

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

SKRIPSI

**Oleh:
NIDYA FITRI AMALIA
NIM. 19630090**



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

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

SKRIPSI

Oleh:
NIDYA FITRI AMALIA
NIM .19630090

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

LEMBAR PENGESAHAN

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

SKRIPSI

Oleh:
NIDYA FITRI AMALIA
NIM. 19630090

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 5 Desember 2023

Pembimbing I



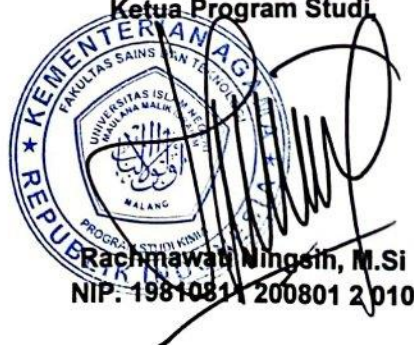
Nur Aini, M.Si
NIP. 19840608 201903 2 009

Pembimbing II



Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si
NIP. 19831226 201903 2 008

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**



Rachmawati Ningseth, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

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

SKRIPSI

Oleh:
NIDYA FITRI AMALIA
NIM.19630090

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

- | | | |
|-----------------------|---|---|
| 1. Penguji Utama | : Diana Candra Dewi, M.Si.
NIP. 19770720 200312 2 001 | (.....

.....) |
| 2. Ketua Penguji | : Susi Nurul Khalifah, M.Si.
NIP. 19851020 2019003 2 012 | (.....

.....) |
| 3. Sekretaris Penguji | : Nur Aini, M.Si.
NIP. 19840608 201903 2 009 | (.....

.....) |
| 4. Anggota Penguji | : Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.
NIP. 19831226 201903 2 008 | (.....

.....) |

Mengesahkan,
Ketua Program Studi


Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 1981081 1200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nidya Fitri Amalia

NIM : 19630090

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Gadolinium (III) dengan Ligan 1,3,5 - Benzenatrikarboksilat (H_3BTC) Menggunakan Metode Solvotermal

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

Malang, 18 Desember 2023

Yang membuat pernyataan



Nidya Fitri Amalia
Nim.19630090

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah puji Syukur kepada Allah SWT. Yang telah memberikan nikmat yang sangat luar biasa, memberi saya kekuatan, memberkati saya dengan ilmu pengetahuan serta memperkenalkan saya dengan cinta. Atas karunia serta kemudahan yang engkau berikan, akhirnya skripsi dapat terselesaikan. Sholawat serta salam selalu tercurah limpahkan kepada baginda Rasulullah Muhammad SAW. Segala perjuangan saya hingga titik ini, saya persembahkan teruntuk orang – orang hebat yang selalu menjadi penyemangat, menjadi alasan aku kuat sehingga bisa menyelesaikan skripsi ini. Sebagai ucapan terima kasih skripsi ini saya persembahkan kepada:

Kedua orang tua tercinta Ayahanda Ir. Julianto dan Ibunda Anik Sulistiowati, sebagai tanda bakti dan hormat serta rasa terimakasih yang tiada terhingga saya persembahkan skripsi ini kepada ibu dan ayah yang telah memberikan kasih sayang dan segala dukungan, dan cinta kasih yang tiada terhingga yang hanya dapat saya balas dengan selembar kertas ini yang tertulis kata cinta dan persembahan. Semoga ini menjadi langkah awal untuk membuat ibu dan ayah bahagia, karena saya sadar selama ini belum bisa berbuat yang lebih. Untuk kedua orang tuaku yang paling saya cintai terima kasih banyak karena telah memberikan banyak motivasi, selalu mendoakanku, selalu menyiram kasih sayang dan selalu menasehatiku untuk menjadi yang lebih baik. Terima kasih telah berjuang untuk kehidupan saya. Sehat selalu dan hiduplah lebih lama lagi ibu dan ayah harus selalu ada disetiap perjalanan dan pencapaian hidup saya!!

Dengan rasa syukur dan cinta yang mendalam, skripsi ini kupersembahkan untukmu. Terima kasih atas dukungan tanpa batas, inspirasi tak henti, dan keberadaanmu yang memberikan warna khusus dalam setiap langkah penulisan ini. Semoga skripsi ini bukan hanya cerminan capaian pribadiku, tetapi juga simbol perjuangan dan kebahagiaan kita bersama. Bersama menuju masa depan yang penuh prestasi dan cinta, terima kasih telah menjadi sahabat sejati dan pendamping hidupku.

Nidya Fitri Amalia, diri saya sendiri. Apreasi sebesar – besarnya karena telah bertanggung jawab untuk menyelesaikan apa yang telah dimulai. Terimakasih karena terus berusaha dan tidak menyerah, serta menikmati setiap proses yang bisa dibilang tidak mudah. Terimakasih telah berusaha dan berjuang sejauh ini. Mampu mengendalikan diri walaupun banyak tekanan dari luar keadaan dan tidak pernah memutuskan menyerah sesulit apapun proses penyusunan skripsi ini dengan menyelesaikan semaksimal mungkin.

MOTTO

“The larger the group, the more toxic, the more of your beauty as an individual you have to surrender for the sake of group thought. And when you suspend your individual beauty you also give up a lot of your humanity.

You will do things in the name of a group that you would never do on your own. Injuring, hurting, killing, drinking are all part of it, because you’ve lost your identity, because you now owe your allegiance to this thing that’s bigger than you are, and that controls you.”

(George Carlin)

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur bagi Allah SWT atas segala nikmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Gadolinium (III) dengan Ligan asam-1,3,5-benzenatrikarboksilat (H₃BTC) Menggunakan Metode Solvotermal”**. Sholawat serta salam tak lupa penulis panjatkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menuntun umatnya dari zaman kegelapan menuju zaman yang terang benderang yakni agama islam. Penulis mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang tertulis dibawah ini karena skripsi ini tidak akan selesai tanpa bantuan dari berbagai pihak antara lain:

1. Bapak Ir. Julianto dan Ibu Anik Sulistiowati selaku orang tua yang selalu mendukung dan memberikan dorongan agar segera menyelesaikan studi.
2. Ibu Nur Aini, M.Si selaku dosen pembimbing skripsi yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan dengan sabar hingga selesai pengerjaan skripsi.
3. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku dosen pembimbing agama yang memberikan pengarahan dalam integrasi dari ayat al-Qur'an.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku ketua Program Studi Kimia yang memberikan semangat untuk segera menyelesaikan studi.
5. Seluruh dosen dan staff Program Studi Kimia yang telah memberikan wawasan, pengalaman, dan ilmu pengetahuan baru untuk bekal di masa depan.
6. Teman – teman seperbimbingan tanah jarang yang telah memberikan ilmu dan pengalaman yang sangat berharga.
7. Aprizia Ayusintia Dewi, A.Md.Kes selaku sahabat saya yang selalu mendengarkan keluhan kesah dan memberikan saran yang membangun semangat untuk menyelesaikan studi.
8. Teman – teman Kimia Angkatan 2019 “Squad Uranium” yang selalu memberikan doa, dukungan dan berjuang bersama.
9. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan secara satu persatu dalam menyelesaikan proposal ini baik berupa moral maupun materil.

Proses pembuatan skripsi ini penulis sadari masih terdapat banyak kekurangan. Maka dari itu, penulis mengharapkan kritik dan saran dari pembaca untuk skripsi yang lebih baik. Semoga hasil yang penulis lakukan dapat bermanfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan selanjutnya.

Malang, 8 Desember 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN	Error! Bookmark not defined.
LEMBAR PERSETUJUAN	Error! Bookmark not defined.
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	Error! Bookmark not defined.
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	ix
MOTTO.....	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR TABEL	xix
DAFTAR LAMPIRAN	xxi
ABSTRAK.....	xxiii
ABSTRACT	xxv
ملخص البحث.....	xxvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan.....	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Karakteristik Unsur Logam Tanah Jarang	7
2.2 Karakteristik Kompleks Berbasis Ion Logam Gadolinium	8
2.3 Ligan H ₃ BTC Sebagai Ligan Pengompleks	11
2.4 Senyawa Kompleks Gadolinium dengan Ligan H ₃ BTC	12
2.5 Sintesis Kompleks Gadolinium Menggunakan Metode Solvotermal	17
BAB III METODE PENELITIAN.....	21
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	21
3.2 Alat dan Bahan	21
3.2.1 Alat	21
3.2.2 Bahan	21
3.3 Rancangan Penelitian.....	21
3.4 Tahapan Penelitian	21
3.5 Prosedur Kerja.....	22
3.5.1 Sintesis Senyawa Kompleks Gadolinium(III)–H ₃ BTC Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Suhu 80, 100, 120°C	22
3.5.2 Karakterisasi dan Analisis Data Senyawa Kompleks Gadolinium(III)–H ₃ BTC Menggunakan <i>Powder X-Ray Diffraction</i> (P-XRD)	22
3.5.3 Karakterisasi dan Analisis Data Senyawa Kompleks Gadolinium(III)–H ₃ BTC Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM-EDS)	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	Error! Bookmark not defined.
4.1 Hasil Sintesis Solvotermal Kompleks Gadolinium (III) – H ₃ BTC	Error! Bookmark not defined.
4.2 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis.....	Error! Bookmark not defined.
4.2.1 Hasil Karakterisasi Kompleks Gadolinium (III) – H ₃ BTC Menggunakan <i>Powder X-Ray Diffraction</i> (P-XRD)	Error! Bookmark not defined.

4.2.2 Hasil Karakterisasi Kompleks Gadolinium (III) – H₃BTC Menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)..... **Error! Bookmark not defined.**
4.2.3 Sintesis Solvothermal Kompleks Gadolinium (III) - H₃BTC dalam Prespektif Islam **Error! Bookmark not defined.**

BAB V PENUTUP..... **Error! Bookmark not defined.**

5.1 Kesimpulan **Error! Bookmark not defined.**
5.2 Saran **Error! Bookmark not defined.**

DAFTAR PUSTAKA..... **26**

LAMPIRAN..... **Error! Bookmark not defined.**

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1	Struktur Gd-DTPA	8
Gambar 2. 2	Struktur kompleks Gd ₇ N atau Gd-BDC.....	9
Gambar 2. 3	Struktur Kompleks [Gd ₂ (TPO) ₂ (HCOO)·(Me ₂ NH ₂)·(DMF) ₄ ·(H ₂ O) ₆]	10
Gambar 2. 4	Struktur asam trimesat.....	11
Gambar 2. 5	Struktur kristal Ce-BTC.....	12
Gambar 2. 6	Struktur kristal [Gd(BTC)(H ₂ O)-DMF].....	14
Gambar 2. 7	Struktur kristal kompleks Gd-DMF yang disintesis (a), kompleks Gd yang telah diaktivasi (b), dan kompleks Gd yang telah ditukar dengan air (c)	14
Gambar 2. 8	Pola PXRD dari kompleks Gd-DMF, kompleks Gd, kompleks Gd-H ₂ O	15
Gambar 2. 9	Pola PXRD kompleks Gd(BTC)(DMF) ₂ (H ₂ O)	16
Gambar 2. 10	Pola PXRD kompleks [Gd(btc)(H ₂ O)]·(H ₂ O) ₅	16
Gambar 2. 11	Hasil sifat kemagnetan senyawa kompleks Gd-DMF, kompleks Gd, kompleks Gd-H ₂ O	17
Gambar 2. 12	Pengaruh penambahan pelarut sintesis NH ₂ -MIL-53(Al).....	18
Gambar 2. 13	Morfologi kompleks Gd-BTC.....	19
Gambar 4.1	(a) Produk hasil sintesis Gd-BTC suhu 80°C setelah di keringkan dalam oven; (b) Produk hasil sintesis Gd-BTC suhu 100°C setelah di keringkan dalam oven; (c) Produk hasil sintesis Gd-BTC suhu 120°C setelah di keringkan dalam oven Error! Bookmark not defined.	
Gambar 4.2	Pola difraktogram hasil sintesis dengan variasi suhu	Error! Bookmark not defined.
Gambar 4.3	Pergeseran pola difraktogram hasil sintesis dengan variasi suhu	Error! Bookmark not defined.
Gambar 4.4	Mikrograf SEM kompleks Gd-BTC suhu 80°C... Error! Bookmark not defined.	
Gambar 4.5	Mikrograf SEM kompleks Gd-BTC suhu 100°C. Error! Bookmark not defined.	
Gambar 4.6	Mikrograf SEM kompleks Gd-BTC suhu 120°C. Error! Bookmark not defined.	
Gambar 4.7	(a) Mikrogram SEM panjang partikel pada kompleks Gd-BTC suhu 80°C dengan perbesaran 500x (b) Mikrogram SEM panjang partikel pada kompleks Gd-BTC suhu 100°C dengan perbesaran 500x (c) Mikrogram SEM panjang partikel pada kompleks Gd-BTC suhu 120°C .. Error! Bookmark not defined.	
Gambar 4.8	(a) Mikrogram SEM lebar partikel pada kompleks Gd-BTC suhu 80°C dengan perbesaran 500x (b) Mikrogram SEM lebar partikel pada kompleks Gd-BTC suhu 100°C dengan perbesaran 500x (c) Mikrogram SEM lebar partikel pada kompleks Gd-BTC suhu 120°C ... Error! Bookmark not defined.	
Gambar L.4. 1	Difraktogram kompleks Gd-BTC 80°C Error! Bookmark not defined.	
Gambar L.4. 2	Difraktogram kompleks Gd-BTC 100°C	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 3	Difraktogram kompleks Gd-BTC 120°C	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 4	Ukuran panjang kompleks Gd-BTC dengan perbesaran 500x	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 5	Hasil EDS ukuran lebar kompleks Gd-BTC.....	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 6	Mikrograf kompleks Gd-BTC 80°C.....	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 7	Mikrograf kompleks Gd-BTC 100°C.....	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 8	Mikrograf kompleks Gd-BTC 120°C.....	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 9	Hasil EDX kompleks Gd-BTC 80°C	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 10	Hasil EDX kompleks Gd-BTC 100°C	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 11	Hasil EDX kompleks Gd-BTC 120°C	Error! Bookmark not defined.
Gambar L.4. 12	Hasil Stacking Puncak XRD Standar dengan Puncak XRD Hasil Sintesis Error! Bookmark not defined.	

