	8.495
77	1.529	19.851	179.246	7.525
78	4.666	27.35	26.131	23.38
79	2.039	20.776	68.515	10.002
80	2.196	23.498	133.891	10.854
81	3.019	26.893	116.901	15.099
82	2.039	14.595	29.327	10.107
83	3.176	26.398	135.507	15.823
84	4.196	26.485	-171.563	20.919
85	1.765	25.421	70.953	8.799
86	1.725	17.211	61.928	8.416
87	2.706	18.795	-128.463	13.53
88	2.157	27.573	140.599	10.763
89	1.568	17.89	11.889	7.69
90	7.254	16.704	132.033	36.524
91	1.961	18.73	131.241	9.612
92	2.51	20.129	7.745	12.49
93	2.941	32.869	46.918	14.64
94	3.215	24.95	57.393	15.985
95	2.353	21.884	75.847	11.743
96	2.666	20.516	-178.708	13.172
97	2.196	20.461	-166.967	10.976
98	1.608	18.867	-160.442	7.986
99	2.47	18.269	-2.309	12.287
100	2.47	22.693	-100.763	12.195

L.5.3 Gambar Pengukuran Lebar Mikrograf SEM pada Partikel Gd-BTC

L.5.3.1 Waktu Sintesis 15 Menit



L.5.3.2 Waktu Sintesis 30 Menit



L.5.3.3 Waktu Sintesis 45 Menit



L.5.4 Data Pengukuran Lebar Partikel Gd-BTC

L.5.4.1 Waktu Sintesis 15 Menit

No	Area	StdDev	Angle	Lebar (μm)
1	1.328	22.133	-10.62	6.434
2	0.859	14.708	-60.945	4.069
3	0.82	30.142	-63.435	3.977
4	0.781	16.658	-62.103	3.801
5	1.172	19.922	49.185	5.745
6	1.055	23.68	-90	5.138
7	1.055	28.996	46.548	5.172
8	0.703	16.094	-120.964	3.457
9	0.82	16.6	-23.962	3.893
10	0.625	20.914	-47.726	2.938
11	1.211	24.642	-68.552	5.945
12	0.976	20.583	24.444	4.776
13	0.664	13.878	18.435	3.125
14	0.508	19.406	19.983	2.313
15	0.976	20.079	-84.053	4.769
16	0.937	15.364	-69.59	4.534
17	0.625	10.807	-22.166	2.881
18	0.703	22.097	17.354	3.313
19	0.859	13.224	-13.707	4.17
20	0.937	15.691	-20.41	4.534
21	0.586	15.323	12.529	2.733
22	0.859	21.187	14.036	4.074
23	0.82	36.791	-64.722	3.934
24	1.211	22.264	31.293	5.897
25	0.781	23.764	-48.122	3.849
26	0.937	17.365	-61.189	4.511
27	0.937	10.026	-91.245	4.547
28	0.664	27.81	8.881	3.2
29	0.976	21.641	-77.989	4.748
30	1.484	19.607	-89.226	7.313
31	0.976	25.208	-1.193	4.744
32	0.742	13.834	25.866	3.624
33	0.742	14.541	32.829	3.645
34	0.625	21.966	-1.273	2.965
35	0.469	13.347	-112.751	2.214
36	0.82	16.105	0.971	3.887
37	0.742	19.205	35.417	3.638
38	0.937	17.772	-2.49	4.55
39	0.781	19.907	-75.964	3.667
40	0.664	23.338	16.699	3.095
41	0.781	15.783	-38.418	3.657
42	0.976	14.108	-57.995	4.661
43	1.133	20.686	50.856	5.479
44	1.094	11.969	-153.435	5.303
45	0.976	18.659	-17.281	4.657
46	0.937	17.021	-126.119	4.526
47	1.289	15.836	14.697	6.232
48	0.976	23.186	22.249	4.698
49	1.133	23.507	-14.534	5.512
50	1.172	23.691	-78.111	5.756

