

**TINJAUAN TERMODINAMIKA, KARAKTERISASI KRISTAL DAN  
SINTESIS SENYAWA KOMPLEKS  $Mn(II)$  – *RHODAMINE B***

**(Skripsi)**

**Oleh**

*Bellia Annisa Violeta*

**NPM 1917011076**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2023**

## ABSTRAK

### TINJAUAN TERMODINAMIKA, KARAKTERISASI KRISTAL DAN SINTESIS SENYAWA KOMPLEKS Mn(II) – *RHODAMINE B*

Oleh

**BELLIA ANNISA VIOLETA**

Sintesis senyawa kompleks menggunakan ion logam Mn(II) dan ligan *rhodamine B* menggunakan perbandingan mol 1:3 dengan metode refluks pada suhu 78°C menggunakan pelarut etanol. Hasil dari sintesis diperoleh padatan senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* berwarna hitam dengan berat 1,16 gram dan rendemen sebesar 71,4%. Senyawa kompleks Mn(II)- *rhodamine B* hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-*Vis* untuk melihat pergeseran dari panjang gelombang maksimum yang terbentuk, DTA-TG untuk penentuan rumus kompleks dari perhitungan pengurangan massa yang selanjutnya dilakukan studi kinetik menggunakan metode Coats-Redfern dan Kissinger serta XRD untuk karakterisasi kristal hasil sintesis kompleks. Hasil karakterisasi dari spektrofotometer UV-*Vis* menunjukkan telah terjadi pergeseran hipsokromik yang ditandai dengan adanya pergeseran dari panjang gelombang logam dan ligan ke panjang gelombang senyawa kompleks 212 nm, 259 nm, 354 nm dan 550 nm. Data sekunder hasil karakterisasi FTIR menunjukkan telah terbentuk ikatan ion logam Mn dan ligan *rhodamine B* dengan munculnya ikatan M-O pada daerah panjang gelombang 362,62 cm<sup>-1</sup> dan ikatan M-N pada daerah bilangan gelombang 476,42 cm<sup>-1</sup>. Hasil karakterisasi DTA-TG menunjukkan kompleks Mn(II)-*rhodamine B* mengalami dekomposisi sebanyak 3 tahap dengan suhu puncak 221°C, 380°C dan 500 °C. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa senyawa kompleks Mn(II)- *rhodamine B* berbentuk amorf yang ditandai dengan munculnya banyak puncak pada difraktogram.

Kata kunci: Mangan(II), *Rhodamine B*, DTA-TG, XRD

## **ABSTRACT**

### **THERMODYNAMIC REVIEW, CRYSTAL CHARACTERIZATION AND SYNTHESIS OF COMPLEX COMPOUNDS Mn(II) – RHODAMINE B**

**By**

**BELLIA ANNISA VIOLETA**

Synthesis of complex compounds using Mn(II) metal ions and rhodamine B ligands has been carried out using a ratio of moles 1: 3 by reflux method at 78°C using ethanol as a solvent. The results of synthesis obtained a black solid complex compound Mn(II)-rhodamine B with a weight of 1,16 grams and a yield of 71,4%. The synthesized Mn(II)-rhodamine B complex compound were characterized using a UV-Vis spectrophotometer to see the shift from the maximum wavelength formed, DTA-TG for determination of complex formula from mass reduction calculations then carried out by kinetic studies using the Coats-Redfern and Kissinger methods also XRD for characterization of crystals from synthesized complex. The results of characterization from the UV-Vis spectrophotometer showed that there had been a hipsochromic shift which was marked by a shift from metal and ligand wavelengths to complex compound wavelengths of 212 nm, 259 nm, 354 nm and 550 nm. Secondary data from FTIR characterization showed that Mn ion bonds and rhodamine B ligands had been formed with the emergence of Mn-O bonds in the wavenumber region of 362.62 cm<sup>-1</sup> and Mn-N bonds in the wavenumber of 476.42 cm<sup>-1</sup>. The result of DTA-TG characterization shows that the Mn(II)-rhodamine B complex undergoes 3 stages of decomposition with peak temperature of 221°C, 380°C and 500 °C. XRD characterization results show that Mn(II)-rhodamine B complex compound is amorphous phase by the appearance of many peaks in the XRD graph.

Key words: Manganese(II), Rhodamine B, DTA-TG, XRD

**TINJAUAN TERMODINAMIKA, KARAKTERISASI KRISTAL DAN  
SINTESIS SENYAWA KOMPLEKS  $Mn(II)$  – *RHODAMINE B***

**Oleh**

*Bellia Annisa Violeta*

**Skripsi**

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar  
SARJANA SAINS**

**Pada**

**Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2023**



Judul Skripsi : **TINJAUAN TERMODINAMIKA,  
KARAKTERISASI KRISTAL DAN  
SINTESIS SENYAWA KOMPLEKS  
MN(II)-RHODAMINE B**

Nama Mahasiswa : **Bellia Annisa Violeta**

Nomor Pokok Mahasiswa : **1917011076**

Jurusan : **Kimia**

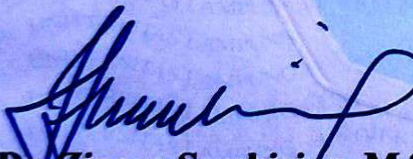
Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**




**1. Komisi Pembimbing**

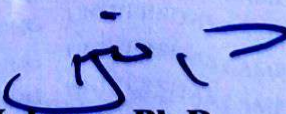
**Pembimbing I**

**Pembimbing II**

  
**Dr. Zipora Sembiring, M.Si.**  
NIP.195901061986032001

  
**Dr. Yuli Ambarwati, M.Si.**  
NIP.197407172008122003

**2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung**

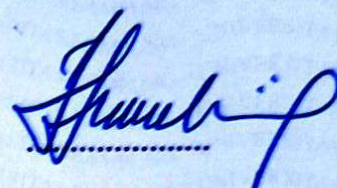
  
**Mulyono, Ph.D.**  
NIP. 197406112000031002



## MENGESAHKAN

### 1. Tim Penguji

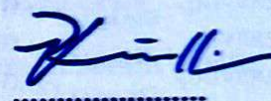
Ketua : Dr. Zipora Sembiring, M.Si.



Sekretaris : Dr. Yuli Ambarwati, S.Si., M.Si.



Penguji  
Bukan Pembimbing : Rinawati, Ph.D.



### 2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.

NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 13 Juni 2023



## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Bellia Annisa Violeta  
NPM : 1917011076  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya dan sesungguhnya, bahwa skripsi saya berjudul **“Tinjauan Termodinamika, Karakterisasi Kristal dan Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)-Rhodamine B”** adalah benar karya saya sendiri, baik gagasan, hasil, dan analisisnya. Saya juga tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data di dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi, sepanjang nama saya disebutkan dan terdapat kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sadar dan sebenar-benarnya untuk digunakan sebagai mestinya.

Bandar Lampung, 13 Juni 2023

Yang menyatakan,



Bellia Annisa Violeta  
NPM. 1917011076

## RIWAYAT HIDUP



Penulis Bernama lengkap Bellia Annisa Violeta, lahir di Tangerang, 01 April 2001. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara, putri dari Bapak Yus Zulkarnaen, S.H, M.H. dan Ibu Nuriyani, S.H. Saat ini penulis bertempat tinggal di Jl. Bona No. 43, Kelurahan Penggilingan, Kecamatan Cakung, Kota Administrasi Jakarta Timur.

Penulis mengawali pendidikan di Taman Kanak-Kanak Islam Asy-Syukriyyah pada tahun 2006 kemudian penulis melanjutkan Pendidikan di Sekolah Dasar (SD) Negeri Sukasari 5 Tangerang pada tahun 2008. Tahun 2014 penulis melanjutkan Pendidikan di Sekolah Menengah Pertama (SMP) Negeri 25 Jakarta. Tahun 2017 penulis melanjutkan Pendidikan di Sekolah Menengah Atas (SMA) Negeri 53 Jakarta.

Tahun 2019 penulis diterima sebagai mahasiswi Universitas Lampung, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN). Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif dalam kegiatan organisasi. Organisasi yang diikuti yaitu Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) sebagai anggota muda Bidang Sosial dan Masyarakat tahun 2020-2021 dan anggota inti Bidang Sosial dan Masyarakat 2021-2022 serta Paduan Suara Mahasiswa Universitas Lampung sebagai anggota Divisi Humas tahun 2021-2022.



Periode Januari – Februari 2022, penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Kelurahan Klender, Kecamatan Duren Sawit, Kota Administrasi Jakarta Timur kemudian pada bulan Juni - Juli 2022 penulis melaksanakan Praktek Kerja Lapangan di PT Mustika Ratu Tbk., Ciracas, Kota Administrasi Jakarta Timur. Periode Oktober 2022 – Februari 2023 penulis menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung yang diberi judul “**Tinjauan Termodinamika, Karakterisasi Kristal dan Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)-Rhodamine B**”.