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Unsur – unsur logam tanah jarang	7
Tabel 2. 2 Data penelitian sebelumnya dari kompleks gadolinium dengan ligan karboksilat 13	
Tabel 4. 1 Massa padatan Gd-BTC yang diperoleh setelah sintesis	Error! Bookmark not defined.
Tabel 4. 2 Data kristalinitas produk sintesis	Error! Bookmark not defined.
Tabel 4. 3 Ukuran kristal hasil sintesis	Error! Bookmark not defined.
Tabel 4. 4 Hasil analisis distribusi ukuran panjang dan diameter partikel Gd-BTC	Error! Bookmark not defined.
Tabel 4. 5 Data hasil EDS kompleks Gd-BTC	Error! Bookmark not defined.

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir	Error! Bookmark not defined.
L.1.1 Sintesis Senyawa Kompleks Gadolinium (III)-H ₃ BTC Menggunakan Metode Solvotermal Pada Variasi Suhu 80, 100, 120°C	Error! Bookmark not defined.
L.1.2 Karakterisasi Menggunakan XRD	Error! Bookmark not defined.
L.1.3 Karakterisasi Menggunakan SEM	Error! Bookmark not defined.
Lampiran 2. Perhitungan	Error! Bookmark not defined.
L.2.1 Perhitungan Massa Senyawa Gd(NO ₃) ₃ .6H ₂ O	Error! Bookmark not defined.
L.2.2 Perhitungan Massa Senyawa H ₃ BTC	Error! Bookmark not defined.
L.2.3 Perhitungan Ukuran Kristal	Error! Bookmark not defined.
L.2.4 Perhitungan Derajat Kristalinitas	Error! Bookmark not defined.
Lampiran 3. Rancangan Anggaran Biaya (RAB)	Error! Bookmark not defined.
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD	Error! Bookmark not defined.
L.4.1 Hasil XRD Kompleks Gd-BTC 80°C	Error! Bookmark not defined.
L.4.2 Hasil XRD Kompleks Gd-BTC 100°C	Error! Bookmark not defined.
L.4.3 Hasil XRD Kompleks Gd-BTC 120°C	Error! Bookmark not defined.
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi SEM	Error! Bookmark not defined.
L.5.1 Hasil EDS Ukuran Panjang Kompleks Gd-BTC.....	Error! Bookmark not defined.
L.5.2 Hasil EDS Ukuran Diameter Kompleks Gd-BTC	Error! Bookmark not defined.
L.5.3 Mikrograf Kompleks Gd-BTC 80°C.....	Error! Bookmark not defined.
L.5.4 Mikrograf Kompleks Gd-BTC 100°C.....	Error! Bookmark not defined.
L.5.5 Mikrograf Kompleks Gd-BTC 120°C.....	Error! Bookmark not defined.
L.5.6 Hasil EDX Kompleks Gd-BTC 80°C	Error! Bookmark not defined.
L.5.7 Hasil EDX Kompleks Gd-BTC 100°C.....	Error! Bookmark not defined.
L.5.8 Hasil EDX Kompleks Gd-BTC 120°C	Error! Bookmark not defined.
Lampiran 6. Perhitungan Rasio Mol Berdasarkan Hasil EDX Error! Bookmark not defined.	Error! Bookmark not defined.
L.6.1 Variasi 80°C	Error! Bookmark not defined.
L.6.2 Variasi 100°C	Error! Bookmark not defined.
L.6.3 Variasi 120°C	Error! Bookmark not defined.
Lampiran 7. Hasil Stacking Puncak XRD Standar dengan Puncak XRD Hasil Sintesis	Error! Bookmark not defined.

ABSTRAK

Amalia, Nidya Fitri. 2023. **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Gadolinium (III) dengan Ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H₃BTC) Menggunakan Metode Solvotermal**. Proposal Penelitian. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si.; Pembimbing II: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

Kata Kunci: Gadolinium(III), Ligan H₃BTC, Solvotermal, Suhu

Gadolinium merupakan salah satu unsur logam tanah jarang yang bersifat paramagnetik sangat kuat karena memiliki tujuh elektron valensi serta memiliki tingkat energi terluar 4f yang sebagian terisi elektron, memiliki karakteristik tingkat energi yang menginduksi eksitasi dalam proses luminisensi. Selain itu, gadolinium juga memiliki pori – pori yang dapat digunakan sebagai penyimpanan gas. Ligan yang digunakan dalam sintesis yaitu ligan 1,3,5-Benzenatrikarboksilat (H₃BTC). Ligan H₃BTC lebih banyak digunakan sebagai ligan dalam pembentukan kompleks karena kemampuan gugus karboksilatnya untuk membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan logam dan ikatan hidrogen dengan senyawa lain, seperti H₂O. H₃BTC termasuk dalam asam karboksilat yang sangat simetris dan dapat digunakan sebagai bahan penyusun dalam sintesis supramolekul karena memiliki potensi untuk menciptakan bentuk dan khas melalui ikatan hidrogen. Ligan H₃BTC yang bereaksi dengan logam gadolinium membentuk senyawa kompleks yang bersifat paramagnetik. Ketika gadolinium berikatan terlebih dahulu dengan satu molekul air sebelum berikatan dengan ligan H₃BTC. Adanya koordinat air tersebut akan membuat gadolinium lebih efektif dalam penurunan toksisitas.

Senyawa kompleks gadolinium(III) dengan ligan H₃BTC disintesis menggunakan metode solvotermal dengan variasi suhu 80, 100, 120°C. Rasio mol yang digunakan yaitu logam : ligan (1:2). Produk hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui ukuran partikel, bentuk morfologi, dan komposisi unsur dari senyawa.

Produk yang telah disintesis dengan metode solvotermal dengan variasi suhu 80, 100, dan 120°C berbentuk serbuk berwarna putih, diperoleh rata – rata massa produk pada suhu 80, 100, 120°C berturut – turut sebesar 0,2012 gram; 0,2035 gram; 0,2105 gram. Massa produk yang diperoleh semakin banyak dengan semakin besar suhu sintesis. Analisis *powder XRD* menunjukkan bahwa masing – masing kompleks Gd-BTC teridentifikasi memiliki sistem kristal tetragonal dengan space group P4₁22 dan suhu sintesis yang paling efektif adalah 100°C dengan derajat kristalinitas 98,84% dan ukuran kristal 11,60 nm. Semakin besar suhu sintesis maka semakin besar derajat kristalinitas, jika terlalu tinggi suhu mengakibatkan pergerakan yang terlalu cepat dan acak sehingga menyebabkan pertumbuhan kristal yang tidak teratur dan derajat kristalinitas menurun. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa masing – masing kompleks memiliki bentuk morfologi *microroad* dengan ukuran morfologi yang bervariasi. Semakin besar suhu sintesis diperoleh semakin besar panjang partikel dan semakin kecil diameter partikel. Hasil karakterisasi EDS menunjukkan presentase komposisi unsur Gd-BTC yang teridentifikasi berbeda dengan presentase komposisi unsur pada perhitungan teoritis.

ABSTRACT

Amalia, Nidya Fitri. 2023. **Synthesis and Characterization of Gadolinium (III) Complex Compound with 1,3,5-Benzenetricarboxylate Ligand (H₃BTC) Using Solvothermal Method**. Thesis. Departement of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Nur Aini, M.Si.; Supervisor II: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

Keywords: Gadolinium(III), Ligand H₃BTC, Solvothermal, Temperature

Gadolinium is a rare earth metal element which is very strong paramagnetic because it has seven valence electrons and has an outer energy level of 4f which is partially filled with electrons. It has a characteristic energy level that induces excitation in the luminescence process. Apart from that, gadolinium also has pores that can be used as gas storage. The ligand used in the synthesis is the 1,3,5-Benzenetricarboxylate (H₃BTC) ligand. The H₃BTC ligand is more widely used as a ligand in complex formation because of the ability of its carboxylic group to form coordinating covalent bonds with metals and hydrogen bonds with other compounds, such as H₂O. H₃BTC is a highly symmetric carboxylic acid and can be used as a building block in supramolecular synthesis because it has the potential to create distinctive shapes through hydrogen bonds. The H₃BTC ligand reacts with the gadolinium ligand to form a complex compound that is paramagnetic. When gadolinium binds first to one water molecule before binding to the H₃BTC ligand. The presence of these water coordinates will make gadolinium more effective in reducing toxicity.

Gadolinium(III) complexes with H₃BTC ligands were synthesized using the solvothermal method with temperature variations of 80, 100, 120°C. The mole ratio used is metal: ligand (1:2). The synthesized product will be characterized using *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD) to determine the crystal structure and *Scanning Electron Microscopy* (SEM) to determine particle size, morphology, and elemental composition of compounds.

The product synthesized by the solvothermal method at temperatures of 80, 100, and 120°C is in the form of white powder. The average masses of the products obtained at temperatures of 80, 100, and 120°C are 0.2012 grams, 0.2035 grams, and 0.2105 grams, respectively. The mass of the product obtained increases with higher synthesis temperatures. Powder XRD analysis indicates that each identified Gd-BTC complex has a tetragonal crystal system with space group P4122. The most effective synthesis temperature is 100 degrees Celsius, exhibiting a crystallinity degree of 98.84% and a crystal size of 11.60 nm. Higher synthesis temperatures result in increased crystallinity. However, excessively high temperatures lead to excessively rapid and random movements, causing irregular crystal growth and a decrease in crystallinity degree. SEM characterization results illustrate that each complex has a microroad morphology with varying morphology sizes. Higher synthesis temperatures yield longer particle lengths and smaller particle diameters. EDS characterization reveals that the percentage composition of Gd-BTC elements identified differs from the theoretical composition percentages.

ملخص البحث

أماليا، نيديا فزري. ٢٠٢٣. تخليق وتوصيف مركبات مركب الجادولينيوم (الثالث) مع روابط ١،٣،٥ - بنزينتريكاربوكسييلات (H_3BTC) باستخدام طريقة سولفوثيرمال. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: نور عيني، الماجستير، المشرفة الثانية: ليليك مفتاح الخيرة، الماجستير

الكلمات الرئيسية: الجادولينيوم (الثالث)، ليجند H_3BTC ، سولفوثيرم، درجة الحرارة

الجادولينيوم هو أحد عناصر اللوغان الأرضية النادرة القوية جدا لأنه يحتوي على سبعة إلكترونات تكافؤ وله مستوى طاقة خارجي يبلغ $f4$ مملوء جزئيا بالإلكترونات، وله مستوى طاقة مميز يحفز الإثارة في عملية التلألؤ. بالإضافة إلى ذلك، يحتوي الجادولينيوم أيضا على مسام يمكن استخدامها لتخزين الغاز. الربيطة المستخدمة في التوليف هي الربيطة ١،٣،٥ - بنزينتريكاربوكسييلات (H_3BTC). تستخدم روابط H_3BTC على نطاق واسع كروابط في تكوين معقد نظرا لقدرة مجموعاتها الكربوكسييلات على تكوين روابط تساهمية منسقة مع المعادن وروابط هيدروجينية مع مركبات أخرى، مثل H_2O ينتمي H_3BTC إلى أحماض كربوكسيلية متناظرة للغاية ويمكن استخدامه كوحدة بناء في التخليق فوق الجزيئي لأنه لديه القدرة على إنشاء أشكال مميزة من خلال الروابط الهيدروجينية.