51	2.265	22.608	-25.659	11.182
52	1.133	18.424	-12.529	5.466
53	0.742	10.071	24.444	3.582
54	0.781	11.75	-23.806	3.672
55	1.133	21.535	-32.55	5.51
56	1.133	14.955	40.711	5.605
57	0.898	12.104	-114.228	4.334
58	0.664	19.686	21.801	3.193
59	1.015	17.096	-67.989	5.009
60	1.797	26.687	-127.255	8.814
61	1.094	19.705	1.081	5.238
62	0.781	21.901	-18.925	3.656
63	0.82	19.66	-87.138	3.958
64	1.367	17.734	22.751	6.643
65	0.859	16.35	-5.44	4.169
66	1.523	16.494	49.236	7.567
67	0.898	13.806	-30.069	4.339
68	0.742	27.828	-47.203	3.636
69	1.094	23.393	43.493	5.312
70	0.976	19.077	-104.323	4.793
71	1.328	19.644	-58.736	6.474
72	1.289	9.544	-45.63	6.359
73	0.664	15.031	-106.189	3.19
74	1.367	29.395	-133.191	6.641
75	0.898	11.23	-11.56	4.438
76	1.055	14.153	23.051	5.047
77	0.976	14.409	-140.042	4.77
78	1.523	9.543	-109.855	7.564
79	1.172	15.901	-132.207	5.736
80	1.562	22.121	-71.333	7.718
81	0.859	19.956	-106.314	4.221
82	0.976	14.284	-79.16	4.729
83	1.015	17.478	-32.735	4.934
84	1.055	13.611	-43.452	5.172
85	0.937	27.576	-48.468	4.62
86	1.523	36.282	-67.782	7.578
87	1.679	13.834	21.038	8.258
88	1.328	19.828	3.521	6.435
89	0.82	22.671	-4.289	3.964
90	1.172	28.136	-40.815	5.745
91	1.055	12.959	-60.945	5.087
92	1.015	19.241	-36.193	5.02
93	0.781	23.264	13.671	3.763
94	1.094	25.455	-17.418	5.282
95	1.328	14.151	-97.765	6.582
96	2.031	29.48	-101.31	10.077
97	1.406	29.191	-64.885	6.984
98	1.875	19.178	-3.652	9.307
99	1.289	28.594	-15.333	6.353
100	0.625	16.493	54.689	2.906

L.5.4.2 Waktu Sintesis 30 Menit

No	Area	StdDev	Angle	Lebar (μm)
1	1.25	31.01	-45	6.149
2	0.625	18.927	-30.964	2.881
3	0.781	16.938	26.565	3.756
4	0.703	20.467	-37.875	3.38
5	0.664	16.625	-90	3.162
6	0.937	19.565	-80.134	4.614
7	1.015	26.941	-94.667	4.858
8	1.445	20.09	-98.686	7.197
9	0.547	11.987	-72.255	2.594
10	1.601	43.361	4.289	7.927
11	1.172	28.301	-15.945	5.755
12	0.859	22.477	-14.036	4.074
13	0.625	26.866	36.87	2.964
14	0.703	31.812	-3.366	3.365
15	0.937	20.375	-80.134	4.614
16	1.406	30.063	6.52	6.962
17	0.781	14.214	-8.973	3.801
18	1.133	26.844	-111.038	5.505
19	0.664	22.338	-60.255	3.187
20	0.898	26.629	-76.608	4.266
21	0.703	42.243	-90	3.36
22	1.015	30.552	-14.036	4.889
23	0.703	35.074	0	3.261
24	0.82	32.169	0	3.854
25	0.508	25.419	53.616	2.332
26	1.172	27.85	-36.674	5.791
27	0.781	24.354	16.991	3.72
28	1.172	29.3	-54.926	5.675
29	0.781	20.478	75.964	3.667
30	0.664	20.322	-90	3.063
31	0.82	22.3	-50.194	3.859
32	1.523	37.202	2.291	7.417
33	1.445	25.908	66.28	7.124
34	0.82	20.277	-48.013	3.988
35	0.859	28.782	-2.793	4.056
36	0.703	31.47	40.236	3.365
37	0.781	30.385	62.745	3.668
38	0.898	29.206	41.309	4.341
39	1.172	25.617	59.036	5.762
40	1.328	18.297	125.134	6.525
41	0.781	12.645	-57.995	3.729
42	0.664	32.893	5.528	3.078
43	1.015	36.566	-7.97	4.989
44	0.742	21.991	31.504	3.593
45	0.625	10.482	46.332	3.005
46	0.82	23.781	40.914	3.923
47	1.406	16.401	-47.891	6.926
48	0.664	33.436	-82.875	3.187
49	0.859	27.711	-54.782	4.112
50	0.664	19.502	-60.255	3.187