## **PERSEMBAHAN**

*Puji Syukur kepada Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunianya serta iringan sholawat dan salam pada Nabi Muhammad SAW sehingga terciptalah karya ini yang dapat kupersembahkan sebagai wujud baktiku pada :*

Ibunda Nuriyani, S.H. yang selalu memberikan kasih sayang, doa, waktu, materil, motivasi dan segalanya untuk menguliahkanku hingga berhasil mendapatkan gelar sarjana. Semoga ibunda panjang umur dan sehat selalu agar bisa melihat anak perempuanmu tumbuh dewasa menjadi orang yang sukses.

Kedua abangku tercinta, Bima Andhika Ramadhan dan Brama Andhika Rakhmat sebagai pundak penguat keluarga yang sudah memberikan kasih sayang, motivasi, materil serta waktu agar bisa menguliahkanku hingga selesai. Semoga kedua abangku panjang umur, sehat selalu dan sukses dalam kehidupannya agar bisa melihat adik kecilmu menjadi perempuan yang tangguh dan juga sukses di kehidupan selanjutnya.

Seluruh kerabat dan sahabat-sahabatku yang telah menemani perjalananku hingga mencapai titik ini.

Serta,  
Almamaterku tercinta,  
Universitas Lampung.

## MOTTO

*Whoever does good, whether male or female, and is a believer, We will surely bless them with a good life, and We will certainly reward them according to the best of their deeds (Q.S. An-Nahl 16:97).*

*Indeed, Allah's blessing is always close to the good-doers (Q.S. Al-A'raf 7:56)*

*Be passionate about what is worth to you, ask Allah for help, and do not be hopeless (H.R. Muslim No. 2664).*

*Do your worldly affairs as if you were to live forever and do your afterlife affairs as if you were to die tomorrow (H.R. Ibnu Asakir).*

*When people believe in you, you can do miraculous things (Vin Diesel).*

*No man can win every battle, but no man should fall without a struggle (Tom Holland).*



## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya beserta iringan sholawat serta salam semoga senantiasa tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang selalu kita nantikan syafaat-Nya di Yaumul Akhir nanti sehingga penulis berhasil menyelesaikan skripsi dengan baik yang berjudul **“Tinjauan Termodinamika, Karakterisasi Kristal dan Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)-Rhodamine B”**.

Penulis menyadari bahwa dalam proses pengerjaan serta penyusunan skripsi masih ditemui banyak kesalahan dan kekurangan namun dengan adanya rahmat serta ridho Allah SWT serta bimbingan dan dukungan dari berbagai pihak, penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik sehingga menyandang gelar sarjana. Penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih serta apresiasi setinggi-tingginya kepada :

1. □ Allah SWT beserta Nabi Muhammad SAW atas limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsinya dengan baik.
2. □ Ibunda Nuriyani, S.H. atas kasih sayang, doa, motivasi, materil, tenaga, waktu dan perjuangannya sehingga skripsi selesai dengan tepat waktu.
3. □ Kedua abangku tercinta, Bima Andhika Ramadhan dan Brama Andhika Rakhmat yang selalu mendukung, memberi bimbingan, dukungan finansial dan mendoakan penulis.

4. □ Bapak Prof. Dr. John Hendri, M.S. selaku dosen pembimbing akademik yang mendukung, memotivasi, mengayomi serta memberi bimbingan dan arahan sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
5. □ Ibu Dr. Zipora Sembiring, M.S. selaku dosen pembimbing utama yang selalu memberi arahan dan bimbingan, nasihat dan motivasi sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
6. □ Ibu Dr. Yuli Ambarwati selaku dosen pembimbing kedua yang sangat sabar dalam membimbing, mengarahkan, memberi saran dan kritik, memberi ilmu sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
7. □ Ibu Rinawati, Ph.D. selaku dosen pembahas yang sudah memberikan ilmu, kritik, saran dan motivasi sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
8. □ Bapak Mulyono Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah menyetujui skripsi ini.
9. □ Bapak Dr. Eng. Heri Satria, M.Si., selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung yang sudah mengesahkan skripsi ini.
10. □ Seluruh dosen, staf dan laboran Jurusan Kimia FMIPA Unila yang telah memberi ilmu serta pengalaman dengan penulis selama menjalani perkuliahan.
11. □ Cova Selly Friska Br. Purba, Afrilia Anggraini, Dewa Ayu Putu Agustiani selaku teman seperbimbingan yang telah bekerja sama, memotivasi, menemani dan memberi dukungan selama penelitian tugas akhir.
12. □ *Humas Squad* : Syariffah Alvitara Udini, Bunga Anisoptera Aspriliana, King Stone Simbolon, Agnes Regina Turnip yang mewarnai kehidupan organisasi dengan canda tawa.
13. □ Kelompok KKN Klender Jakarta 7 yang memberi semangat dan motivasi selama perjalanan di perkuliahan.
14. □ Sebastian Stan dan *One Direction* sebagai inspirasi dan penghibur penulis dalam menyelesaikan skripsi.
15. □ Keluarga besar Kimia Angkatan 2019 yang sudah menjadi tempat berproses bersama dari awal perkuliahan hingga akhir. Semoga kita semua menjadi orang sukses dan bertemu kembali di suatu hari nanti.
16. □ Almamaterku tercinta, Universitas Lampung.

17. Seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu yang telah membantu penyusunan dan pengerjaan skripsi.

Semoga dengan terciptanya karya tulis ini dapat memberi manfaat untuk wawasan ilmu pengetahuan dan berguna untuk perkembangan di bidang kimia khususnya. Penulis memohon maaf sebesar-besarnya jika terdapat banyak sekali kekurangan dan kesalahan dalam penyusunan skripsi ini. Terima kasih.

Bandar Lampung, 13 Juni 2023

Penulis,

**Bellia Annisa Violeta**



## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>DAFTAR ISI</b> .....	i
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	iv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	v
<b>I. PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Tujuan Penelitian.....	2
1.3. Manfaat Penelitian.....	3
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	4
2.1. Sintesis Senyawa Kompleks.....	4
2.1.1. Metode Hidrotermal .....	4
2.1.2. Metode Refluks .....	5
2.2. Senyawa Kompleks Ion Logam Mangan (Mn) .....	5
2.3. Senyawa Kompleks Ligan <i>Rhodamine B</i> .....	6
2.4. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	7
2.5. Uji Termal Senyawa Kompleks .....	7
2.5.1. Metode DTA-TG .....	8
2.5.1.1. Metode Coats – Redfern .....	10
2.5.1.2. Metode Kissinger.....	11
2.5.2. <i>XRD (X-Ray Diffraction)</i> .....	11
<b>III. METODE PENELITIAN</b> .....	13
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian .....	13

2.2. Alat dan Bahan .....	13
2.3. Metode Penelitian .....	14
3.3.1. Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> .....	14
3.3.2. Karakterisasi Serapan Gelombang Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> dengan Spektrofotometer UV-Vis .....	14
3.3.3. Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> dengan FTIR (Data Sekunder) .....	15
3.3.4. Uji Termal Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> dengan DTA-TG .....	15
3.3.5. Karakterisasi Kristal dengan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	15
3.3.6. Pengolahan Data .....	16
3.3.6.1. Perhitungan Data Kurva DTA-TG dengan Metode Coats-Redfern .....	16
3.3.6.2. Perhitungan Data Kurva DTA-TG dengan Metode Kissinger .....	16
3.3.7. Skema Alur Penelitian .....	17
3.3.7.1. Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II) – <i>Rhodamine B</i> .....	17
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>18</b>
4.1. Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> .....	18
4.2. Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis .....	19
4.3. Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> dengan FTIR (Data Sekunder) .....	22
4.4. Karakterisasi Termal dan Studi Kinetik Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> dengan DTA-TG .....	24
4.4.1. Karakterisasi Termal Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> dengan DTA-TG .....	24
4.4.2. Studi Kinetik Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> dengan DTA-TG .....	28
4.4.2.1. Coats-Redfern .....	28
4.4.2.2. Metode Kissinger .....	30
4.4.2.3. Perbandingan metode Coats-Redfern dan Kissinger .....	31

4.5. Karakterisasi Kristal Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Rhodamine B</i> dengan XRD .....	31
<b>V. KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	33
Kesimpulan .....	33
5.2. Saran .....	34
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	35
<b>LAMPIRAN</b> .....	42



## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. □ Tabel 1. Hasil pengukuran spektrum UV- <i>Vis</i> senyawa kompleks hasil sintesis..... □	20
2. □ Tabel 2. Data spektrum FTIR senyawa kompleks hasil sintesis.....	23
3. □ Tabel 3. Data dekomposisi termal senyawa Mn(II)- <i>rhodamine</i> B hasil sintesis..... □	25
4. □ Tabel 4. Data aktivasi termodinamik untuk dekomposisi termal kompleks Mn(II)- <i>rhodamine</i> B metode Coats-Redfern .....	30
5. □ Tabel 5. Data aktivasi termodinamik untuk dekomposisi termal kompleks Mn(II)- <i>rhodamine</i> B metode Kissinger .....	31