تم تصنيع مركبات الجادولينيوم (الثالث) المعقدة مع روابط H_3BTC باستخدام طرق الذوبان الحراري مع تغيرات في درجات الحرارة تبلغ ٨٠، ١٠٠، ١٢٠ درجة مئوية. نسبة الشامات المستخدمة هي المعدن: ليجند (٢:١). سيتم تمييز المنتجات المركبة باستخدام حيود مسحوق الأشعة السينية (P-XRD) لتحديد البنية البلورية والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) لتحديد حجم الجسيمات والشكل المورفولوجي والتركيب الأولي للمركب.

المنتجات التي تم تصنيعها بطريقة سولفوثيرمال مع تغيرات في درجات الحرارة من ٨٠ و ١٠٠ و ١٢٠ درجة مئوية في شكل مسحوق أبيض، حصلت على متوسط كتلة من المنتجات عند درجات حرارة ٨٠، ١٠٠، ١٢٠ درجة مئوية على التوالي من ٠.٢٠١٢ gram؛ ٠.٢٠٣٥ gram؛ ٠.٢١٠٥ gram. كتلة المنتج التي تم الحصول عليها أكثر وأكثر مع زيادة درجة حرارة التوليف. أظهر تحليل مسحوق XRD أن كل مركب Gd-BTC تم تحديده على أنه يحتوي على نظام بلوري رباعي الزوايا مع مجموعة الفضاء $P4_22$ وكانت درجة حرارة التوليف الأكثر فعالية هي ١٠٠ درجة مئوية بدرجة تبلور ٩٨.٨٤٪ وحجم بلورة ١١.٦٠ نانومتر. كلما زادت درجة حرارة التوليف، زاد طول الجسيمات وأصغر قطر الجزيئات. تظهر نتائج توصيف EDS أن النسبة المئوية لتكوين عنصر Gd-BTC المحددة تختلف عن النسبة المئوية لتكوين العنصر في الحسابات النظرية.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Unsur Tanah Jarang (UTJ) adalah sekelompok logam yang terdiri dari 15 unsur lantanida beserta skandium dan itrium yang termasuk aktinida (Wu et al., 2018). UTJ dibagi menjadi tiga kelompok, yaitu UTJ ringan, sedang, dan berat berdasarkan nomor dan massa atom (Liang et al., 2014). UTJ banyak digunakan dalam berbagai aplikasi industri seperti lampu fosfor, laser, magnet permanen, katalis, superkonduktor, dan keramik karena sifat katalitik, *luminescence*, listrik, elektrokimia, optik, dan magnetik yang unik (Fadhilah, 2013; Naumov, 2008; Davoodi-Nasab et al., 2018a). Suprpto (2009) memberikan informasi bahwa UTJ sebagai material alternatif yang berpotensi sebagai senyawa kompleks. Banyaknya aplikasi UTJ, meningkatkan permintaan UTJ dengan kemurnian yang tinggi dan jumlah yang besar (Davoodi-Nasab et al., 2018a). Di masa mendatang diperkirakan penggunaan tanah jarang akan meluas, terutama unsur tanah jarang tunggal, seperti neodymium, samarium, europium, gadolinium, dan yttrium (Suprpto, 2009).

Ilmu Allah benar – benar di atas segalanya, dalam al – Qur’an Surat Ali Imran ayat 190 – 191 dijelaskan tentang sekelumit dari penciptaan-Nya yang mempunyai banyak manfaat serta memerintahkan agar manusia memikirkannya dan terus mengingat Allah SWT. Begitupun persenyawaan gadolinium yang mempunyai banyak manfaat dalam berbagai bidang industri. Sebagaimana firman Allah sebagai berikut:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka.”* (Q.s Ali Imran 190 – 191)

Ayat 190 ini menjelaskan tentang manusia agar memperhatikan, merenung, dan memikirkan penciptaan Allah baik yang di langit, bumi maupun diantara keduanya. Manusia hendaknya berfikir, karena sesungguhnya dalam penciptaan, yakni kejadian benda – benda seperti matahari, bulan dan jutaan bintang yang terdapat dilangit serta kejadian dan peraturan bumi pada porosnya yang menyebabkan silih bergantinya malam dan siang, perbedaannya baik dalam masa maupun dalam panjang dan pendeknya terdapat tanda – tanda kemahakusaan Allah bagi ulul albab yakni orang – orang yang memiliki akal yang murni.

Ayat 191 dijelaskan oleh Dr. M. Qurais Shihab dalam Tafsir Al – Misbah menjelaskan ciri – ciri Ulul Albab yaitu orang yang terus menerus mengingat Allah SWT dengan ucapan atau dalam hati dalam keadaan apapun. Dan mereka memikirkan penciptaan Allah SWT. Semua yang kita lihat, kita alami pasti diciptakan memiliki maksud dan tujuan, karena Allah SWT tidak mungkin menciptakan sesuatu dengan sia – sia. Begitu juga dengan sintesis persenyawaan gadolinium yang mempunyai banyak manfaat dalam bidang industri seperti laser, luminisensi, fosfor dalam televisi berwarna dan dalam bidang Kesehatan yaitu sebagai agen pengontras MRI (Sofia, 2021).

Gadolinium adalah salah satu unsur kimia yang dapat digunakan sebagai bahan dalam pembuatan luminisensi. Luminisensi merupakan kemampuan suatu zat untuk memancarkan cahaya setelah terkena rangsangan atau eksitasi energi. Pemanfaatan gadolinium dalam bidang luminisensi terutama terkait dengan aplikasi diagnostic medis. Ion gadolinium (Gd^{3+}) memiliki tingkat energi terluar 4f yang sebagian terisi elektron, memiliki karakteristik tingkat energi yang menginduksi eksitasi dalam proses luminisensi. Ion tersebut dapat digunakan sebagai pusat luminisensi dalam fosfor (Shionoya and Yen, 1988). Sifat luminisensi dari fosfor sangat bergantung pada komposisi dan struktur yang dipengaruhi oleh kondisi sintesis seperti halnya temperatur, tekanan dan kondisi lingkungan (Faizal, dkk., 2014). Senyawa kompleks gadolinium dapat dijadikan sebagai agen pengontras dan luminisensi harus berupa nanopartikel dengan ukuran partikel 1 – 1000 nm. Range ukuran kompleks Gd-BTC yang dapat diaplikasikan sebagai luminisensi yaitu 80 – 120 nm (Brunckova, dkk., 2021). Rocca, dkk (2010) melakukan sintesis Gd-BTC, didapatkan morfologi pelat tipis dengan panjang dan lebar dari 400 hingga 1000 nm.

Gadolinium (Gd) merupakan salah satu unsur tanah jarang yang bersifat paramagnetik sangat kuat karena gadolinium memiliki tujuh elektron valensi. memiliki momen magnet sebesar 7,94 J/T. Penggunaan MRI, senyawa gadolinium yang diberikan pada pasien dapat menghasilkan sinyal kontras yang membantu dokter dalam melihat struktur dan kondisi organ dengan lebih jelas. Senyawa kompleks gadolinium dapat digunakan sebagai agen pengontras pada MRI karena sifat paramagnetiknya yang kuat. Senyawa kompleks gadolinium yang umum digunakan sebagai senyawa pengontras adalah Gadolinium (III) dietilentriaminpentaasetat (Gd-DTPA) dan telah direkomendasikan oleh *Food and Drug Agency* (FDA) USA pada tahun 1988 dengan nama jual Magnevist dan secara luas telah digunakan di berbagai negara di dunia (Gunawan dkk., 2006).

Senyawa kompleks Gd-BTC memiliki potensi untuk digunakan sebagai penyimpanan gas, terutama untuk menyimpan dan melepaskan gas seperti hidrogen, metana, atau gas lainnya. Kerangka logam organik seperti Gd-BTC memiliki pori – pori yang dapat menahan molekul gas didalamnya. Kebanyakan pori – pori ini memiliki ukuran yang tepat untuk menampung gas tertentu. Oleh karena itu, senyawa kompleks ini memiliki potensi untuk dijadikan sebagai penyimpanan gas yang efisien. Penggunaan senyawa kompleks Gd-BTC untuk penyimpanan

gas dapat memiliki beberapa keunggulan, seperti kapasitas penyimpanan gas yang tinggi, kemampuan untuk melepaskan gas dengan cepat, dan stabilitas strukturalnya dapat mempertahankan kinerja penyimpanan gas dalam jangka waktu yang lama. Proses penyimpanan gas dalam MOF umumnya bergantung pada ukuran pori dan afinitas MOF untuk gas yang ditargetkan. Setelah pemurnian porositas permanen MOF, isotherm adsorpsi kesetimbangan untuk berbagai gas dikumpulkan untuk memperkirakan selektivitas gas potensial. Selektivitas yang dihitung dari data kesetimbangan tidak menjamin selektivitas tinggi dalam kondisi pemisahan yang dinamis. Peningkatan gas dalam adsorben bersifat sensitive terhadap kondisi operasi. Sebagai contoh yaitu pada proses penghilangan tetrahydrothiophene (THT) dari metana yang tetap mengandung $\text{Cu}_3(\text{BTC})_2$. Warna $\text{Cu}_3(\text{BTC})_2$ berubah dari biru tua menjadi hijau muda yang menunjukkan bahwa THT teradsorpsi ke situs logam terbuka tembaga (Furukawa, dkk., 2013).

Trimesic Acid (TMA) atau disebut dengan asam *benzene-1,3,5-trikarboksilat* (H_3BTC) merupakan turunan benzena yang memiliki tiga gugus karboksilat. H_3BTC lebih banyak digunakan sebagai ligan dalam pembentukan kompleks karena kemampuan gugus karboksilatnya untuk membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan logam. H_3BTC dapat larut dalam air, eter, dan mudah larut dalam alkohol serta dapat menguap pada temperatur yang sangat tinggi tanpa melalui proses peleburan dan sublimasi. H_3BTC termasuk dalam golongan senyawa anionik yang dapat bergabung dengan senyawa kationik baik organik maupun anorganik (Herbstein, 2005). H_3BTC sangat stabil pada media air (H_2O), methanol (CH_3OH) dan etanol (Kumar, dkk, 2021). Penelitian Blomqvist, L. (2022) melaporkan bahwasanya ligan H_3BTC yang bereaksi dengan logam gadolinium membentuk senyawa kompleks yang bersifat paramagnetik. Blomqvist, L (2022) menjelaskan ketika gadolinium berikatan terlebih dahulu dengan satu molekul air sebelum berikatan dengan ligan H_3BTC . Adanya koordinat air tersebut akan membuat gadolinium lebih efektif dalam penurunan toksisitas.

Logam gadolinium banyak disintesis menggunakan ligan DTPA. Gunawan, dkk (2007) dalam penelitiannya mensintesis Gd-DTPA, mereka melakukan pengujian biodistribusi, lipofilisitas, stabilitas serum darah dan *clearance* dengan menggunakan hewan percobaan. Hasil biodistribusi menunjukkan bahwa sediaan Gd-DTPA masih terdapat dalam tubuh tikus putih sekitar 4% dan sisanya diekskresikan melalui urin dan feses. Data hasil *clearance* menunjukkan bahwa sampai dengan 48 jam setelah penyuntikan sekitar 94,5% Gd-DTPA dikeluarkan dari tubuh tikus. Sejumlah kecil yang masih tersisa diduga bukan merupakan bentuk kompleks Gd-DTPA. Namun, pada penelitian ini digunakan ligan H_3BTC karena ligan DTPA memiliki perbedaan dengan ligan H_3BTC . Perbedaan ligan DTPA dan BTC dapat dilihat dari segi sifat stabilitas dan selektivitas. Kompleks (Gd-DTPA) dapat diaplikasikan dalam bidang kesehatan seperti agen pengontras MRI karena Gd memiliki sifat paramagnetik yang kuat. Sedangkan ligan BTC secara umum dapat disintesis dengan logam transisi dan tanah logam jarang. Kompleks ligan BTC ini lebih luas pengaplikasiannya yaitu sebagai katalisis,

penyimpanan dan pemisahan gas, dll. Menurut penelitiannya Schlichte (2004) bahwa senyawa kompleks $\text{Cu}_3(\text{BTC})_2$ dapat diaplikasikan sebagai katalis yaitu Cu-BTC. Pada uji katalis ini direaksikan selama 72 jam dihasilkan rendemen sebesar 57% dengan selektivitas sebanyak 88,5%. Sedangkan uji tanpa katalis dengan direaksikan pada waktu yang sama menghasilkan rendemen dibawah 10%. Sehingga tidak memberikan konversi yang signifikan.