51	1.133	24.387	-120.619	5.626
52	0.469	12.216	25.346	2.077
53	0.976	18.532	3.652	4.654
54	1.094	19.059	-46.507	5.312
55	0.781	13.419	-64.093	3.845
57	0.937	28.259	-2.49	4.55
58	1.015	23.049	-45	4.891
59	1.64	28.431	-57.475	8.086
60	1.172	28.877	-55.491	5.756
61	0.781	37.447	-32.005	3.729
62	0.586	32.433	49.399	2.733
63	0.664	32.397	-14.036	3.259
64	0.781	24.152	49.236	3.783
65	0.859	24.945	-83.047	4.081
66	0.664	24.824	-25.769	3.182
67	0.742	19.855	-34.992	3.619
68	1.211	25.378	-114.842	5.88
69	1.172	31.186	39.428	5.757
70	0.859	21.806	-101.041	4.128
71	0.742	26.394	-42.709	3.496
72	1.015	20.464	39.369	4.985
73	0.859	16.431	-62.819	4.11
74	0.937	18.245	-7.431	4.584
75	0.976	22.41	17.281	4.657
76	1.172	18.12	-42.207	5.736
77	1.015	15.999	-9.09	5.004
78	0.703	20.492	-58.173	3.373
79	0.898	14.747	-105.593	4.411
80	0.625	18.133	-115.71	2.961
81	0.859	21.572	-52.595	4.229
82	1.055	17.656	-27.051	5.215
83	0.898	21.942	24.228	4.334
84	1.562	21.778	-101.165	7.655
85	0.742	18.2	-22.38	3.633
86	0.976	23.269	3.576	4.752
87	1.367	31.926	-78.198	6.764
88	0.703	27.832	30.964	3.457
89	0.781	38.187	0	3.656
90	0.781	28.573	-33.275	3.782
91	0.937	16.821	-90	4.545
92	0.586	30.186	43.531	2.726
93	1.289	32.041	61.46	6.412
94	1.015	23.022	33.366	4.851
95	1.25	23.186	-30.324	6.067
96	0.703	18.789	-90	3.261
97	0.625	14.939	35.311	2.906
98	0.664	15.261	60.255	3.187
99	1.367	27.963	-96.71	6.766
100	1.133	16.833	10.125	5.621

L.5.4.3 Waktu Sintesis 45 Menit

No	Area	StdDev	Angle	Lebar (μm)
1	0.739	24.178	-70.56	3.556
2	0.778	17.735	68.749	3.809
3	0.545	25.604	-77.005	2.631
4	1.167	25.888	-74.055	5.744
5	1.089	26.48	2.121	5.329
6	1.245	25.863	-102.225	6.054
7	1.206	23.839	-8.673	5.886
8	0.506	28.111	-55.008	2.408
9	0.856	28.943	-12.68	4.043
10	1.128	23.94	-6.116	5.554
11	1.089	33.917	-115.145	5.338
12	1.673	25.307	-94.821	8.214
13	0.7	23.666	-54.462	3.393
14	0.584	32.956	2.045	2.763
15	0.934	29.499	-19.231	4.491
16	0.817	30.86	-17.103	4.024
17	0.739	34.189	-96.34	3.572
18	0.778	26.317	-113.806	3.665
19	0.895	19.573	-113.025	4.286
20	1.011	32.866	62.403	4.896
21	1.128	40.939	58.861	5.531
22	0.661	34.516	-40.03	3.22
23	1.245	39.029	82.528	6.067
24	0.661	23.15	33.69	3.2
25	0.622	37.464	30.964	2.875
26	1.167	25.582	-22.543	5.659
27	0.739	38.083	-109.983	3.463
28	0.778	36.461	-1.507	3.749
29	0.934	18.208	-18.825	4.584
30	0.661	21.232	50.194	3.081
31	0.545	11.251	-159.444	2.528
32	1.167	26.108	-75.005	5.717
33	1.634	45.012	-67.543	8.003
34	0.545	9.512	-87.797	2.566
35	0.467	31.343	41.186	2.097
36	1.05	41.264	-103.241	5.167
37	0.661	39.997	-5.356	3.17
38	0.661	9.928	-61.821	3.133
39	0.895	21.097	17.592	4.242
40	0.584	24.263	-57.995	2.791
41	0.895	34.681	-29.427	4.416
42	1.011	33.74	-70.498	5.022
43	1.284	24.182	-50.774	6.238
44	0.934	25.419	20.41	4.525
45	0.622	29.411	-111.448	2.967
46	0.7	25.219	-155.695	3.355
47	0.661	22.057	-10.954	3.114
48	1.128	36.915	-4.086	5.537
49	0.934	17.442	-115.463	4.588
50	1.011	22.371	-6.981	4.868
51	1.128	31.731	-94.086	5.537
52	0.739	26.929	-42.709	3.49
53	0.622	14.503	-101.31	3.017
54	1.089	33.006	-74.932	5.311
55	0.895	45.595	-9.246	4.296
56	0.778	22.795	-99.211	3.697
57	0.817	29.69	-79.824	3.908
58	1.089	25.929	-42.709	5.234
59	0.778	33.57	53.746	3.669
60	1.089	21.701	12.995	5.263
61	1.323	23.17	-24.228	6.489
62	1.05	30.497	24.624	5.207
63	0.778	20.158	-7.496	3.78
64	0.584	29.78	-27.474	2.779
65	0.545	13.675	-30.579	2.52
66	0.895	25	10.305	4.41
67	0.895	38.407	-60.573	4.416
68	1.05	24.256	-64.916	5.118
69	0.934	24.014	-92.49	4.541
70	0.934	36.191	-82.569	4.575
71	0.778	29.726	-72.031	3.836
72	0.817	20.537	55.125	3.967
73	0.778	28.578	-105.524	3.685
74	1.828	42.834	-74.141	9.022
75	0.934	25.211	-100.081	4.507
76	0.739	27.513	-138.366	3.563
77	1.011	37.156	-63.435	4.851
78	0.934	24.464	33.69	4.623
79	1.05	35.841	-108.083	5.083
80	0.739	23.318	25.866	3.617
81	0.895	30.745	-78.179	4.333
82	1.284	28.909	-90.895	6.312
83	1.401	29.57	55.408	6.948
84	1.089	30.552	-12.995	5.263
85	1.595	31.166	-32.905	7.988
86	0.739	27.978	-77.471	3.637
87	0.895	31.032	32.276	4.432
88	0.661	18.926	-60.255	3.18
89	0.934	33.114	-129.806	4.621
90	1.478	25.448	-149.3	7.34
91	1.206	24.512	-124.216	5.963
92	1.011	23.027	2.291	4.935
93	0.934	22.259	-39.806	4.621
94	1.401	44.154	-64.885	6.971
95	1.011	29.824	-40.101	4.899
96	0.856	15.078	-43.025	4.047
97	0.895	34.586	5.194	4.357
98	0.934	26.82	15.255	4.498
99	0.506	32.57	-12.265	2.321
100	0.506	22.665	-36.384	2.327