## DAFTAR GAMBAR

Gambar		Halaman
1. □	Gambar 1. Struktur <i>rhodamine B</i> .....	6
2. □	Gambar 2. Kurva DTA-TG senyawa kompleks Zn(II)-fbpmpc .....	9
3. □	Gambar 3. Difraktogram senyawa kompleks Mn(II)-Basa Schiff .....	12
4. □	Gambar 4. Skema alur kerja sintesis senyawa kompleks M□□□□□□□□□□ □□□□□□□□□□ <i>rhodamine B</i> .....	17
5. □	Gambar 5. Hasil sintesis senyawa kompleks Mn(II)- <i>rhodamine B</i> .....	19
6. □	Gambar 6. Spektrum UV-Vis senyawa kompleks Mn(II)- <i>rhodamine B</i> ....	20
7. □	Gambar 7. Spektrum FTIR <i>rhodamine B</i> dan kompleks Mn(II)- □□□□□□□□□□ <i>rhodamine B</i> .....	22
8. □	Gambar 8. Termogram DTA-TG hasil sintesis kompleks Mn(II) □□□□□□□□□□ <i>rhodamine B</i> □□□□ .....	□□
9. □	Gambar 9. Prediksi struktur senyawa kompleks Mn(II)- <i>rhodamine B</i> hasil □□□□□□□□□□ sintesis .....	26
10. □	Gambar 10. Struktur Senyawa Kompleks Mn(II)-Basa Schiff Kitosan Karboksimetil-Salisilaldehid .....	27
11. □	Gambar 11. Hasil komputasi struktur senyawa kompleks Mn(II)- <i>rhodamine B</i> □□□□□□□□□□ hasil sintesis .....	27
12. □	Gambar 12. Plot metode Coats Redfern untuk dekomposisi kompleks Mn(II)- <i>rhodamine B</i> pada rentang suhu 185-275°C .....	28
□□□	Gambar 13. Plot metode Coats Redfern untuk dekomposisi kompleks Mn(II)- <i>rhodamine B</i> pada rentang suhu 320-440°C .....	29
□□□	Gambar 14. Plot metode Coats Redfern untuk dekomposisi kompleks M□□□□□□□□□□ <i>rhodamine B</i> pada rentang suhu 450-540°C .....	29

□□□	Gambar 15. Plot metode Kissinger untuk dekomposisi kompleks Mn(II)- <i>rhodamine B</i> pada rentang suhu 300-321°C .....	30
□□□	Gambar 16. Difraktogram senyawa kompleks Mn(II)- <i>rhodamine B</i> hasil sintesis .....	32

## I. PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Kemajuan IPTEK saat ini membuat banyak perkembangan di berbagai sektor seperti sektor kesehatan, industri, energi dan lain sebagainya. Peneliti terus melakukan inovasi dengan membuat rancangan baru demi kemajuan sektor tersebut, salah satu inovasi yang dilakukan yakni melalui penggunaan senyawa kompleks.

Senyawa kompleks dapat diaplikasikan dalam kehidupan sehari-sehari, antara lain dapat digunakan sebagai antikanker, antibakteri, antijamur menggunakan kompleks Ni (II) dan Cu (II) yang direaksikan dengan ligan hidrazin karboksamida (Chandra *and* Kumar, 2015); antikorosi menggunakan kompleks basa Schiff (Gupta, *et al.*, 2016); serta digunakan pada DSSC (*Dye Sensitized Solar Cell*) dengan kompleks Fe(III)-asam humat (Hairunnisa dkk., 2020). Penelitian ini akan menggunakan senyawa kompleks yang berasal dari logam Mn dengan ligan pewarna *rhodamine B*. Mangan merupakan logam yang cukup banyak digunakan sebagai atom pusat dalam sintesis senyawa kompleks karena mangan memiliki lima elektron yang tidak berpasangan sehingga dapat membentuk jaringan koordinasi yang besar dan stabil (Ma *et al.*, 2012). Pemilihan zat warna sintesis *rhodamine B* sebagai ligan yakni karena sifat kimianya yaitu tidak mudah terdegradasi, terdapat ikatan rangkap terkonjugasi, memiliki panjang gelombang maksimum lebih dari 500 nm serta adanya gugus kromofor (-COOH) (Huo dkk., 2013).

Lubis (2022) berhasil mensintesis senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* melalui metode refluks sehingga menghasilkan rendemen sebesar 75,94%. Kompleks Mn(II)-*rhodamine B* kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis, FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan MSB (*Magnetic Susceptibility Balance*). Kompleks Mn(II)-*rhodamine B* yang sudah dikarakterisasi lalu diaplikasikan sebagai *sensitizer* pada DSSC. Kompleks Mn(II)-*rhodamine B* yang sudah diteliti dan dikarakterisasi sebelumnya, akan ditinjau lebih lanjut dari sudut pandang termodinamika dan karakterisasi kristal.

Hasil sintesis kompleks Mn(II)-*rhodamine B* yang telah dilakukan oleh Lubis (2022) didapatkan filtrat dan endapan. Endapan yang sudah kering akan membentuk padatan lalu akan dikarakterisasi untuk melihat fasa kristalin yang terbentuk, struktur kristal dan pola difraksi yang terdapat pada padatan tersebut. Sugiyarto (2012) menjelaskan mengenai kajian termodinamika pada senyawa kompleks. Senyawa kompleks dapat dinyatakan stabil secara termodinamika yang dilihat dari nilai tetapan disosiasinya ( $K_d$ ) yang kecil. Nilai  $K_d$  senyawa kompleks yang semakin kecil, menyebabkan senyawa tersebut terdisosiasi atau dengan kata lain kestabilan senyawa kompleks tersebut akan semakin besar.

Penelitian ini diawali dengan melakukan sintesis dari ion logam Mn dengan ligan *rhodamine B* yang diharapkan membentuk senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B*. Hasil sintesis tersebut akan dilakukan uji termal menggunakan *Differential Thermal Analysis–Thermogravimetric* (DTA-TG), dilakukan evaluasi pada kurva TGA dengan membandingkan metode pemodelan Coats-Redfern dan Kissinger serta dilakukan karakterisasi kristal menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*).

## 1.2. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mendapatkan kompleks Mn(II)-*rhodamine B* yang disintesis dari ion logam Mn dengan ligan *rhodamine B*.
2. Mendapatkan data berupa nilai parameter aktivasi pada kurva termografik dari senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* melalui metode DTA-TG.



3. Mendapatkan data fasa kristalin dan pola difraksi dari hasil sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* melalui metode XRD (*X-Ray Diffraction*).

### **1.3. Manfaat Penelitian**

Manfaat dilakukannya penelitian ini adalah sebagai bentuk kontribusi terhadap ilmu pengetahuan melalui studi termal dan karakterisasi kristal untuk mendukung pemanfaatan senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* sebagai *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC).

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Sintesis Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks yang disintesis umumnya berasal dari ion logam transisi yang memiliki elektron tidak berpasangan pada orbital d-nya. Ion pusat yang memiliki orbital-orbital d yang tidak terisi penuh elektron sehingga dapat berfungsi sebagai akseptor pasangan elektron tersebut. Senyawa kompleks dapat disintesis dengan mereaksikan ligan yang merupakan suatu basa dan mempunyai pasangan elektron bebas dengan logam yang merupakan penerima pasangan elektron yang didonorkan oleh logam (Saria dkk., 2012).

Penelitian yang dilakukan oleh Hermawati dkk. (2016) berhasil melakukan sintesis senyawa kompleks dari logam Zn(II) dengan ligan 8-Hidroksikuinolin menghasilkan padatan berwarna kuning terang dengan persen rendemen sebesar 73,03%. Penelitian Abid *et al.*, (2020) juga berhasil mensintesis kompleks basa Schiff menggunakan ligan 2-(benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)methyleneamino) asam benzoat dengan logam transisi Mn(II) menghasilkan padatan berwarna coklat dengan persen rendemen sebesar 83%.

Hasil penelitian tersebut mendukung sintesis senyawa kompleks dari logam Mn dengan ligan *rhodamine B*. Sintesis senyawa kompleks dapat dilakukan dengan metode hidrotermal dan metode refluks.

#### 2.1.1. Metode Hidrotermal

Metode sintesis hidrotermal dapat didefinisikan sebagai metode sintesis dari kristal tunggal yang tergantung pada kelarutan dari mineral pada air panas dibawah tekanan tinggi (Waludjojati, 2008). Sintesis senyawa kompleks

menggunakan metode hidrotermal berhasil dilakukan Xu *et al.* (2003) pada senyawa kompleks  $[\text{Mn}(\text{phen})(\text{H}_2\text{O})_4] \text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Logam  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  dengan ligan phen disegel dalam reaktor berlapis teflon  $30 \text{ cm}^3$  yang disimpan pada suhu  $180^\circ\text{C}$  selama lima hari. Setelah pendinginan lambat ke suhu kamar, terbentuk kristal hijau muda dengan rendemen yang dihasilkan sebesar 64%.

### 2.1.2. Metode Refluks

Metode sintesis refluks merupakan sintesis dengan pelarut pada temperatur titik didihnya selama waktu tertentu dan jumlah pelarut relatif konstan dengan adanya pendingin balik. Yu *et al.* (2009) telah berhasil mensintesis logam  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan ligan 2-[(4- metoksifenilimino)metil]-6-metoksifenol dalam pelarut etanol menggunakan metode refluks selama 2 jam dan didapatkan hasil kristal berwarna merah dengan rendemen 65%.