Sintesis senyawa kompleks dapat dilakukan dengan metode Bridgman–Stockbarger, sol gel, hidrotermal, solvotermal. Menurut Noro (2013), metode solvotermal melibatkan pelarut *N,N*-dimetilformamida (DMF) atau *dietil formamida* (DEF) merupakan suatu metode yang efektif untuk mendapatkan kristal dari kompleks polimer yang berkualitas baik dengan ligan tipe karboksilat dan imidazolat. DMF dan DEF mudah mengalami hidrolisis di udara, membentuk asamformat dan HNR_2 (R= Metil dan Etil). Amina yang terbentuk dapat meningkatkan deprotonasi asam karboksilat dan imidazol, serta menyebabkan karboksilat dan imidazolat memiliki kemampuan untuk menjembatani logam pusat. Menurut Nguyen (2021), dalam penelitiannya mensintesis Bismut (III) dengan ligan asam H_3BTC dengan metode solvotermal menggunakan pelarut DMF dan methanol (MeOH) dalam suhu 120 °C selama 24 jam. Hasil dari sintesis tersebut didapatkan struktur Bi-BTC-DMF/MeOH dengan bentuk isomorfik dengan MOF berbasis $\text{Bi}[\text{Bi}(\text{BTC})(\text{H}_2\text{O})]$, pola XRD Bi-BTC-DMF dan Bi-BTC-MeOH sesuai dengan pola XRD senyawa bismuth karboksilat $\text{Bi}_2(\text{O})(\text{OH})(\text{HBTC})(\text{NO}_3)$. Chowdhury (2009) juga mensintesis Cu-BTC dengan metode solvotermal menggunakan pelarut DMF dan etanol dengan variasi suhu 10 °C selama 48 jam dan 100 °C selama 10 jam. Masing – masing dihasilkan kristalinitas yang baik dengan kristal berwarna biru muda berbentuk bulat pada suhu 140 °C dan kristal berwarna biru prusia cerah berbentuk kubus dengan ujung yang tajam pada suhu 100°C. Almáši (2017) juga berhasil mensintesis MOF-76 (Gd) dengan ligan BTC menggunakan metode solvotermal pada suhu 80 °C. Gd(BTC) disintesis menggunakan pelarut DMF dan H_2O , senyawa tersebut mengkristal pada *space group* $P4_122$ dan membentuk struktur batang tiga dimensi yang netral dan monoklinik pada suhu rendah serta tetragonal pada suhu tinggi. Sesuai dengan yang dilaporkan pada penelitian – penelitian sebelumnya, kristal kompleks berbasis unsur tanah jarang seperti gadolinium yang berikatan dengan ligan BTC dapat disintesis menggunakan metode solvotermal dengan pelarut DMF.

Berdasarkan penjelasan tersebut, terdapat peluang untuk dilakukan penelitian mengenai sintesis gadolinium (III) dengan ligan H_3BTC atau Gd-BTC menggunakan metode solvotermal pada berbagai variasi suhu yaitu 80, 100, 120 °C. karena pada penelitian sebelumnya telah dijelaskan bahwasanya kompleks dengan logam transisi atau golongan lantanida pada variasi suhu tersebut kompleks dapat terbentuk atau produk yang dihasilkan terbentuk. Penelitian ini diharapkan menjadi pendukung pengembangan sintesis gadolinium (III) dengan ligan H_3BTC atau Gd-BTC yang lebih baik. Hasil sintesis tersebut nantinya akan dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui perubahan struktur dan SEM untuk ukuran partikel, bentuk morfologi, dan distribusi pertumbuhan kristal.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Bagaimana banyaknya massa produk sintesis senyawa kompleks Gadolinium (III) dengan ligan H₃BTC menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu 80, 100, 120 °C?
2. Bagaimana karakteristik terhadap struktur dari senyawa kompleks Gadolinium (III) dengan ligan H₃BTC yang disintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu 80, 100, 120 °C?
3. Bagaimana morfologi kristal dan komposisi unsur dari senyawa kompleks Gadolinium (III) dengan ligan H₃BTC yang disintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu 80, 100, 120 °C?

1.3 Tujuan

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui banyaknya massa produk sintesis senyawa kompleks Gadolinium (III) dengan ligan H₃BTC menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu 80, 100, 120 °C?
2. Untuk mengetahui karakteristik struktur dari senyawa kompleks Gadolinium (III) dengan ligan H₃BTC yang disintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu 80, 100, 120 °C?
3. Untuk mengetahui morfologi kristal dan komposisi unsur dari senyawa kompleks Gadolinium (III) dengan ligan H₃BTC yang disintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu 80, 100, 120 °C?

1.4 Batasan Masalah

Adapun Batasan masalah pada penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Variasi suhu yang digunakan yaitu 80, 100, 120 °C
2. Metode yang digunakan adalah solvotermal dengan pelarut DMF dan H₂O
3. Karakterisasi yang digunakan adalah XRD dan SEM

1.5 Manfaat

Adapun manfaat dari penelitian ini yaitu didapatkan informasi mengenai kompleks Gadolinium (III) dengan ligan H₃BTC seperti hasil sintesis, pengaruh variasi suhu dan karakterisasi menggunakan XRD dan SEM.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Unsur Logam Tanah Jarang

Unsur tanah jarang merupakan unsur yang sangat langka atau keterdapatannya sangat sedikit, di alam berupa senyawa kompleks, umumnya senyawa kompleks fosfat dan karbonat. Seiring dengan perkembangan teknologi pengolahan material, unsur tanah jarang semakin dibutuhkan, dan umumnya pada industri teknologi tinggi. Penggunaan logam tanah jarang sangat luas dan erat kaitannya dengan produk industri teknologi tinggi, seperti industri komputer, telekomunikasi, nuklir, dan ruang angkasa. Di masa mendatang diperkirakan penggunaan tanah jarang akan meluas, terutama unsur tanah jarang tunggal, seperti neodmium, samarium, europium, gadolinium, dan yttrium (Suprpto, 2009).

Tabel 2. 1 Unsur – unsur logam tanah jarang

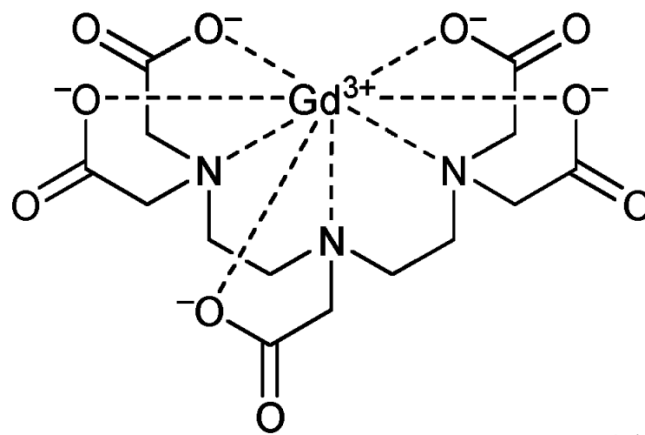
Simbol	Nama Unsur	Nomor Atom	Simbol	Nama Unsur	Nomor Atom
Y	Yttrium	39	Gd	Gadolinium	64
Sc	Scandium	21	Tb	Terbium	65
La	Lanthanum	57	Dy	Dysprosium	66
Ce	Serium	58	Ho	Holmium	67
Pr	Paseodimium	59	Er	Erbium	68
Nd	Neodymium	60	Tm	Thulium	69
Pm	Promethium	61	Yb	Ytterbium	70
Sm	Samarium	62	Lu	Luterium	71
Eu	Europium	63	Th	Thorium	90

Unsur tanah jarang (UTJ) adalah nama yang diberikan kepada kelompok lantanida, yang merupakan logam transisi dari Grup 111B pada Tabel Periodik. Kelompok lantanida terdiri atas 15 unsur, yaitu mulai dari lantanum (nomor atom 57) hingga lutetium (nomor atom 71), serta termasuk tiga unsur tambahannya yaitu yttrium, thorium dan scandium. Unsur tanah jarang mempunyai sifat reaktif tinggi terhadap air dan oksigen, bentuk senyawa stabil dalam kondisi oksida, titik leleh relatif tinggi, serta sebagai bahan penghantar panas yang tinggi. Berdasarkan variasi radius ion dan susunan elektron, unsur tanah jarang diklasifikasikan ke dalam dua subkelompok, yaitu: Unsur tanah jarang ringan, atau subkelompok serium yang meliputi lantanum hingga europium dan unsur tanah jarang berat, atau subkelompok yttrium yang meliputi gadolinium hingga lutetium dan yttrium. Rata – rata konsentrasi unsur tanah jarang pada kerak bumi diperkirakan berkisar antara 130 $\mu\text{g/g}$ hingga 240 $\mu\text{g/g}$ yang jauh lebih tinggi daripada unsur lainnya. Gadolinium memiliki rata – rata 3.3 $\mu\text{g/g}$ (Taylor and MeLennan, 1985), 4 $\mu\text{g/g}$ (Wedepohl, 1995), 6.2 $\mu\text{g/g}$ (Lide, 1997) (Balaram, 2019). Logam tanah jarang tidak ditemukan di bumi sebagai unsur bebas melainkan paduan berbentuk senyawa

kompleks. Sehingga untuk pemanfaatannya, logam tanah jarang harus dipisahkan terlebih dahulu dari senyawa kompleks tersebut (Suprpto, 2009).

2.2 Karakteristik Kompleks Berbasis Ion Logam Gadolinium

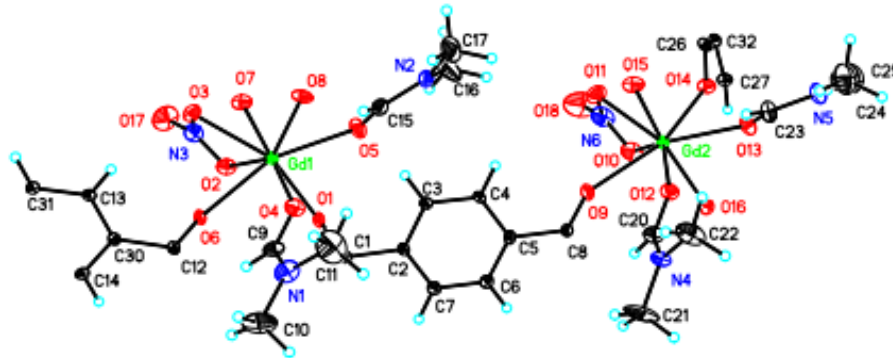
Penelitian tentang persenyawaan gadolinium telah banyak dilakukan. Salah satunya dilakukan oleh Fauzia, dkk (2016) yang telah melaporkan sintesis gadolinium dengan DTPA menggunakan metode refluks. Sintesis dilakukan selama 1, 2, 3 jam untuk mengetahui waktu optimum dari pembentukan kompleks Gd-DTPA. Selanjutnya didiamkan pada suhu ruang dan disaring hingga mendapatkan filtrat. Hasil filtrat disimpan dalam lemari pendingin selama 9 minggu untuk memberi waktu pembentukan kristal. Setelah disimpan selama 9 minggu, didapatkan hasil 1 jam merupakan waktu yang optimum untuk proses pembentukan kristal Gd-DTPA, sedangkan pada waktu refluks 2 jam dan 3 jam, proses pembentukan kompleks Gd-DTPA tidak optimum karena reaksi yang berjalan secara bertahap yang memungkinkan pembentukan kristal Gd-DTPA tidak berjalan sempurna. Terlalu lamanya waktu refluks yang digunakan menyebabkan produk Gd-DTPA yang dihasilkan kembali lagi menjadi unsur-unsur penyusunnya. Struktur Gd-DTPA dapat dilihat pada **Gambar 2.1**. Pada kompleks tersebut gadolinium memiliki 9 bilangan koordinasi.