LAMPIRAN 6. JADWAL PELAKSANAAN PENELITIAN SKRIPSI

Nama/NIM : Navidatul Rochmatul Mi'roj/19630077
 Dosen Pembimbing : Nur Aini, M.Si
 Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Gadolinium (III) dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H₃BTC) Menggunakan Metode Sonokimia

No.	Kegiatan	Tanggal Kegiatan
1	Pelaksanaan seminar proposal skripsi	08 Mei 2023
2	Disetujui oleh pembimbing skripsi untuk perijinan masuk di laboratorium	22 Juni 2023
3	Disetujui oleh ketua laboratorium dan ketua prodi untuk perijinan masuk laboratorium	23 Juli 2023
4	Mulai masuk laboratorium untuk mengumpulkan data penelitian skripsi	10 Juli 2023
5	Mulai proses penulisan pembahasan hasil data penelitian skripsi	09 September 2023
6	Disetujui perijinan bebas tanggungan di laboratorium	
7	Mengikuti ujian komprehensif tulis bidang kimia dan status lulus	13 September 2022
8	Mengikuti ujian komprehensif tulis bidang agama dan status lulus	14 April 2023
9	Mendaftar seminar hasil	08 November 2023
10	Pelaksanaan seminar hasil	27 November 2023
11	Mendaftar ujian skripsi	07 Desember 2023
12	Pelaksanaan ujian skripsi	13 Desember 2023
13	Selesai revisi naskah setelah ujian skripsi	20 Desember 2023

Malang, 13 Desember 2023
 Mengetahui,
 Dosen Pembimbing Skripsi

Nur Aini, M.Si

LAMPIRAN 7. RENCANA ANGGARAN PENELITIAN SKRIPSI

Nama/NIM : Navidatul Rochmatul Mi'roj/19630077
 Dosen Pembimbing : Nur Aini, M.Si
 Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Gadolinium (III) dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H₃BTC) Menggunakan Metode Sonokimia

No.	Uraian	Merk	Jumlah	Satuan	Harga Satuan	Jumlah	Sumber Dana	Tempat Pembelian/Analisa
1	Gd(NO ₃) ₃ .6H ₂ O	Sigma aldrich					Subsidi	
2	H ₃ BTC	Sigma aldrich	900	mL	285.000	285.000	Dana RKM	Sigmaaldrich.com
3	Etanol 96%		1	L	35.000	35.000	Dana RKM	Panadia
4	DMF	Merck 103053	600	mL	1.300	780.000	Dana RKM	Shagufta Laboratory
5	Aquades		5	liter	5.000	5.000	Dana RKM	Panadia
6	Tissue	NICE	5	pack	10.000	50.000	Mandiri	Nura Gemilang
7	Kertas Saring	Whatman 42	35	biji	7.500	262.500	Mandiri	Nura Gemilang
8	Alumunium Foil	Clean pak	1	meter	8.000	8.000	Dana RKM	Nura Gemilang
9	Botol Sampel		6	biji	2.000	12.000	Mandiri	Nura Gemilang
10	Karakterisasi Powder XRD		3	sampel	278.000	834.000	Dana RKM	Greenlabs Bandung
11	Karakterisasi SEM EDX		3	sampel	450.000	1.350.000	Mandiri	Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Malang, 13 Desember 2023
 Mengetahui,
 Dosen Pembimbing Skripsi

Nur Aini, M.Si