Hasil rendemen yang didapat dari kedua metode sintesis menunjukkan bahwa metode refluks lebih banyak menghasilkan rendemen dibandingkan metode hidrotermal. Keunggulan dari metode refluks yakni waktu yang lebih singkat dan cocok untuk senyawa tahan panas secara langsung sehingga metode refluks dipilih sebagai metode sintesis senyawa *Mn(II)-rhodamine B*.

## 2.2. Senyawa Kompleks Ion Logam Mangan (Mn)

Mangan merupakan salah satu unsur dari logam transisi yang mempunyai nomor atom 25 dengan keadaan murni berwarna putih seperti perak, sangat keras, tetapi mudah patah. Logam mangan mempunyai tingkat oksidasi +2, +3, +4, +6, dan +7 dimana tingkat oksidasi paling stabil berada pada bilangan oksidasi antara +2 dan +4 (Li *et al.*, 2010). Ion mangan (II) dapat membentuk senyawa kompleks dengan ligan-ligan karena ion ini masih mempunyai orbital d yang belum penuh terisi elektron (Suyanti *et al.*, 2004). Orbital-orbital d tersebut dapat berfungsi sebagai penerima pasangan elektron dari ligan sehingga terbentuk senyawa kompleks dengan ikatan kovalen koordinasi. Orbital kosong yang digunakan untuk mengikat ligan sangat mempengaruhi karakter senyawa kompleks yang terbentuk.

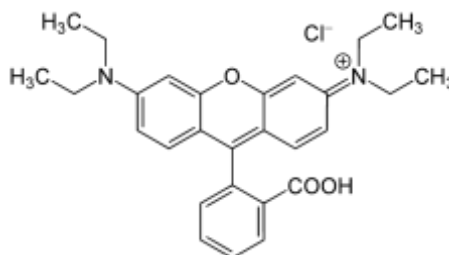
Konfigurasi elektronik yang dimiliki logam mangan, yakni  $[\text{Ar}] 3d^5 4s^2 4p^0 4d^0$

namun saat membentuk ion  $Mn^{2+}$  memiliki konfigurasi  $[18Ar] 3d^5 4s^0 4p^0 4d^0$ . Orbital kosong pada  $4s^0 4p^0 4d^0$  yang dimiliki  $Mn(II)$  dapat membentuk senyawa kompleks yang stabil (Pouralimardan *et al.*, 2007).

Kegunaan logam mangan dilaporkan oleh Alfanaar dan Notario (2019) dengan mensintesis ion logam mangan (II) yang tergabung dengan astaxanthin yang diaplikasikan untuk pengobatan kanker. Ikatan antara ion logam yang terjadi terlihat pada data UV-Vis yang menunjukkan bilangan gelombang 535 nm dan hasil karakterisasi FTIR yang menunjukkan gugus-gugus karakteristik astaxanthin seperti C-H, C=C, C=O, dan O-H pada kompleks hasil sintesis. Logam mangan juga bisa dijadikan *dye* pada *Dye Sensitized Solar Cell* dari hasil penelitian yang telah dilakukan Dina (2015) menggunakan kompleks  $Mn(II)$ -*naphthol blue black*. Kompleks yang terbentuk bersifat paramagnetik dengan nilai momen magnet sebesar 5,90 BM, serta berdasarkan uji daya hantar listriknya menunjukkan kompleks tersebut merupakan kompleks ionik.

### 2.3. Senyawa Kompleks Ligan *Rhodamine B*

*Rhodamine B* merupakan pewarna sintesis berbentuk serbuk kristal, berwarna hijau atau ungu kemerahan, tidak berbau, dan dalam larutan akan berwarna merah terang berpendar atau berfluorosensi (BPOM, 2014). *Rhodamine B* memiliki rumus molekul  $C_{28}H_{31}N_2O_3$  dengan berat molekul sebesar  $443,5 \text{ g.mol}^{-1}$  (Arief *et al.*, 2007). *Rhodamine B* sangat larut dalam pelarut air sebagai pelarut anorganik dan juga larut dalam pelarut organik. *Rhodamine B* termasuk zat warna dari golongan pewarna kationik (*cationic dyes*) yang umumnya digunakan sebagai zat warna untuk tekstil (sutra, wol, kapas), cat, kertas atau pakaian (Afriyeni dan Utari, 2016; BPOM RI, 2008). Struktur *rhodamine B* terlampir pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur *rhodamine B* (Fikry *et al.*, 2009)

Hasil penelitian yang telah dilakukan Setyawati *et al.*, (2015) terbentuklah senyawa kompleks Fe-*rhodamine B* yang dapat dimanfaatkan sebagai zat warna pada sel surya yang menghasilkan efisiensi sebesar 2,03%. Penelitian tersebut menjadi rujukan untuk pembentukan senyawa kompleks dari ion logam mangan (II) yang dikomplekskan dengan *rhodamine B* sebagai ligannya.

#### **2.4. Fourier Transform Infrared (FTIR)**

Spektroskopi FTIR merupakan salah satu teknik analitik yang baik dalam proses identifikasi struktur molekul suatu senyawa. Komponen utama spektroskopi FTIR adalah interferometer Michelson yang mempunyai fungsi menguraikan (mendispersi) radiasi inframerah menjadi komponen-komponen frekuensi (Kusumastuti, 2011). Gambaran antara persen absorpsi atau persen transmitansi lawan frekuensi akan menghasilkan suatu spektrum infra merah. Transisi yang terjadi didalam serapan infra merah berkaitan dengan perubahan-perubahan vibrasi dalam molekul (Sastrohamidjojo, 2001). Keuntungan menggunakan spektrofotometer FTIR dijelaskan oleh Hanifuddin *et al.*, (2011) yakni informasi struktur molekul dapat diperoleh secara tepat dan akurat (memiliki resolusi yang tinggi). Keuntungan yang lain dari metode ini adalah dapat digunakan untuk mengidentifikasi sampel dalam berbagai fase (gas, padat atau cair).

Prinsip kerja FTIR adalah interaksi antara energi dan materi. *Infrared* yang melewati celah ke sampel, dimana celah tersebut berfungsi mengontrol jumlah energi yang disampaikan kepada sampel kemudian beberapa *infrared* diserap oleh sampel dan yang lainnya di transmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar infrared lolos ke detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim ke komputer dan direkam dalam bentuk puncak-puncak (Thermo, 2001).

#### **2.5. Uji Termal Senyawa Kompleks**

Uji termal merupakan kelompok teknik karakterisasi material berdasarkan perubahan sifat fisik atau kimia material akibat perubahan temperatur dengan variabel waktu. Uji termal digunakan untuk mendapatkan sifat termodinamis



material sehingga dapat diketahui sifat material dibawah pengaruh pemanasan atau pendinginan, dibawah atmosfer reduksi atau oksidasi dan di bawah tekanan gas (Klančnik, 2010).

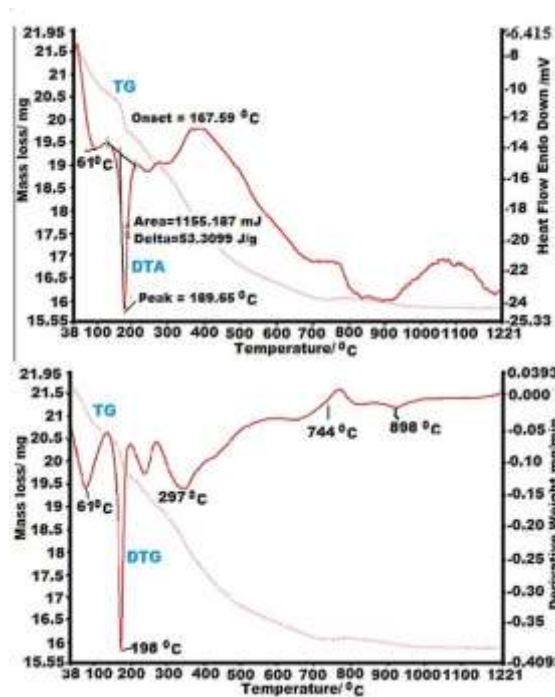
Uji termal dalam penelitian ini akan menggunakan metode *Differential Thermal Analysis - Thermographic Analysis* (DTA-TG).

### 2.5.1. Metode DTA-TG

Analisis termal metode termogravimetrik (TGA) memberikan informasi tentang perubahan massa dari bahan aktif yang digambarkan dengan parameter suhu dan waktu. Teknik diferensial termal (DTA) adalah analisis termal dengan membandingkan suhu sampel bahan aktif dengan suhu referensi. Apabila tidak terjadi perubahan reaksi maka antara suhu sampel bahan aktif dengan suhu referensi akan sama. Sebaliknya suhu sampel bahan aktif dengan suhu referensi akan berbeda jika terdapat reaksi fisika atau kimia. Jika terjadi reaksi endotermik maka suhu sampel bahan aktif berada di bawah suhu referensi, sedangkan jika terjadi reaksi eksotermik maka suhu sampel bahan aktif berada di atas suhu referensi (Park *et al.*, 2010).