Gambar 2.1 Struktur Gd-DTPA (Hermann, P., 2008)

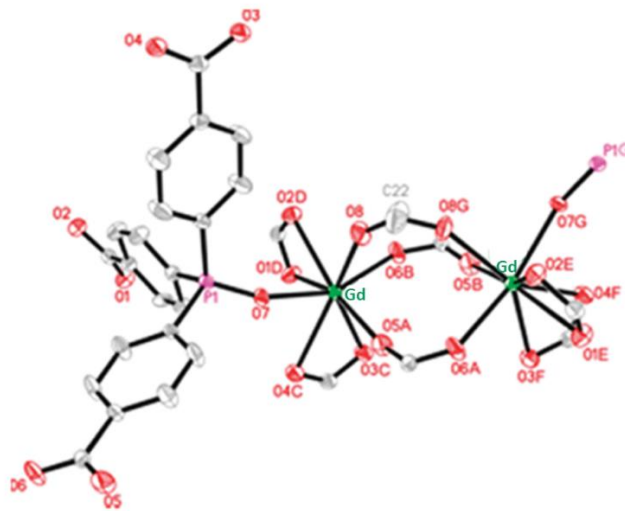
Penelitian tentang persenyawaan gadolinium juga dilakukan oleh Liao, dkk (2012) dalam penelitiannya mensintesis gadolinium dengan 1,4-benzenedikarboksilat (BDC) menggunakan metode solvothermal dengan suhu 85°C selama 5 jam. Sintesis ini menghasilkan kompleks Gd₇N atau Gd-BDC dan membentuk kristal berwarna putih. Kompleks Gd-BDC diperoleh struktur kristal monoklinik dengan *space group* $P2_1/c$ serta dimesnsi sel satuan $a = 17,668(2) \text{ \AA}$, $b = 20,005(3) \text{ \AA}$, $c = 10,5382(15) \text{ \AA}$. Setiap atom gadolinium dikoordinasikan dengan delapan atom oksigen, satu ligan BDC, satu atom oksigen dari dua molekul DMF. Kerangka tiga dimensi terbentuk dari interkoneksi pengaturan rantai BDC dan Gd, dengan satu BDC menjembatani dua atom Gd. Rantai – rantai tersebut juga dihubungkan oleh

penghubung karboksilat untuk menghasilkan kerangka tiga dimensi dengan rongga – rongga dimana nitrat dan DMF meluas. Struktur kompleks Gd_7N atau Gd-BDC dapat dilihat pada **Gambar 2.2** berikut.



Gambar 2.2 Struktur kompleks Gd_7N atau Gd-BDC (Liao, dkk., 2012)

Lin, dkk., (2012) melaporkan sintesis logam Gadolinium (III) ($Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$) dengan ligan tris-(4-carboxylphenyl)phosphineoxide (H_3TPO) menggunakan variasi pelarut DMF/air/etanol (3:3:1) dengan metode microwave dalam suhu $105^\circ C$ selama 30 menit. Sintesis ini menghasilkan kompleks $[Gd_2(TPO)_2(HCOO) \cdot (Me_2NH_2) \cdot (DMF)_4 \cdot (H_2O)_6]$ yang mengkristal pada kisi kristal monoklinik dengan space group P2/c. Ion Gd^{3+} terkoordinasi dengan atom oksigen dari ligan TPO^- . Setiap ligan TPO^- menghubungkan empat atom Gd. Setiap atom Gd terkoordinasi dengan 8 atom oksigen dari ligan TPO^- sehingga membentuk jaringan tiga dimensi. Gambar struktur kompleks $[Gd_2(TPO)_2(HCOO) \cdot (Me_2NH_2) \cdot (DMF)_4 \cdot (H_2O)_6]$ dapat dilihat pada **Gambar 2.3**.



Gambar 2. 3 Struktur Kompleks $[Gd_2(TPO)_2(HCOO) \cdot (Me_2NH_2) \cdot (DMF)_4 \cdot (H_2O)_6]$ (Lin, dkk., 2012)

Ilmu Allah benar – benar di atas segalanya, dan tidak ada yang menyamai kekuasaannya, bahkan sekecil apapun ciptaan-Nya, sedemikian pun tempatnya, tersembunyi atau tidak, pastilah semua mempunyai kegunaan masing – masing, sebagaimana firman Allah pada surat Yunus 101:

قُلْ انظُرُوا مَاذَا فِي السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ عَمَّا تُعٰنِي الْاٰيٰتِ وَالنُّذُرِ عَن قَوْمٍ لَا يُؤْمِنُوْنَ

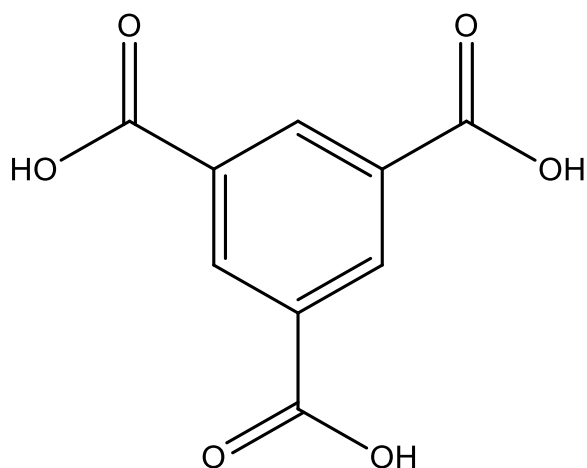
Artinya: *Katakanlah: "Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi. Tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman".* (Qs Yunus ayat 101).

Menurut Tafsir dari Kemenag, ayat tersebut menjelaskan tentang perintah-Nya kepada Rasul-Nya, agar dia menyeru kepada kaumnya untuk memperhatikan dengan mata kepala dan akal mereka segala kejadian di langit dan di bumi. Bahwasanya semua yang ada di bumi dan langit ini termasuk unsur yang terdapat didalamnya sangat bermanfaat bagi kehidupan manusia, salah satunya yaitu teknologi luminisensi dan agen pengontras MRI ini. Allah SWT telah menciptakan alam semesta sebelum manusia diciptakan. Dibalik penciptaan alam semesta ini banyak hikmah atau pelajaran yang didapat bagi orang – orang yang berpikir. Tetapi, bagi orang yang tidak beriman tidak ada pengaruh apa – apa terkait penciptaan alam semesta yang merupakan tanda – tanda kekuasaan Allah SWT. Menurut tafsir at – Tabari ayat ini menerangkan tentang Katakan, wahai Muhammad, kepada orang-orang musyrik dari kaummu yang memintamu mendatangkan ayat-ayat yang mendukung kebenaran dakwah yang kamu bawa, berupa tauhid kepada Allah dan meninggalkan sekutu-sekutu-Nya, "Lihatlah, wahai kalian, semua yang ada di langit, berupa tanda kebenaran yang menunjukkan hakikat dakwahku kepada kalian berupa tauhid kepada Allah. Ayat-ayat itu berupa matahari dan bulan yang ada di langit, pemisahan siang dan malam, dan turunnya hujan membawa

rezeki kepada seluruh hamba. Juga ada tanda-tanda di bumi berupa gunung-gunung, tumbuhan-tumbuhan, serta makanan pokok penduduk bumi itu sendiri. Dalam semua itu terdapat pelajaran dan hikmah bila kalian mau berpikir dan men-tadabburinya. Yang paling penting adalah, Tuhan yang menciptakan itu semua seharusnya hanya Dia yang disembah dan tidak boleh dipersekutukan dengan apapun dan siapa pun. Ayat tersebut mempunyai maksud yaitu semua tanda yang berupa ayat dan bukti kebenaran, serta pelajaran, dari umat-umat terdahulu yang telah ditimpa azab dari Allah tidak akan berpengaruh pada orang-orang yang memang telah ditakdirkan oleh Allah sebagai penghuni neraka. Mereka tetap tidak akan beriman dan tidak akan memercayainya sedikit pun (Harahap, 2023).

2.3 Ligan H₃BTC Sebagai Ligan Pengompleks

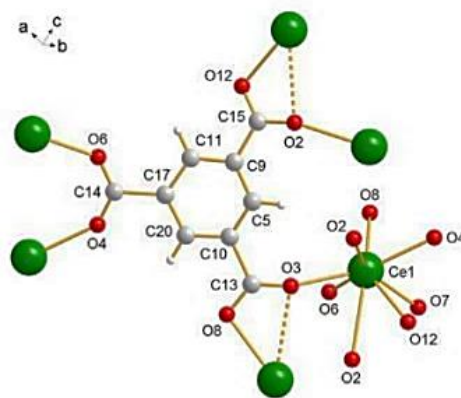
Benzene-1,3,5-tricarboxylic acid atau disebut dengan *Trimesic Acid* (TMA) merupakan turunan benzena yang memiliki tiga gugus karboksilat. Struktur *Trimesic Acid* ditunjukkan pada **Gambar 2.4**. H₃BTC lebih banyak digunakan sebagai ligan dalam pembentukan kompleks karena kemampuan gugus karboksilatnya yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan senyawa lain, seperti H₂O. H₃BTC dapat larut dalam air, eter, dan mudah larut dalam alkohol serta dapat menguap pada temperatur yang sangat tinggi tanpa melalui proses peleburan dan sublimasi. H₃BTC termasuk dalam golongan senyawa anionik yang dapat bergabung dengan senyawa kationik baik organik maupun anorganik (Herbstein, 2005).



Gambar 2.4 Struktur asam trimesat (Herstein, 2005)

Benzene-1,3,5-tricarboxylic acid (H₃BTC) merupakan salah satu asam karboksilat yang memiliki potensi untuk membentuk bangunan atau bentuk senyawa yang khas melalui ikatan hidrogen. H₃BTC termasuk dalam asam karboksilat yang sangat simetris dan dapat digunakan sebagai bahan penyusun dalam sintesis supramolekul karena potensinya untuk menciptakan bentuk yang khas melalui ikatan hidrogen (Singh dkk, 2015).

Sintesis kompleks dengan ligan *Benzene-1,3,5-tricarboxylic acid* (H_3BTC) sebelumnya pernah dilakukan menggunakan berbagai macam logam seperti $Cu(III)$, $Bi(III)$, $Cd(III)$, $Gd(III)$, $Ce(III)$. Almasi, dkk (2014) telah melakukan sintesis senyawa kompleks lantanida H_3BTC dengan menggunakan logam serium. Hasil sintesis menghasilkan struktur kompleks seperti pada **Gambar 2.5**. Struktur kristal menunjukkan bahwa terdapat satu logam serium, satu ligan H_3BTC dan satu molekul air yang terkoordinasi. Semua atom oksigen karboksilat dari molekul H_3BTC dideprotonasi dan dikoordinasikan menjadi ion $Ce(III)$ dalam mode koordinasi yang berbeda. Satu ion H_3BTC terkoordinasi dengan enam ion $Ce(III)$. Dua gugus karboksilat dengan atom karbon pusat berada dalam metode *chelating-anti* dan karboksilat dikoordinasikan ke $Ce(III)$ dalam mode koordinasi *synsyn*.



Gambar 2. 5 Struktur kristal Ce-BTC (Almasi, dkk., 2014)

2.4 Senyawa Kompleks Gadolinium dengan Ligan H_3BTC

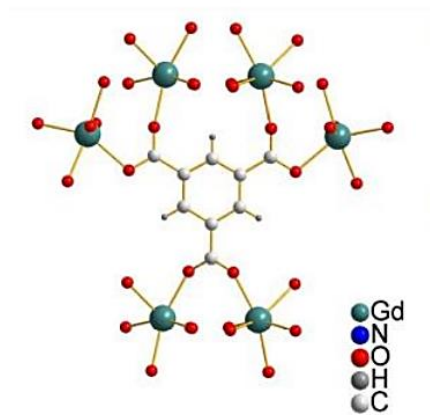
Senyawa kompleks adalah senyawa yang terbentuk karena adanya ikatan antara ligan dengan ion pusat melalui ikatan kovalen koordinasi. Suatu kompleks akan terbentuk antara suatu kation atau logam dengan beberapa molekul netral atau ion donor elektron. Kation atau logam tersebut berfungsi sebagai ion pusat sedangkan molekul netral atau ion donor elektron berfungsi sebagai gugus pengeliling atau sering disebut ligan. Ikatan kovalen koordinasi dalam senyawa kompleks ini terjadi karena donasi pasangan elektron dari ligan ke dalam orbital kosong ion pusat. Pada umumnya, ion pusat memiliki orbital – orbital *d* yang masih belum terisi penuh elektron sehingga dapat berfungsi sebagai akseptor pasangan elektron tersebut (Hermawati, dkk. 2016).

Penelitian tentang sintesis gadolinium dengan ligan H_3BTC telah berhasil dilakukan. Sintesis dilakukan menggunakan metode hidrotermal, solvotermal, microwave, sonikasi, dan refluks. Dalam sintesis hidrotermal dan solvotermal digunakan pelarut DMF, air, methanol, dan etanol. Pada **Tabel 2.2** disajikan rangkuman penelitian sebelumnya yang telah berhasil mensintesis senyawa kompleks gadolinium dengan ligan karboksilat.

Tabel 2. 2 Data penelitian sebelumnya dari kompleks gadolinium dengan ligan karboksilat

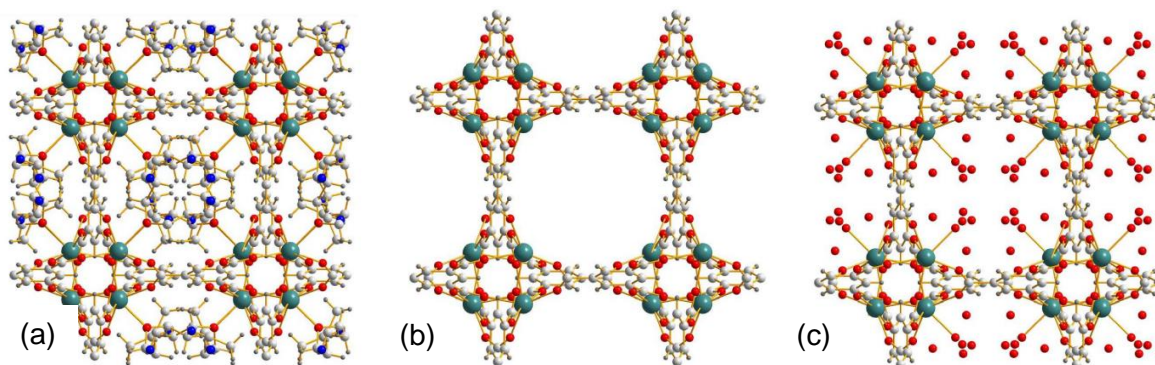
No	Kompleks dan Sumber Pustaka	Bahan	Hasil
1	$Gd^{3+}(BTC)(DMF)_2(H_2O)$ Laurikenas, dkk (2018)	Bahan: $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$, BTC Rasio logam: ligan : 3:2 Pelarut: DMF : air Rasio pelarut : 3:1 Metode: Solvotermal Suhu dan waktu: 65°C dan 24 jam	<ul style="list-style-type: none"> • Bubuk dan kristal putih • Kisi kristal monosiklik • Kristalit berbentuk persegi panjang berukuran 25-70 μm
2	$Gd_2(BDC)_2(NO_3)_2 \cdot 4DMF$ Liao, dkk (2012)	Bahan: $Gd_2(BDC)_2(NO_3)_2$, 1,4-benzene dicarboxylic acid (BDC) Rasio logam : ligan: - Pelarut: DMF Rasio pelarut: - Metode: Solvotermal Suhu dan waktu: 85°C dan 5 jam	<ul style="list-style-type: none"> • Struktur kristal monosiklik dan <i>space group</i> $P2_1/c$ • Mudah terdesorpsi dari struktur pada suhu 200 °C
3	$[Gd(BTC)(H_2O)-DMF]$ Almasi, dkk (2017)	Bahan: $Gd(NO_3)_3$, H_3BTC , DMF, etanol, air Rasio logam : ligan: 5:1 Pelarut: DMF : etanol : air Rasio pelarut: 3:3:2,4 Metode: Solvotermal Suhu dan waktu: 80°C dan 12 jam	<ul style="list-style-type: none"> • Kristal tetragonal dan <i>space group</i> $P4122$ • $\mu_{eff} = 7,47 \mu B$ ($Gd(BTC)-DMF$) • $\mu_{eff} = 10,3 \mu B$ ($Gd(BTC)$) • $\mu_{eff} = 9,9 \mu B$ ($Gd(BTC)-H_2O$)
4	$[Gd(BTC)(H_2O)] \cdot G \cdot n$ Zelenak, dkk (2019)	Bahan: $GdC_{12}H_{12}NO_8$, DMF, air, H_3BTC Rasio logam : ligan: 5:1 Pelarut: DMF : etanol : air Rasio pelarut: 3:3:2,4 Metode: Solvotermal Suhu dan waktu: 80°C dan 12 jam	<ul style="list-style-type: none"> • $\mu_{eff} = 7,74 \mu B$ ($Gd(BTC)-DMF$) • $\mu_{eff} = 10,3 \mu B$ ($Gd(BTC)$) 1. $\mu_{eff} = 9,9 \mu B$ ($Gd(BTC)-H_2O$)
5	$[Gd(btc)(H_2O)] \cdot (H_2O)_5$ Xie, dkk (2011)	Bahan: $GdCl_3 \cdot 6H_2O$, H_3BTC , DMF, H_2O Rasio logam : ligan: 1 : 1,2 Pelarut: DMF : air Rasio pelarut: 3:1 Metode: Solvotermal Suhu dan waktu: 80 °C dan 3 hari	<ul style="list-style-type: none"> • Kristal tetragonal dan <i>space group</i> $P4122$ • Kristal berbentuk batang tidak berwarna • kisi <i>a</i> dan <i>b</i> sebesar 10,4710 Å • <i>c</i> sebesar 14,645 Å • Volume satuan sel 1605,7 Å³

Almasi, dkk (2017) berhasil mensintesis gadolinium dengan ligan H_3BTC menggunakan metode solvotermal. Hasil sintesis menunjukkan struktur dengan nama $[Gd(BTC)(H_2O)-DMF]$ seperti ditunjukkan pada **Gambar 2.6**. Pada **Gambar 2.6** ligan H_3BTC berperan sebagai ligan kelat melalui karboksilat dan oksigen hidroksil.



Gambar 2.6 Struktur kristal [Gd(BTC)(H₂O)-DMF] (Almasi, dkk., 2017)

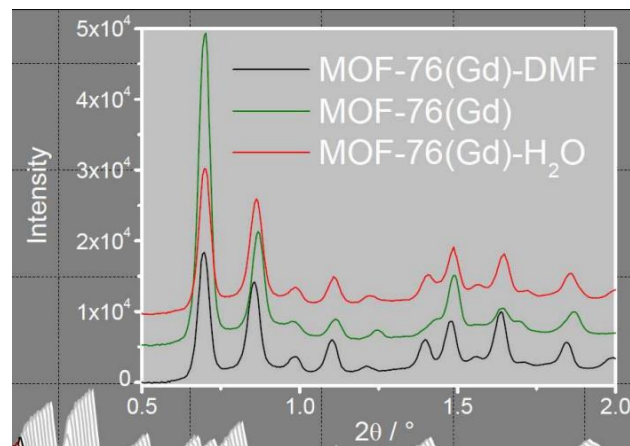
Secara umum senyawa Gd-BTC mengkristal dalam *space group* tetragonal $P4_122$ dan strukturnya tersusun dari ion Gd(III), yang dijembatani oleh ligan organik H₃BTC untuk membentuk struktur tiga dimensi yang netral. Setiap atom gadolinium dikoordinasikan oleh lima atom oksigen dari gugus karboksilat H₃BTC dan selanjutnya ditutup oleh satu molekul air yang terkoordinasi. Satu molekul H₃BTC secara simultan menjembatani enam ion gadolinium yang berbeda, yang dikemas dalam untai heliks. Struktur kristal akhir dari senyawa ini yaitu kompleks Gd-DMF, kompleks Gd yang diaktifkan dan sampel yang ditukar dengan kompleks Gd-H₂O dapat dilihat pada **Gambar 2.7**.



Gambar 2.7 Struktur kristal kompleks Gd-DMF yang disintesis (a), kompleks Gd yang telah diaktivasi (b), dan kompleks Gd yang telah ditukar dengan air (c) (Almasi, dkk., 2017)

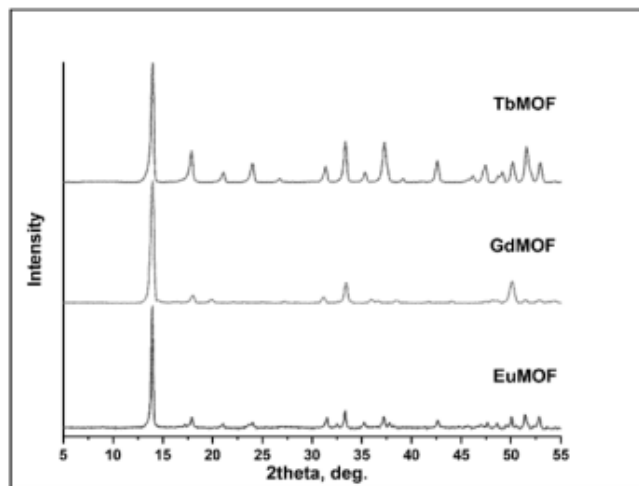
Hasil karakterisasi menggunakan PXRD senyawa kompleks ditunjukkan pada **Gambar 2.8**. Pola difraktogram menunjukkan nilai 2θ pada ketiga senyawa hampir sama membuktikan bahwa fasa sampel tersebut telah murni. Di bawah pemanasan kompleks Gd-DMF, dua transisi struktur fasa telah sesuai dengan transformasi kristal ke kristal tunggal. Setelah pemanasan, kerangka mengalami perubahan struktur setelah penghilangan molekul pelarut

dari fase tetragonal (20 – 140 °C) menjadi monoklinik (150 – 320 °C) dan pada suhu yang lebih tinggi kembali ke system kristalografi tetragonal (330 – 600 °C). Pola tersebut hampir identik yang membuktikan kemurnian fasa sampel. Perbedaan kecil pada posisi peak disebabkan oleh ada atau tidaknya pelarut dalam sistem rongga.



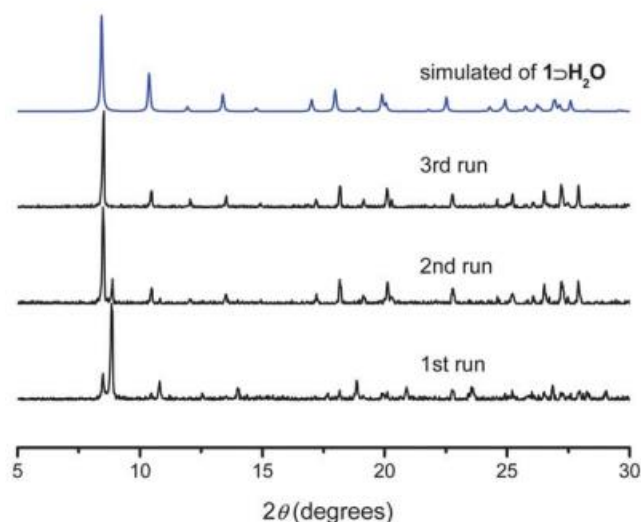
Gambar 2. 8 Pola PXRD dari kompleks Gd-DMF, kompleks Gd, kompleks Gd-H₂O (Almasi, dkk., 2017)

Laurikenas, dkk (2018) dalam penelitiannya mensintesis gadolinium ($\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dengan ligan H₃BTC menggunakan metode solvotermal dengan suhu 65°C selama 24 jam. Didapatkan pola XRD $\text{Gd}(\text{BTC})(\text{DMF})_2(\text{H}_2\text{O})$ menunjukkan kristalinitas yang lebih rendah dari senyawa yang disintesis. Laurikenas, dkk (2018) dalam penelitiannya dihasilkan rumus empiris $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{N}_2\text{O}_9\text{Gd}$ dengan massa relatif sebesar 528,25. Kompleks tersebut mengkristal pada *space group* monoklinik pada $C2/c$, kisi a sebesar 18,602 Å, b sebesar 11,59 Å, dan c sebesar 19,688 Å. Hasil karakterisasi PXRD senyawa kompleks dapat dilihat pada **Gambar 2.9**.



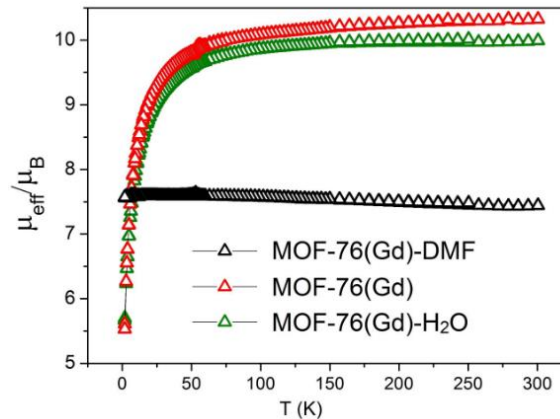
Gambar 2. 9 Pola PXRD kompleks $\text{Gd}(\text{BTC})(\text{DMF})_2(\text{H}_2\text{O})$ (Laurikenas, dkk., 2018)

Hasil karakterisasi menggunakan PXRD senyawa kompleks gadolinium juga ditunjukkan oleh Xie, dkk (2011). Dalam penelitiannya mensintesis gadolinium ($\text{GdCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dengan ligan H_3BTC dihasilkan rumus massa relatif sebesar 472,46 dengan rumus empiris $\text{C}_9\text{H}_{15}\text{GdO}_{12}$ dan rumus formula $[\text{Gd}(\text{btc})(\text{H}_2\text{O})] \cdot (\text{H}_2\text{O})_5$. Kompleks tersebut mengkristal pada *space group* $P4_122$, kisi a dan b sebesar $10,4710 \text{ \AA}$, c sebesar $14,645 \text{ \AA}$, dan volume satuan sel $1605,7 \text{ \AA}^3$. Pola PXRD pada kompleks $[\text{Gd}(\text{btc})(\text{H}_2\text{O})] \cdot (\text{H}_2\text{O})_5$ dapat dilihat pada **Gambar 2.10**. Pada gambar tersebut dapat dilihat bahwa pola PXRD yang memiliki kesesuaian dengan standar yaitu pada 3rd run, pada 2nd run dan 1st run kurang sesuai dengan standar dikarenakan masih terdapat puncak yang kemungkinan adalah pengotor atau bahan yang belum tercampur sempurna.