Chaudary *et al.*, (2016) melakukan analisis termal pada kompleks Zn(II) – fbpmpc dengan metode DTA-TG (Gambar 1). Hasil yang didapatkan berupa tiga tahap dekomposisi dalam kisaran suhu 38-1221°C. Tahap pertama pada kisaran suhu 38-158°C dengan puncak  $T_{DTG}$  pada 61°C sesuai dengan hilangnya dua molekul air kisi dengan kehilangan massa 7,3%. Energi aktivasi untuk tahap ini ditemukan 52,960 kJ/mol. Tahap kedua melibatkan hilangnya dua bagian organik identik  $C_7H_8ON$  - fragmen ligan pada kisaran suhu 160 - 700°C sesuai dengan kehilangan massa 46,4% dari 60% ligan dengan puncak DTG yang lemah pada 198, 251, 297°C dan satu puncak endotermik  $T_{DTA}$  pada 189, 245°C. Pada tahap ketiga (700-1045°C) ditemukan dua puncak  $T_{DTG}$  di 744, 898°C dengan kehilangan massa

30,4% dari sisa 40% fragmen ligan ( $C_6H_2O_4N_2$ ) dan menunjukkan dua puncak  $T_{DTA}$  di  $850^\circ C$  dan  $900^\circ C$ .



Gambar 2. Kurva DTA-TG senyawa kompleks Zn(II)-fbpmpc (Chaudary *et al.*, 2016)

Basset., *et al* (1994) menjelaskan bahwa proses untuk mencapai keadaan transisi kompleks membutuhkan energi yang disuplai dari luar sistem. Energi inilah yang disebut dengan energi aktivasi. Pada reaksi endoterm ataupun eksoterm, keduanya memiliki energi aktivasi yang positif, karena keadaan transisi kompleks memiliki tingkat energi yang lebih tinggi dari reaktan. Ramazan *and* Osman (2010) meneliti tentang efek katalisis Mn(II) dengan oksidasi *Gallocyanin* menggunakan asam nitrilotriasetat sebagai reagen aktivasi. Efek yang dihasilkan dari suhu reaksi pada rentang suhu  $10^\circ C$  -  $30^\circ C$ , didapatkan energi aktivasi pada Mn(II)-reaksi katalisis sebesar  $22,48 \text{ kJ/mol}$ . Hasil penelitian tersebut menjadi kisaran energi aktivasi yang dituju saat dilakukan pengukuran pada kompleks Mn(II)-*rhodamine B* menggunakan metode DTA-TG.

Perhitungan kurva DTA-TG dalam penelitian ini akan membandingkan dua metode yang berbeda yakni metode Coats-Redfern dan metode Kissinger.

### 2.5.1.1. Metode Coats – Redfern

Data dari analisis termogravimetri pada rentang dekomposisi  $0,1 < \alpha < 0,9$  dapat ditentukan parameter kinetiknya dengan metode Coats - Redfern. Persamaan metode Coats-Redfern dijabarkan sebagai berikut (Coats *and* Redfern, 1964).

$$\ln[-\ln(1-\alpha)/T] = -E^*/RT + \ln[AR/\theta E^*] \dots \dots \dots (1)$$

Keterangan:

$\alpha$  = fraksi dekomposisi yang diberikan pada suhu T (°K); R = tetapan gas (8.314 Jmol<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>); A = faktor frekuensi (min<sup>-1</sup>);  $\theta$  = laju pemanasan (K min<sup>-1</sup>); E\* = energi aktivasi (kJ mol<sup>-1</sup>)

Nilai E\* bisa didapat dari nilai *slope* dan nilai A diperoleh dari nilai *intercept* pada persamaan regresi linier.

Nilai fraksi dekomposisi ( $\alpha$ ) diperoleh dari persamaan 2.

$$\alpha = \frac{w}{w_f} \dots \dots \dots$$

(2)

Keterangan:

W = hilangnya massa sampel pada suhu T (mg); W<sub>f</sub> = hilangnya massa sampel pada akhir reaksi (mg)

Entropi aktivasi ( $\Delta S^*$ ), entalpi aktivasi ( $\Delta H^*$ ), dan perubahan energi bebas aktivasi masing-masing dihitung dengan menggunakan persamaan 3, 4, dan 5 (Sedaghat *and* Monajjemzadeh, 2011).

$$\Delta S^* = R \ln(Ah/k_B T_s) \dots \dots \dots (3)$$

$$\Delta H^* = E^* - RT \dots \dots \dots (4)$$

$$\Delta G^* = \Delta H^* - T \Delta S^* \dots \dots \dots (5)$$

Keterangan:

k<sub>B</sub> = tetapan Boltzman (1,3806 x 10<sup>-23</sup> J/K); h = tetapan Plank's (6,626 x 10<sup>-34</sup> J.s);

T<sub>s</sub> = suhu puncak DTG (°K)

### 2.5.1.2. Metode Kissinger

Metode Kissinger merupakan metode perhitungan kinetik yang memberikan nilai energi aktivasi tunggal untuk seluruh proses dekomposisi (Dhaundiyal *and* Hanon, 2018). Persamaan model Kissinger dijabarkan sebagai berikut (Kissinger, 1957).

$$\ln(\beta/T^2) = \ln(AR/E) - E/RT \dots \dots \dots (6)$$

Keterangan:

$\beta$  = laju pemanasan ( $K \text{ min}^{-1}$ );  $R$  = tetapan gas ( $8,314 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$ );  $A$  = faktor frekuensi ( $\text{min}^{-1}$ )

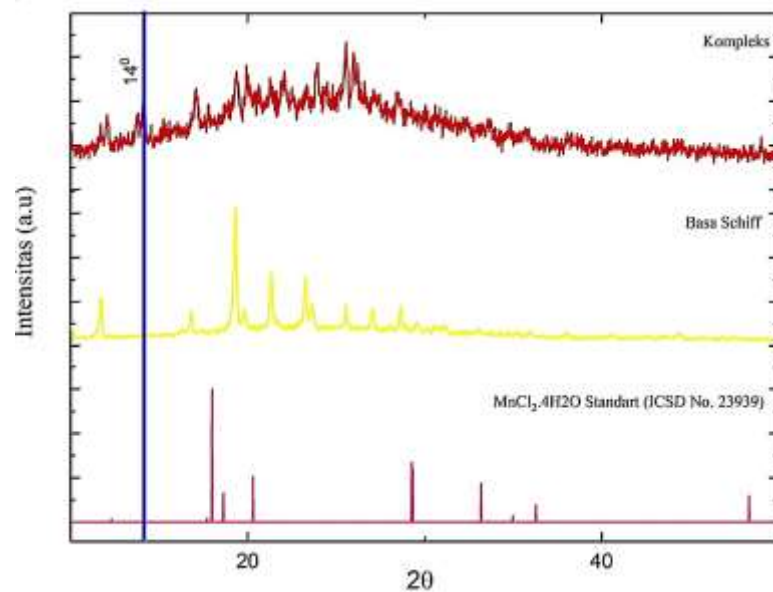
Slope pada metode Kissinger dapat dihitung melalui persamaan 7 (Kissinger, 1957).

$$\text{Slope} = - E/R \dots \dots \dots (7)$$

### 2.6. XRD (*X-Ray Diffraction*)

*X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit, sebagai contoh identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fasa (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X (Bunaciu *et al.*, 2015). Prinsip *X-Ray Diffraction* (XRD) adalah difraksi cahaya melalui celah kristal. Ketika berkas sinar X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diadsorpsi, ditransmisi dan dihamburkan. Metode analisa ini untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara parameter ditentukan dari struktur kisi serta untuk hasil ukuran partikel (Bendale *et al.*, 2011).

XRD memberikan data-data difraksi dan kuantisasi intensitas difraksi pada sudut-sudut dari suatu bahan. Data yang diperoleh dari XRD berupa intensitas difraksi sinar-X yang terdifraksi dan sudut-sudut  $2\theta$ . Tiap pola yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu (Widiastuti *and* Samderubun, 2012).



Gambar 3. Difraktogram senyawa kompleks Mn(II)-Basa Schiff (Hariyanto, 2021)

Hariyanto (2021) berhasil mengidentifikasi kristal yang terdapat pada senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan Basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol yang dianalisis dengan XRD.

Berdasarkan hasil difraktogram (Gambar 3) terdapat pola difraksi dari senyawa ligan basa Schiff pada  $2\theta = 12, 19, 21, 23,$  dan  $30$ . Pola difraksi dari  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  pada  $2\theta = 12, 16, 20, 21,$  dan  $29$ . Pola difraksi dari senyawa kompleks basa Schiff pada  $2\theta = 11, 14, 19, 23,$  dan  $28$ . Pola difraksi antara senyawa ligan dan kompleks basa Schiff relatif sama. Pola difraksi yang didapatkan terlihat puncak difraksi baru dari 35 senyawa kompleks basa Schiff yang terlihat pada  $2\theta = 14^\circ$ .



### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2022 sampai Februari 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik FMIPA Universitas Lampung. Uji termal menggunakan DTA-TG dilakukan di LTSIT Universitas Lampung dan karakterisasi kristal menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

#### 3.2. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas dalam laboratorium, jarum, corong Buchner, *magnetic stirrer* Stuart CB 161, *hot plate* Behr-Labor Technich, termometer, neraca analitik, satu set alat refluks (boiling 50 mL Pyrex *flatt*, kondensor, statif, *clamp holder* dan *bosshead clamp*), scotch (3M) *tape*, oven, desikator, instrumen DTA-TG *Exstar 7300*, instrumen XRD *Philips X-Pert Pro MPD*, spektrofotometer UV-Vis *Agilent Carry 100*, spektrofotometer FTIR *Agilent Carry 630*.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah mangan(II) klorida tetrahidrat ( $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), *rhodamine B* ( $\text{C}_{28}\text{H}_{31}\text{ClN}_2\text{O}_3$ ), etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), akuabides, es batu, *aluminium foil*, kertas saring Whatman No. 42.

### 3.3. Metode Penelitian

#### 3.3.1. Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)-*Rhodamine B*

Larutan kompleks dibuat dengan menggunakan perbandingan mol (1:3). Larutan logam dibuat dengan melarutkan 0,196 gram  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ke dalam gelas beaker yang berisi 5 mL etanol dan diaduk hingga homogen. Larutan ligan dibuat dengan cara menimbang 1,437 gram *rhodamine B* lalu dilarutkan dalam gelas beaker berisi 10 mL etanol, aduk hingga homogen.

Kedua larutan tersebut dicampurkan lalu diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil di refluks selama 2 jam pada suhu  $78^\circ\text{C}$  di atas *hot plate*. Campuran yang telah direfluks kemudian diangkat, selanjutnya didinginkan menggunakan es batu untuk mempercepat pembentukan endapan. Campuran yang sudah didinginkan kemudian disaring dengan corong Buchner dan kertas saring untuk memisahkan filtrat dan endapannya sambil dicuci dengan akuabides hingga air bilasan tidak berwarna. Filtrat yang didapatkan dimasukkan ke dalam gelas beaker kemudian ditutup dengan alumunium foil dan diberi beberapa lubang kecil dengan jarum untuk memberikan sedikit udara lalu dimasukkan ke dalam desikator. Endapan yang berada di kertas saring kemudian diberi alas kaca arloji dan disimpan dalam desikator didiamkan selama 2 minggu. Endapan yang sudah membentuk padatan kemudian ditimbang menggunakan neraca analitik hingga didapatkan berat konstan.

#### 3.3.2. Karakterisasi Serapan Gelombang Senyawa Kompleks Mn(II)-*Rhodamine B* dengan Spektrofotometer UV-Vis

Karakterisasi senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* dengan spektrofotometer UV-Vis bertujuan untuk melihat pergeseran panjang gelombang maksimum pada senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* hasil sintesis. Metode yang digunakan merujuk pada Lubis (2022). Langkah pertama diawali dengan preparasi larutan standar kompleks Mn(II)-*rhodamine B* untuk dimasukkan ke dalam kuvet dan perlakuan yang sama untuk larutan blanko etanol. Perekaman spektrum elektronik dilakukan

menggunakan instrument spektrofotometer UV-Vis yang diukur pada rentang panjang gelombang 200-800 nm untuk kompleks Mn(II)-*rhodamine B* dan larutan blanko etanol. Penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* mengacu pada spektrum dengan plot absorbansi berbanding dengan panjang gelombang.

### **3.3.3. Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)-*Rhodamine B* dengan FTIR (Data Sekunder)**

Karakterisasi ini bertujuan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional yang terbentuk dalam senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* hasil sintesis. Sampel di karakterisasi dengan cara *scanning* menggunakan instrumen FTIR pada rentang panjang gelombang 250-4000  $\text{cm}^{-1}$  (Lubis, 2022).

### **3.3.4. Uji Termal Senyawa Kompleks Mn(II)-*Rhodamine B* dengan DTA-TG**

Pengujian termal menggunakan DTA-TG untuk mendeteksi temperatur dekomposisi fasa, kestabilan termal serta kinetika reaksi pada hasil sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* yang diakibatkan perubahan entalpi dari sampel tersebut.

Ditimbang kristal hasil sintesis sebesar 8 mg dan diletakkan pada krusibel yang terbuat dari alumunium. Analisis DTA-TG dilakukan dari rentang suhu 25 °C hingga 500 °C dengan kenaikan suhu 5 °C per menit.

Selanjutnya akan diperoleh kurva dengan sumbu X sebagai suhu dan sumbu Y sebagai persen massa yang hilang (Martak dkk, 2018).

### **3.3.5. Karakterisasi Kristal dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)**

Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui tingkat kristalinitas, ukuran partikel, persentase fasa dari hasil sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B*.

Sampel ditempatkan dengan merata dan termampatkan secara baik di tempat sampel kemudian diletakkan pada *sample holder* dalam alat difraktometer sinar-X kemudian sampel disinari dengan sinar-X. hasil sintesis diukur pada rentang  $2\theta = 20^\circ - 65^\circ$  dan radiasi Cu K $\alpha$  pada 40 kV dan 300 mA.

### 3.3.6. Pengolahan Data

Adapun pengolahan data yang dilakukan pada hasil sintesis senyawa kompleks Mn(II) – *rhodamine B* adalah sebagai berikut.

#### 3.3.6.1. Perhitungan Data Kurva DTA-TG dengan Metode

##### Coats-Redfern

Data yang didapatkan dari uji termal kemudian dilakukan perhitungan untuk menentukan laju pemanasan dari hasil sintesis senyawa kompleks dengan persamaan sebagai berikut (Coats and Redfern, 1964) :

$$\log \left[ \frac{1 - (1 - \alpha)^{1-n}}{T^2(1-n)} \right] = \log \frac{AR}{\beta E} \left[ 1 - \frac{2RT}{E} \right] - \frac{E}{2.303RT} \text{ untuk } n \neq 1$$

$$\log \left[ \frac{-\log(1 - \alpha)}{T^2} \right] = \log \frac{AR}{\beta E} \left[ 1 - \frac{2RT}{E} \right] - \frac{E}{2.303RT} \text{ untuk } n = 1$$

Keterangan :

$\beta$  = laju pemanasan ( $K \text{ min}^{-1}$ );  $\alpha$  = fungsi konversi; A = faktor pre eksponensial ( $\text{min}^{-1}$ ); R = konstanta gas ideal ( $8.314 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$ ); T = suhu ( $^\circ\text{K}$ ); E = energi aktivasi ( $\text{kJ/mol}$ )

#### 3.3.6.2. Perhitungan Data Kurva DTA-TG dengan Metode Kissinger

Data yang didapatkan dari uji termal kemudian dilakukan perhitungan dengan persamaan sebagai berikut (Kissinger, 1957) :

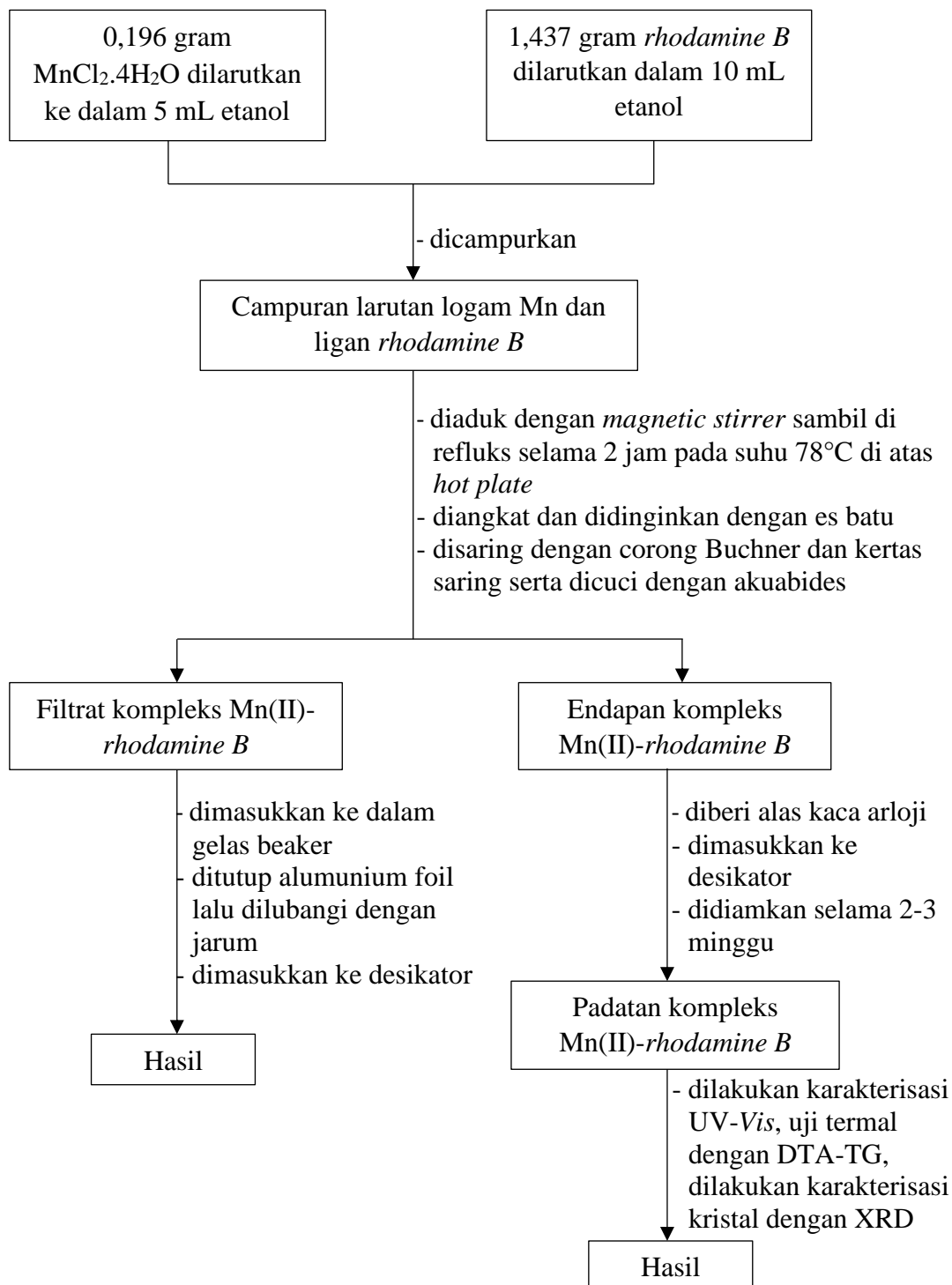
$$\ln \frac{\beta}{T^2} = \ln \left[ \frac{AR}{E} \right] - \left[ \frac{E}{RT} \right]$$

Keterangan :  $\beta$  = laju pemanasan ( $K \text{ min}^{-1}$ ); A = faktor pre-eksponensial ( $\text{min}^{-1}$ ); R= konstanta gas ideal ( $8.314 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$ ); T = suhu ( $^\circ\text{K}$ ); E = energi aktivasi ( $\text{kJ/mol}$ )

### 3.3.7. Skema Alur Penelitian

Skema alur kerja penelitian dapat dilihat pada Gambar 4.

#### 3.3.7.1. Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II) – *Rhodamine B*



Gambar 4. Skema alur kerja sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B*

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Kesimpulan

Hasil dari penelitian yang sudah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Hasil dari sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* berupa padatan berwarna hitam sebanyak 1,16 gram dengan rendemen sebesar 71,4% dan didukung oleh hasil karakterisasi UV-Vis dengan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks sebesar 212 nm, 259 nm, 354 nm dan 550 nm serta didukung oleh data sekunder hasil karakterisasi FTIR senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* yang menunjukkan telah terbentuknya ikatan ion logam Mn dan ligan *rhodamine B* dengan munculnya puncak pita serapan yang menunjukkan ikatan M-O pada bilangan gelombang  $362,62\text{ cm}^{-1}$  dan ikatan M-N pada bilangan gelombang  $476,42\text{ cm}^{-1}$ .
2. Hasil uji termal DTA-TG didapatkan suhu puncak dekomposisi massa masing-masing sebesar  $221^{\circ}\text{C}$ ,  $380^{\circ}\text{C}$  dan  $500^{\circ}\text{C}$  dan terbentuk rumus molekul  $[\text{Mn}(\text{C}_{28}\text{H}_{31}\text{N}_2\text{O}_3)_3(\text{H}_2\text{O})_3]\text{Cl}_2$ .
3. Hasil kalkulasi energi ikatan dari komputasi struktur senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* didapatkan sebesar  $4.891,45\text{ kJ/mol}$ .
4. Hasil studi kinetik yang dihitung menggunakan metode Coats-Redfern dan Kissinger menunjukkan nilai entropi aktivasi negatif yang menandakan telah terjadi *chemosorption* pada senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B*.
5. Hasil karakterisasi kristal dengan XRD didapatkan fasa kristal senyawa kompleks Mn(II)-*rhodamine B* dalam fasa amorf yang terlihat dari banyaknya puncak yang muncul pada grafik XRD.

## **5.2. Saran**

Penelitian selanjutnya disarankan untuk studi lebih dalam terkait tinjauan kinetika untuk mekanisme reaksi terkhusus pada senyawa kompleks.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abid, O. U. R., Ahmad, A., Rehman, W., Rehmat, Z., Ali, M., Mir, S., Tauseef, M. Q. Ultrasonic Assisted Synthesis, Characterization and Bioactivity Assessment of Novel Piperonal Based Schiff Base and Its Metal Complexes. *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*. 39(2): 105-111.
- Afriyeni dan Utari. 2016. Identifikasi Zat Warna Rhodamin B pada Lipstik Berwarna Merah yang Beredar di Pasar Raya Padang. *Jurnal Farmasi Higea*. 8(1): 59-64.
- Agustin, I. R. 2017. *Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Tembaga (II) dengan Ligan [N,N'-Bis(Salisiliden)-1,2-Fenilendiamin]*. (Skripsi). FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Alfanaar, R. dan Notario, D. 2019. Sintesis Senyawa Koordinasi Astaxanthin dengan Bantuan Gelombang Ultrasonik. *Jurnal Kimia dan Kemasan*. 41(2): 88 – 94.
- Arief, S., Safni, and Roza, P. P. 2007. Degradasi Senyawa Rhodamin B secara Sonolisis dengan Penambahan TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesa melalui Proses Sol-Gel. *Jurnal Riset Kimia*. 1(1): 64-70.
- Bassett, J., Denney, R. C., Jeffery, G. H., Mendham, J. 1994. *Buku Ajar Vogel : Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. EGC. Jakarta.
- Bendale, A. R., Bhatt, R., Nagar, A., Jadhav, A. G., Vidyasagar, G. 2011. Schiff Base Synthesis by Unconventional Route : an Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*. 3(2): 34-38.
- BPOM RI. 2008. *Rodamin B (Rhodamine B)*. BPOM. Jakarta.
- BPOM. 2014. *Penggunaan Rhodamin B pada Kosmetik*. BPOM. Jakarta.



- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. G., Aboul-Enein, H. Y. 2015. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Crit. Rev. Anal. Chem.* 45(4): 289–299.
- Chaudary, R. G., Ali, P., Gandhare, N. V., Tanna, J. A., & Juneja, H. D. (2016). Thermal Decomposition Kinetics of Some Transition Metal Coordination Polymers of Fumaroyl Bis(paramethoxyphenylcarbamide) using DTG / DTA Techniques. *Arabian Journal of Chemistry.* 12(7): 1070-1082.
- Chandra, S., and Kumar, S. 2015. Synthesis, Spectroscopic, Anticancer, Antibacterial and Antifungal Studies of Ni (II) and Cu (II) Complexes with Hydrazine Carboxamide, 2-[3-methyl-2-thienyl methylene]. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy.* (135): 356–363.
- Coats, A. W. and Redfern, J. P. 1964. Kinetic Parameters from Thermogravimetric Data. *Nature.* 201 (4914): 68-69.
- Creswell, C., Runquist, O.A., Campbell, M.M. 2005. Analisis Spektrum Senyawa Organik. ITB. Bandung. Dewi, W. U. 2017. Evaluasi Kinetika Dekomposisi Termal Propelan Komposit AP/HTPB dengan Metode Kissinger, Flynn Wall Ozawa dan Coats – Redfern. *Jurnal Teknologi Dirgantara.* 15(2): 115-131.
- Dai, Q., Jiang, L., Luo, X. 2017. Electrochemical Oxidation of Rhodamine B: Optimization and Degradation Mechanism. *International Journal of Electrochemical Science.* 12: 4265 – 4276.
- Dhaundiyal, A. and Hanon, M. M. 2018. Calculation of Kinetic Parameters of the Thermal Decomposition of Residual Waste of Coniferous Species: Cedrus Deodara. *Acta Technologica Agriculturae.* 21(2):75-80.
- Dina, I. S. 2015. *Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)-Naphthol Blue Black Sebagai Dye Sensitized Solar Cell (DSSC).* (Skripsi). Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga. Surabaya.
- Fikry, M., Omar, M. M., Lotfi, Z. I. 2009. Effect of Host Medium On the Fluorescence Emission Intensity of Rhodamine B in Liquid and Solid Phase. *J. Fluores.* 19: 741–746 .
- Finney, J. L. 2001. *Encyclopedia of Materials : Science and Technology (Second Edition).* Elsevier. USA.