Gambar 2. 10 Pola PXRD kompleks $[\text{Gd}(\text{btc})(\text{H}_2\text{O})] \cdot (\text{H}_2\text{O})_5$ (Xie, dkk., 2011)

Sifat kemagnetan senyawa ditunjukkan pada **Gambar 2.9**. Perbandingan ketergantungan temperatur dari momen magnetik efektif μ_{eff} per magnetron Bohr magnetik efektif BM untuk sampel yang disiapkan. Momen per unit formula pada suhu ruang $7,47 \mu_B$ mendekati nilai teoritis $7,94 \mu_B$ untuk kompleks Gd-DMF. Sebaliknya, nilai yang lebih tinggi $10,3 \mu_B$ dan $9,9 \mu_B$ diperkirakan dari data eksperimen untuk kompleks Gd dan kompleks Gd-H₂O, masing-masing. Penurunan μ_{eff} di bawah 50 K (**Gambar 2.11**) terjadi pada kompleks Gd dan kompleks Gd-H₂O diamati, menunjukkan adanya interaksi pertukaran AF yang lebih kuat.



Gambar 2. 11 Hasil sifat kemagnetan senyawa kompleks Gd-DMF, kompleks Gd, kompleks Gd-H₂O (Almasi, dkk., 2017)

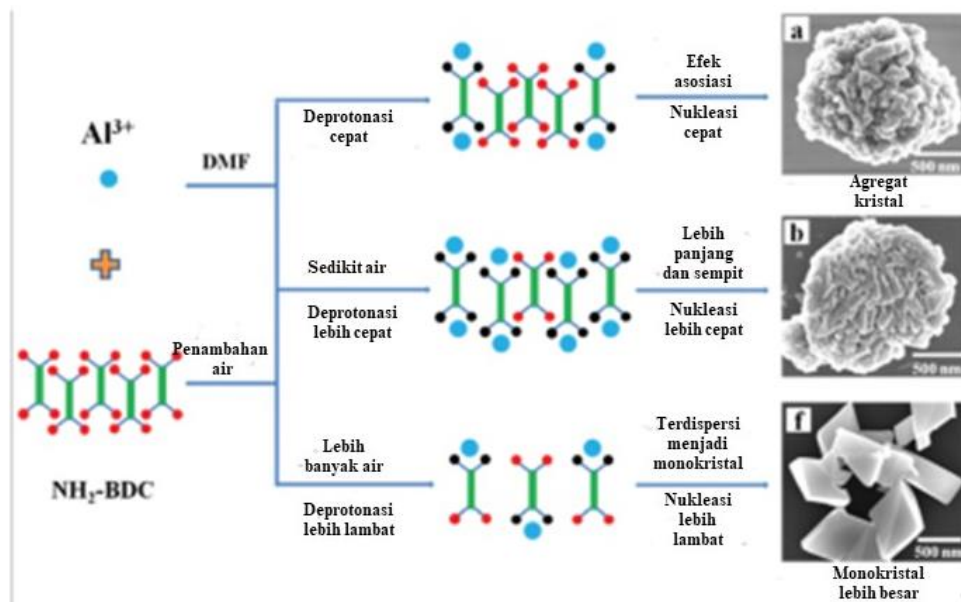
2.5 Sintesis Kompleks Gadolinium Menggunakan Metode Solvotermal

Metode solvotermal merupakan metode sintesis yang memanfaatkan percepatan reaksi heterogen yang kuat dan peningkatan kelarutan sebagian besar senyawa anorganik dalam pelarut dibawah tekanan. Metode solvotermal identik dengan metode hidrotermal, perbedaannya hanya pada pelarut yang digunakan, metode solvotermal menggunakan pelarut organik sedangkan metode hidrotermal menggunakan pelarut air. Sintesis solvotermal mengacu pada reaksi heterogen yang dilakukan di media berair di atas 100 °C dan 1 bar (Canu, 2017). Sintesis solvotermal telah digunakan untuk menyiapkan berbagai bahan anorganik seperti oksida logam, *chalcogenides*, kerangka logam – organik, bahan berpori dan nanomaterial (Rao, dkk, 2014).

Metode solvotermal adalah metode sintesis MOF yang lazim digunakan. Pada sintesis MOF, metode solvotermal melibatkan pelarut organik dan proses sintesis dilakukan pada suhu (antara 100 °C dan 1000 °C) dan tekanan tinggi (umumnya antara 1 atm dan 10000 atm). Penggunaan pelarut organik bertujuan untuk mendeprotonasi ligan organik agar dapat berikatan dengan logam pusat (Yan dkk, 2014). Penggunaan pelarut organik juga berpengaruh pada luas permukaan, kristalinitas dan kestabilan termal material sintesis (Yiamsawas dkk., 2009). Metode solvotermal merupakan metode yang menggunakan prinsip

penumbuhan kristal dalam campuran pelarut air dan pelarut organik. Metode solvotermal umumnya dilakukan menggunakan autoklave dimana sistem tertutup pada autoklave membuat pelarut menguap dan volume gas akan bertambah. Pada tekanan dan suhu tinggi atom – atom akan menata ulang strukturnya hingga terjadi proses nukleasi dan terbentuk kristal baru (Lee, Kim, & Ahn, 2013).

Sintesis solvotermal memiliki beberapa keuntungan antara lain, dapat mensintesis senyawa – senyawa dengan unsur – unsur dalam keadaan oksidasi yang sulit dicapai. Metode solvotermal dapat digunakan untuk pembuatan fase suhu rendah senyawa yang stabil. Selain itu, kristal yang diperoleh memiliki serbuk kristal dengan distribusi ukuran partikel yang sempit, morfologi terkontrol dan kemurnian tinggi (Rao dkk, 2014). Metode solvotermal dianggap lebih efisien karena pada metode solvotermal bentuk dan ukuran partikelnya dapat dikontrol dengan cara mengatur parameter sintesis seperti, rasio perbandingan prekursor, pelarut, suhu dan waktu sintesis (Li et al., 1999).

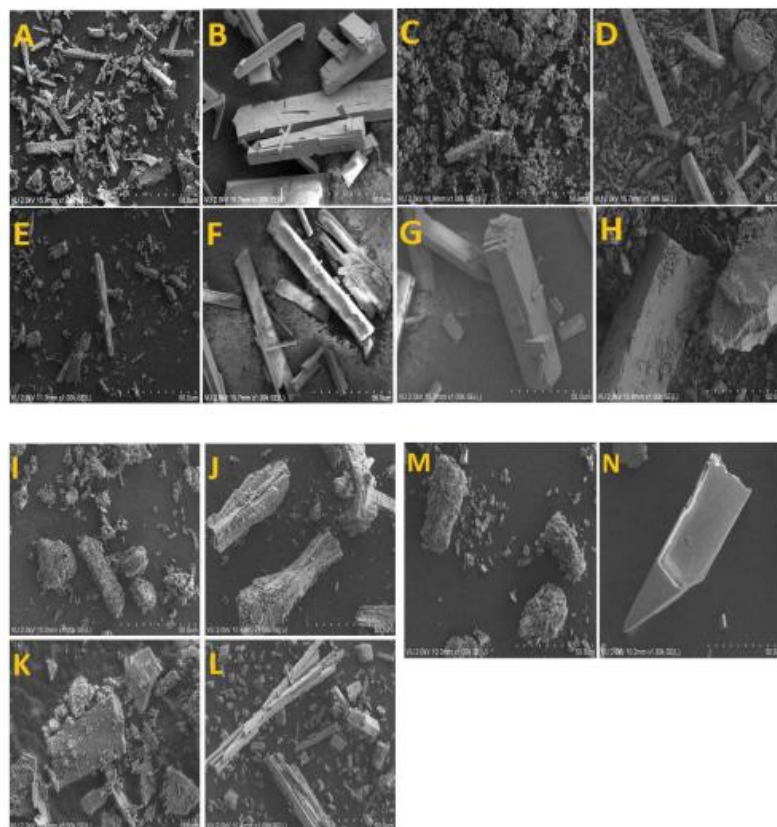


Gambar 2.12 Pengaruh penambahan pelarut sintesis $\text{NH}_2\text{-MIL-53(Al)}$ (Cheng, dkk., 2013)

Penggunaan pelarut dapat mempengaruhi karakteristik dan morfologi hasil sintesis. Pelarut organik dalam sintesis solvotermal memberikan hasil yang lebih baik, karena pelarut organik akan membantu mengendalikan struktur morfologi produk dibandingkan pelarut air pada metode hidrotermal. Beberapa penelitian sintesis kompleks Gd(III)-BTC ada yang menggunakan pelarut DMF murni dan campuran DMF : air. Pada penelitian Laurikenas, dkk (2018) yang mensintesis kompleks Gd(III)-BTC menggunakan metode solvotermal menggunakan pelarut DMF : air yang memiliki rasio sebesar 3:1. Pengaruh penggunaan pelarut DMF dan air dibuktikan oleh Cheng, dkk (2013) dalam penelitiannya mensintesis $\text{NH}_2\text{-}$

MIL-53(Al) menggunakan metode solvotermal, dengan memvariasikan komposisi pelarut campuran dan menjaga semua kondisi lainnya agar tidak berubah. Pelarut yang ditambahkan lebih banyak DMF daripada H₂O dengan volume total pelarut dijaga konstan pada 30 mL. Pada **Gambar 2.12** mereka melaporkan 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.

Laurikenas, dkk (2018) melakukan pengujian untuk mengetahui morfologi produk sintesis Ln(III)-BTC dengan karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang dapat dilihat pada **Gambar 2.13**. Hasil SEM tersebut menghasilkan morfologi berupa rectangular plat-like. Dalam sebagian besar kasus, kristalit berbentuk persegi yang terbentuk berukuran 25 – 70 µm ditutupi dengan partikel berukuran nano yang berbeda. Laurikenas, dkk (2018) menyimpulkan bahwa sifat lantanida tidak mempengaruhi secara signifikan morfologi permukaan MOF lantanida yang dibuat.



Gambar 2. 13 Morfologi kompleks Ce (A), Pr (B), Nd (C), Sm (D), Tb (E), Eu (F), Er (G), Ho (H), Tm (I), La (J), Gd (K), Dy (L), Yb (M), Lu (N) (Laurikenas, dkk., 2018)

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi menggunakan *powder XRD* dilakukan di Greenlabs Bandung. Analisis SEM dilakukan di Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah autoklaf baja tahan karat 100 mL, neraca analitik, kaca arloji, spatula, *beaker glass* 100 mL, botol semprot, mortar agate, corong pisah, kertas saring, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 25 mL, bola hisap, batang pengaduk, erlenmeyer 100 mL, desikator, bejana besi, teflon, oven, seperangkat instrumen *powder XRD Perkin-Elmer 2400 II*, dan SEM-EDS.

3.2.2 Bahan

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah logam gadolinium(III) *Nitrat Hexahydrate* ($\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) sigma aldrich kode 1002591239, *benzene-1,3,5-tricarboxylic acid* (H_3BTC) sigma aldrich kode 1003380670, *N,N*-dimetilformamida (DMF), aquades (H_2O), dan etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah sintesis senyawa kompleks logam gadolinium (III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode solvotermal. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil sintesis kompleks logam gadolinium (III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu 80, 100, 120°C selama 12 jam, pengaruh karakteristik struktur dan momen magnet pada kompleks logam gadolinium (III) dengan H_3BTC yang disintesis dengan metode solvotermal pada variasi suhu 80, 100, 120°C selama 12 jam. Penelitian ini diawali dengan sintesis senyawa kompleks dari logam gadolinium (III) dengan ligan H_3BTC menggunakan metode solvotermal. Kemudian dilanjutkan dengan karakterisasi pada hasil yang diperoleh menggunakan *Powder XRD* dan SEM-EDS.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan – tahapan dalam penelitian ini adalah:

1. Sintesis Solvotermal Kompleks Gadolinium (III)- H_3BTC

Proses ini meliputi proses homogenasi antara reaktan dan pelarut sebelum dimasukkan ke dalam autoklaf, kemudian dilakukan proses solvotermal dalam variasi suhu 80°C, 100°C dan 120°C selama 12 jam. Selanjutnya dilakukan penyaringan diperoleh endapan, lalu dilakukan proses penyucian dengan DMF dan etanol. Didinginkan dalam suhu ruang dan dipanaskan pada suhu 160°C selama 19 jam. diangin-anginkan ke dalam desikator selma 24 jam.

2. Karakterisasi Produk Senyawa Hasil Sintesis

Karakterisasi produk dilakukan pmenggunakan (a) *Powder XRD* untuk mengetahui struktur kristal, ukuran partikel dan mengetahui senyawa kompleks yang terkandung di dalamnya dengan cara membandingkan pada perbedaan variasi suhu. (b) SEM-EDS untuk mengetahui ukuran partikel, bentuk morfologi, dan distribusi pertumbuhan kristal.

3. Analisis Data

Proses ini dilakukan untuk membandingkan data hasil karakterisasi kompleks gadolinium(III)-H₃BTC dengan variasi suhu menggunakan metode solvotermal.

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Sintesis Senyawa Kompleks Gadolinium(III)–H₃BTC Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Suhu 80, 100, 120°C

Proses sintesis diawali dengan melarutkan padatan Gd(III) yang berasal dari Gd(NO₃)₃.6H₂O (0,2265 gram; 0,5 mmol) dan ligan yang berasal dari *benzene-1,3,5-tricarboxylic acid* (H₃BTC) (0,2101 gram; 1 mmol) dengan campuran pelarut *N,N*-dimetilformamida (DMF) dan air dengan perbandingan 3:1 sebanyak 20 mL menggunakan beaker glass 100 mL. Kedua larutan tersebut dicampurkan dalam autoklaf 100 mL sampai homogen, kemudian direaksikan secara solvotermal pada suhu 80, 100, 120°C selama 12 jam. Campuran hasil sintesis didinginkan pada suhu ruang selama 15 menit. Selanjutnya endapan dan filtrat disaring dan dipisahkan. Endapan yang dihasilkan dicuci dengan DMF dan etanol, lalu dioven pada temperatur 79°C selama 1 jam. Hasil sintesis ditimbang untuk mengetahui massa produk yang dihasilkan lalu dikarakterisasi menggunakan *Powder XRD* dan SEM-EDS.

3.5.2 Karakterisasi dan Analisis Data Senyawa Kompleks Gadolinium(III)–H₃BTC Menggunakan *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD)

Powder X-Ray Diffraction (P-XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fasa, struktur, derajat kristalisasi sampel dari kompleks hasil sintesis. Pengukuran dilakukan pada suhu ruang menggunakan *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD) dengan radiasi monokromator Cu K α ($\lambda = 1,5496 \text{ \AA}$), diukur pada rentang $2\theta = 5-55^\circ$ dengan langkah $2\theta = 0,0092^\circ$ dan 1 detik/langkah. Data yang diperoleh dari karakterisasi P-XRD berupa difraktogram yang terdiri dari puncak difraksi, yang kemudian dibandingkan dengan penelitian Laurikenas, dkk

(2018) untuk reaktan dan penelitian Almasi, dkk (2017) untuk kompleks Gd(BTC). Data yang dihasilkan dianalisis dan dibandingkan dengan data pola difraksi ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) menggunakan *software Findit* dan *Origin Pro*. Data dengan kristalinitas dan variasi suhu terbaik dilakukan *refinement* dengan bantuan *Software Rietica* untuk membandingkan kemiripan kurva difraktogram hasil karakterisasi dengan kurva standar. Data tersebut dihitung menggunakan metode *deconvolution* yang mengasumsikan puncak tajam difraktogram sebagai area kristal, sedangkan puncak yang lebar diasumsikan sebagai amorf. Persamaan (3.1) yang digunakan sebagai berikut:

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

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

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

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

3.5.3 Karakterisasi dan Analisis Data Senyawa Kompleks Gadolinium(III)–H₃BTC Menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDS)

Karakterisasi dengan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan sampel Gd-BTC dengan menggunakan berkas elektron berenergi tinggi. Karakterisasi SEM memerlukan permukaan yang konduktif, sehingga sebelum dikarakterisasi, lapisan sampel tersebut dibalut dengan platina sehingga permukaan sampel menjadi bersifat konduktif. 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 suhu 80, 100, 120°C.

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 sepuluh menit menggunakan mesin coating. 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* dengan cara menarik garis pada partikelnya, 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:

$$\% \text{ Unsur Teoritis} = \frac{\text{Jumlah unsur dalam senyawa} \times \text{Ar unsur}}{\text{Mr senyawa}} \times 100$$

DAFTAR PUSTAKA

- Almáši, M., Zeleňák, V., & Zeleňáková, A. 2017. Studi magnetik dan struktur pengaruh proses pertukaran pelarut dalam kerangka logam-organik MOF-76 (Gd). *Acta Physica Polonica A*, 131 (4), 991-993.
- Almáši, M., Zeleňák, V., Opanasenko, M., & Císařová, I. 2014. Kerangka logam-organik Ce (III) dan Lu (III) dengan situs logam asam Lewis: Persiapan, sifat sorpsi, dan aktivitas katalitik dalam kondensasi Knoevenagel. *Katalisis Hari Ini*, 243, 184-194.
- Balaram, V. 2019. Rare Earth Elements: A Review Of Applications, Occurrence, Exploration, Analysis, Recycling, And Environmental Impact. *Geoscience Frontiers*, 10(4), 1285-1303.
- Blomqvist, L., Nordberg, G. F., Nurchi, V. M., & Aaseth, J. O. 2022. Gadolinium in Medical Imaging—Usefulness, Toxic Reactions and Possible Countermeasures—A Review. *Biomolecules*, 12(6), 742.
- Brunckova, H., Mudra, E., Rocha, L., Nassar, E., Nascimento, W., Kolev, H., ... & Medvecký, L. (2021). Preparation and characterization of isostructural lanthanide Eu/Gd/Tb metal-organic framework thin films for luminescent applications. *Applied Surface Science*, 542, 148731.
- Canu, G. dan Vincenzo B. 2017. Hydrothermal Synthesis of Strontium Titanate: Thermodynamic Considerations, Morphology Control and Crystallisation Mechanism. *Cryst Eng Comm*, 19(1): 3867 – 3891.
- Cheng, X., Zhang, A., Hou, K., Liu, M., Wang, Y., Song, C., ... & Guo, X. 2013. Size-and morphology-controlled NH₂-MIL-53 (Al) prepared in DMF–water mixed solvents. *Dalton Transactions*, 42(37), 13698-13705.
- Chowdhury, P., Bikkina, C., Meister, D., Dreisbach, F., & Gumma, S. 2009. Perbandingan isoterm adsorpsi pada kerangka organik logam Cu-BTC yang disintesis dari rute yang berbeda. *Bahan Mikro dan Mesopori*, 117 (1-2), 406-413.
- Davoodi-Nasab, P., Rahbar-Kelishami, A., Safdari, J., and Abolghasemi, H., 2018a. Evaluation of the Emulsion Liquid Membrane Performance on the Removal of Gadolinium from Acidic Solutions. *Journal of Molecular Liquids* 262, 97–103.
- Fadhilah, A.W., 2013. Senyawa Kompleks Gadolinium Dietilentríaminpentaasetat (Gd-DTPA) di Bidang Kesehatan. Makalah Kimia Koordinasi. Universitas Negeri Semarang, Semarang.
- Fauzia, R. P., Mutalib, A., Sodjanaatmadja, U. M., Anggraeni, A., & Bahti, H. H. 2016. Modifikasi Metode Sintesis Gadolinium Dietilentríaminpentaasetat sebagai Senyawa Pengontras Magnetic Resonance Imaging. *Chimica et Natura Acta*, 4(1), 7-15.
- 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.
- Harahap, Y. S., Ginting, S. S. W., & Indriyani, N. K. 2023. Pendidikan Teknologi dalam Al-Qur'an. *Jurnal Pendidikan Tambusai*, 7(1), 1898-1906.
- Herbstein, F.H. 2005. Crystallin 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.
- Hyon, B., Na, et al, 2009. Inorganic Nanoparticles for MRI Contrast Agents. *Adv. Mater*, 21, 15.
- Kato, K., Fujimoto, S., Inukai, S., Takatsu, H., Kono, Y., & Kasai, K. 2020. Sindrom gangguan pernapasan akut onset lambat yang diinduksi oleh agen kontras berbasis gadolinium. *Laporan Kasus Pengobatan Pernapasan*, 29, 100990.
- Kumar, R. S., Kumar, S. S., & Kulandainathan, M. A. 2013. Efficient electrosynthesis of highly active Cu₃(BTC)₂-MOF and its catalytic application to chemical reduction. *Microporous and Mesoporous Materials* 168, 57–64.
- Laurikenas, A., Beganskiene, A., & Kareiva, A. 2018. On the Synthesis and Characterization of Lanthanide Metal-Organic Frameworks. *Ceramics*, 1(1), 54-64.
- Lee, Y.-R., Kim, J., & Ahn, W.-S. 2013. Synthesis of metalorganic frameworks: A mini review. *Korean J. Chem. En.*, 30 (9), 1667-1680.
- Li, H., Eddaoudi, M., O'Keeffe, M., dan Yaghi, O. M. 1999. Design and Synthesis of an Exceptionally Stable and Highly Porous Metal-Organic Framework. *Nature*. 402: 276-279.
- Liang, T., Li, K., and Wang, I., 2014. State of Rare Earth Elements in Different Environmental Components in Mining Areas of China. *Environmental Monitoring and Assessment* 186, 1499 – 1513. doi: 10.1007/s10661- 013 3469-8.
- Lide DR. 2004. *Handbook of Chemistry and Physics: A Ready-Reference Book of Chemical and Physical Data*, 86th ed. CRC Press, New York. 14-17.
- Naumov, A., 2008. Review of The World Market of Rare Earth Metals. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals* 49, 14 – 22. doi: 10.1007/s11981-008-1004 6.
- Nguyen, VH, Van Tan, L., Lee, T., & Nguyen, TD 2021. Sintesis solvotermal dan aktivitas fotokatalitik bahan kerangka logam-organik berdasarkan bismut dan asam trimesat. *Kimia dan Farmasi Berkelanjutan*, 20, 100385.
- Noro, S. 2013. *Metal-Organic Frameworks in Comprehensive Inorganic Chemistry II (Second Edition)*. (eds. J. Reedijk and K. Poeppelmeier). Elsevier, Amsterdam. 55-71.
- Prasetya, A. D., Rifai, M., Mujamilah, & Miyamoto, H. 2020. X-Ray Diffraction (XRD) Profile Analysis of Pure ECAP-annealing Nickel Samples. *Journal of Physics: Conference Series*, 1436 (1), 012113.
- Ramalho, J., Ramalho, M., Jay, M., Burke, LM, & Semelka, RC 2016. Toksisitas dan pengobatan gadolinium. *Pencitraan resonansi magnetik*, 34 (10), 1394-1398.
- Rao, C.N.R., dan Biswas, Kanishka. 2014. *Essentials of Inorganic Materials Synthesis*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Singh, UP, Tomar, K., & Kashyap, S. 2015. Rakitan supramolekul asam benzena-1, 3, 5-trikarboksilat dan pirazol tersubstitusi 3, 5: pembentukan dan analisis struktural. *CrystEngComm*, 17 (6), 1421-1433.
- Suprpto, S.J. 2009. Tinjauan tentang Unsur LTJ. *Buletin Sumberdaya Geologi*, 4(1).

- Taylor, K.M.L., Rieter, W.J., and Lin, W., 2008. Manganese-based Nanoscale MetalOrganic Frameworks for Magnetic Resonance Imaging. *Journal of the American Chemical Society*, 130, 14358–14359.
- Wedepohl, K.H., 1995. The composition of the continental crust. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 59, 1217e1232.
- Wu, S., Wang, L., Zhao, L., Zhang, P., El-Shall, H., Moudgil, B., and Zhang, L., 2018. Recovery of Rare Earth Elements from Phosphate Rock by Hydrometallurgical Processes—A Critical Review. *Chemical Engineering Journal*, 335, 774 – 800.
- Xie, L. H., Wang, Y., Liu, X. M., Lin, J. B., Zhang, J. P., & Chen, X. M. (2011). Crystallographic studies into the role of exposed rare earth metal ion for guest sorption. *CrystEngComm*, 13(19), 5849-5857.
- Yan, X., Komarneni, S., Zhang, Z., & Yan, Z. 2014. Extremely enhanced CO₂ uptake by HKUST-1 metal–organic framework. *Microporous and Mesoporous Materials* , 69- 73.
- Yiamsawas, D., Boonpavanitchakul, K., & Kangwansupamonkon, W. 2009. Preparation of ZnO Nanostructures by Solvothermal Method. *Journal of Microscopy Society of Thailand* , 75-78.
- Yono, S., & Maskur, M. 2018. SINTESIS Gd-DTPA-FOLAT UNTUK MAGNETIC RESONANCE IMAGING CONTRAST AGENT DAN KARAKTERISASINYA MENGGUNAKAN PERUNUT RADIOAKTIF ¹⁵³Gd-DTPAFOLAT. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 13(4), 1-6.
- Zuhdi, Indah Permatasari. 2018. Analisis Struktur Mikro Kristal pada Serbuk dan Lapisan Nicral dengan Elemen Reaktif (Si dan y) Menggunakan Metode Scherrer. *Skripsi*. Program Studi Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta.