- Gupta, Y. K., Agarwal, S. C., Madnawat, S. P., Narain, R. 2012. Synthesis, Characterization and Antimicrobial Studies of Some Transition Metal Complexes of Schiff Bases. *Research Journal of Chemical Sciences*. 2(4): 68-71.
- Hanifuddin, M., Fibria, M., Hastuningtyas, S.S. 2011. Penggunaan Infra Red Oil Analyser untuk Memantau Kondisi Minyak Lumas Mesin Diesel. *Lembaran Publikasi LEMIGAS*. 45(1): 71-78.
- Hariyanto, N. A. 2021. *Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol*. (Skripsi). UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Malang.
- Hairunnisa., Gusrizal., Rahmalia, W. 2020. Sintesis Kompleks Cu(II) dan Fe(III) dengan Ligan Asam Humat dan Aplikasinya sebagai Sensitizer pada Dye Sensitized Solar Cell (DSSC). *Journal of Chemical Process Engineering*. 2(5): 15-21.
- Hermawati, E.S., Suhartana., Taslimah. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 19(3): 94-98.
- Huo, F., Wang, L., Yin, C., Yang, Y., Tong, H., Chao, J. 2013. The Synthesis, Characterization of Three Isomers of Rhodamine Derivative and Their Application in Copper (II) Ion Recognition. *Sensors and Actuators, B: Chemical*. (188): 735-740.
- Ismiyarto., Saputri, N.W., Rahmatia, L.Z., Sarjono, P.R., Ngadiwiyan., Prasetya, N.B.A., Bima, D.N. 2021. Synthesis of Mn(II) Complexes-Carboxymethyl Chitosan Schiff Base Salicylaldehyde and Antibacterial Activity. *Jurnal Kimia Valensi*. 7(1): 10-21.
- Kissinger, H.E. 1957. Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis. *Analytical Chemistry*. 29(11): 1702-1706.
- Klančnik, G. 2010. Differential Thermal Analysis (DTA) and Differential Scanning Calorimetry (DSC) as a Method of Material Investigation. *Materials and Geoenvironment*. 57(1): 127-142.
- Kusumastuti, A. 2011. Pengenalan Pola Gelombang Khas dengan Interpolasi. *Jurnal CAUCHY*. 2(1): 9-11.

- Laksmiani, N. P. L., Paramita, N. L. P. V., Wirasuta, I. M. A. G. 2016. In Vitro and In Silico Antioxidant Activity of Purified Fractions from Purple Sweet Potato Ethanolic Extract. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. 8:177-181.
- Li, P., Nan, C., Wei, Z., Lu, J., Peng, Q., and Li, Y. 2010. Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanocrystals: Facile Synthesis, Controlled Assembly, and Application. *Chem Matter*. 22: 4232-4236.
- Lubis, N. W. S. 2022. *Sintesis dan Aplikasi Senyawa Kompleks Mangan(II)-Rhodamine B sebagai Sensitizer pada Dye Sensitized Solar Cell (DSSC)*. (Skripsi). Universitas Lampung. Lampung.
- Ma, L. F., Han, L. M., Qin, J. H., Wang, L. Y., Du, M. 2012. Mn(II) Coordination Polymers Based on Bi-, Tri-, and Tetranuclear and Polymeric Chain Building Units: Crystal Structures and Magnetic Properties. *Inorganic Chemistry*. 51(17): 9331-9442.
- Martak, F., Wahyudi, A., Limanto, D., Ali, M.T.M. 2018. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mangan(II) dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol. *Akta Kimia Indonesia*. 3(2): 159-174.
- Mauludia., Usman, T., Rahmalia, W., Prayitno, D.I., Nurbaeti, S. N. 2021. Ekstraksi, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antioksidan *Astaxanthin* dari Produk Fermentasi Udang (Cincalok). *Jurnal Kelautan Tropis*. 24(3): 311-322.
- Mohng, J. 2000. *Techniques in Organic Chemistry, Second Edition*. Standard Taper Miniscale 14/10 Standard Taper Microscale Williamson Microscale.
- Muhaimin., Ningsih, K. N., Latief, M. 2021. Senyawa Turunan Terpenoid dari Ekstrak Aseton Daun Perepat (*Sonneratia alba*) dan Aktivitasnya Terhadap *Escherichia coli*. *Journal of The Indonesian Society of Integrated Chemistry*. 13(2): 75-83.
- Nafiq, U., Yuniarto, P. F., and Sulistyowati, Y. 2020. Analisis Kandungan *Rhodamine B* pada *Eyeshadow* yang Beredar di Daerah Kediri dan Nganjuk. *Jurnal Mahasiswa Kesehatan*. 1(2). 131-139.
- Nakamoto. 2009. *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds, Sixth Edition*. Canada.

- Neri, R. 2005. *Sintesis dan Karakterisasi Semikonduktor Rekaan berdasarkan Fenomena MLCT (Metal-to-Ligand Charge Transfer) Kompleks Mn(bpy)<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (bpy = 2,2'-bipiridin) pada Material TiO<sub>2</sub>*. (Skripsi). FMIPA Universitas Negeri Sebelas Maret.
- Oswald, H. R., and Asper, R. 2006. *Bivalent Metal Hydroxides : Preparation and Crystal Growth of Materials with Layered Structures*. Reidel Publishing Company. Netherland.
- Park, M., Zhanga,X., Chunga, M., Less, G,B., Sastry, A.M., 2010, A Review of Conduction Phenomena in Li-ion Batteries. *Journal of Power Sources*. 195: 7904-7929. □
- Pouralimardan, O., Anne, C. C. Christoph, J and Hassan, H. M. 2007. Hydrazone Schiff Base-Manganese(II) Complexes: Synthesis, Crystal Structure and Catalytic Reactivity. *Inorganica Chimica Acta*. 360: 1599–1608.
- Purnama, E. F., Nikmatin, S., Langenati, R. Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Derajat Kristalinitas dan Komposisi Hidroksiapatit Dibuat dengan Media Air dan Cairan Tubuh Buatan (*Synthetic Body Fluid*). *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 1: 154-162.
- Qiu, S., Chu, H., Zou, Y., Xiang, C., Zhang, H., Sun, L., & Xu, F. 2015. Thermochemical Studies of Rhodamine B and Rhodamine 6G by Modulated Differential Scanning Calorimetry and Thermogravimetric Analysis. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 123(2): 1611–1618.
- Ramazan, G. and Osman, C. 2010. Catalytic Spectrophotometry for the Determination of Manganese at Trace Levels by a Novel Indicator Reaction. *Journal of the Korean Chemical Society*. 54(5): 556-566.
- Sastrohadimidjojo. 2001. *Spektroskopi*. Liberty. Yogyakarta.
- Sedaghat, T. and Monajjemzadeh, M. 2011. Some New Organotin (IV) Schiff Base Adducts: Synthesis, Spectroscopic Characterization and Thermal Studies. *J. Iran. Chem. Soc.* 8(2): 477-483.
- Setyawati, H., Darmokoesoemo, H., Hamami, Rochman, F., and Permana, A. J. 2015. Promising Dye Sensitizer on Solar Cell From Complexes of Metal and Rhodamine B. *International Journal of Renewable Energy Research*. 5(3): 694–698.

- Sugiyarto, K.H. 2012. *Dasar-Dasar Kimia Anorganik Transisi*. Graha Ilmu. Jakarta.
- Singh, R., Ahlawat, O.P., Rajor, A. 2017. Decolourization of Textile Dyes by Ligninolytic Fungi Isolated from Spent Mushroom Substrate. *Bulletin of Environment, Pharmacology and Life Sciences*. 6(5): 53-66
- Suhartati, T. 2017. *Dasar-Dasar Spektrofotometer UV-Vis dan Spektrofotometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. AURA. Lampung.
- Supratman, U. 2010. *Elusidasi Struktur Senyawa Organik*. Widya Padjajaran. Bandung.
- Suyanti, R. D., Purba, J., Sutiani, A. 2004. Enkapsulasi Kompleks - Zeolit Sintetis sebagai Katalis dalam Reaksi Oksidasi Alkena. *Seminar Nasional Penelitian dan Pendidikan Kimia*. 1-14.
- Tonbul, Y. and Yurdakoç, K. 2001. Thermogravimetric, Investigation of The Dehydration Kinetics of KSF, K10 and Turkish Bentonite. *Turkish Journal of Chemistry*. 25(3): 333-339.
- Trestiaty, M. 2003. *Analisis Rhodamin B pada Makanan dan Minuman Jajanan Anak SD (Studi Kasus: Sekolah Dasar di Margasih Kabupaten Bandung)*. (Tesis). Fakultas Kesehatan Lingkungan ITB. Bandung.
- Waludjojati, A. 2008. Sintesis Hidrotermal dari Serbuk Oksida Keramik. *Momentum*. 4(2): 33-37.
- Widiastuti, M.M.D. and Samderubun, G. 2018. Policy Strategy to Overcome Beach Sand Mining in The Nasai Beach – Merauke Regency. *Jurnal Kebijak. Sosek KP*. 8(1): 13–26.
- Xu, L., Zhang, S., Wang, E., Huang, R. 2003. A Novel Manganese (II) Complex with phen Ligands: Hydrothermal Synthesis, Structure and Magnetic Properties of  $[\text{Mn}(\text{phen})(\text{H}_2\text{O})_4] \text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . *Journal of Coordination Chemistry*. 56(15): 1329-1337.
- Yu, Y. Y., Hui, D. X., Jian, F. L., Guo, L. Z. 2009. Synthesis, Characterization, Crystal Structure and Antibacterial Activities of Transition Metal(II) Complexes of the Schiff Base 2-[(4-

Methylphenylimino)methyl]-6-methoxyphenol. *Molecules*. 14: 1747-1752.