

**TINJAUAN TERMAL SENYAWA KOMPLEKS Mn(II)-*Methyl Orange*
DENGAN METODE *KISSINGER* DAN *COATS-REDFERN***

(Skripsi)

Oleh

Afrilia Anggraini



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

ABSTRAK

TINJAUAN TERMAL SENYAWA KOMPLEKS Mn(II)-*Methyl Orange* DENGAN METODE *KISSINGER* DAN *COATS-REDFERN*

Oleh

Afrilia Anggraini

Telah dilakukan sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* untuk dilakukan tinjauan termodinamika. Karakterisasi senyawa kompleks hasil sintesis dilakukan dengan penentuan rendemen hasil sintesis, tinjauan termal dengan DTA-TG, dan penentuan struktur senyawa kompleks dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Sintesis senyawa kompleks dilakukan dengan metode refluks menggunakan pelarut akuabides karena memiliki sifat kepolaran yang sesuai. Sintesis senyawa kompleks menghasilkan senyawa kompleks berupa padatan berwarna *orange* kecoklatan dengan rendemen sebesar 70,44%. Senyawa kompleks yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi menggunakan DTA-TGA dan XRD. Karakterisasi dengan instrumen DTA-TG menunjukkan senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* mengalami empat tahap dekomposisi. Kemudian dilakukan tinjauan termal dengan metode *Coats-Redfern* dan *Kissinger* menandakan reaksi berlangsung secara *chemisorption*. Karakterisasi pada XRD menunjukkan bahwa padatan yang dihasilkan dari sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* bersifat amorf.

Kata kunci: *Coats-Redfern*, *Kissinger*, Mangan (II), *Methyl orange*, senyawa kompleks

ABSTRACT

THERMAL REVIEW OF THE Mn(II)-Methyl Orange COMPLEX USING THE KISSINGER AND COATS-REDFERN METHODS

By

Afrilia Anggraini

The synthesis of the Mn(II)-Methyl Orange complex has been carried out for a thermodynamic review. The characterization of the synthesized complex compounds was carried out by determining the yield of the synthesized products, thermal analysis with DTA-TG, and determination of the structure of the complex compounds with X-Ray Diffraction (XRD). The synthesis of complex compounds was carried out by reflux method using aquabides as a solvent because it has the appropriate polarity. Synthesis of complex compounds produces complex compounds in the form of orange-brown solids with a yield of 70.44%. The complex compounds obtained were further characterized using DTA-TGA and XRD. Characterization with the DTA-TG instrument showed that the Mn(II)-Methyl Orange complex compound underwent four stages of decomposition. Then a thermal review was carried out using the Coats-Redfern and Kissinger methods indicating that the reaction took place by chemisorption. Characterization on XRD showed that the solid produced from the synthesis of the Mn(II)-Methyl Orange complex was amorphous.

Keywords: Coats-Redfern, Kissinger, Manganese (II), Methyl orange, complex compounds

**TINJAUAN TERMAL SENYAWA KOMPLEKS Mn(II)-*Methyl Orange*
DENGAN METODE *KISSINGER* DAN *COATS-REDFERN***

Oleh

Afrilia Anggraini

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 TERMAL SENYAWA KOMPLEKS
Mn(II)-Methyl Orange DENGAN METODE
KISSINGER DAN COATS-REDFERN**

Nama Mahasiswa : **Afrilia Anggraini**


NPM : **1917011078**

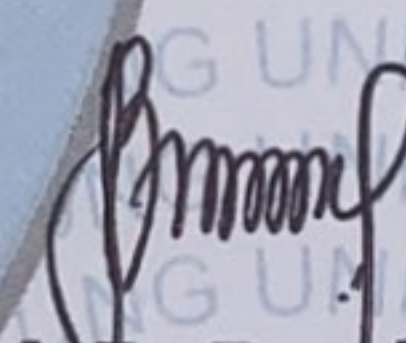
Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

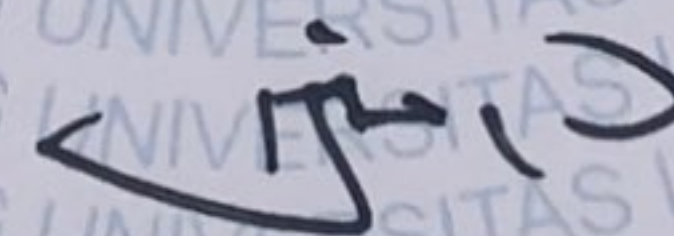


1. **Komisi Pembimbing**


Dr. Zipora Sembiring, M.Si.
NIP. 195901061986102001


Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan S.Si., M.Si
NIP. 197212051997032001

2. **Ketua Jurusan Kimia FMIPA**

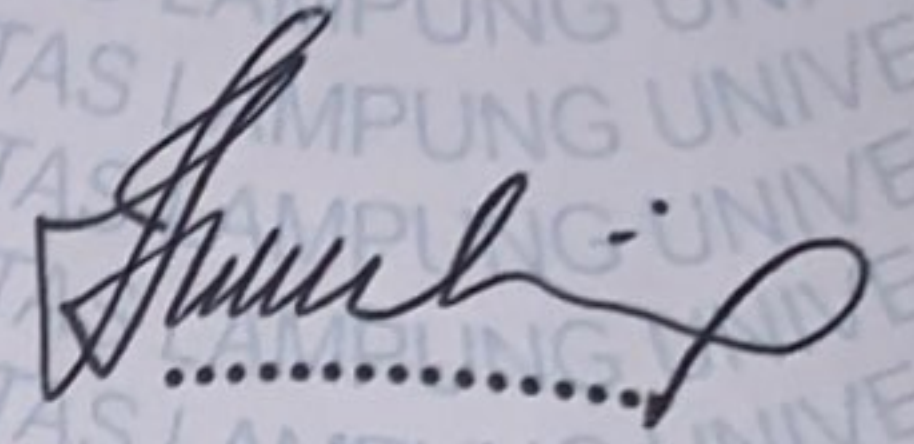

Mulyono, Ph.D.
NIP. 197406112000031002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

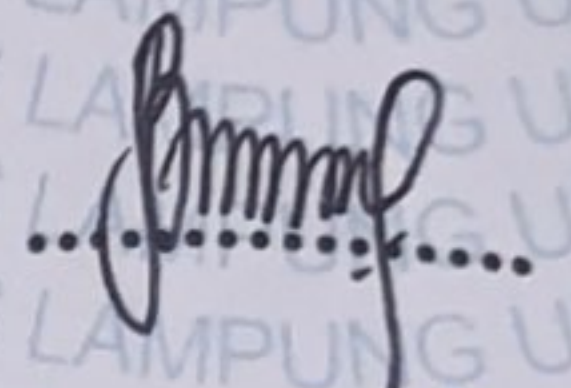
Ketua

: Dr. Zipora Sembiring, M.Si.



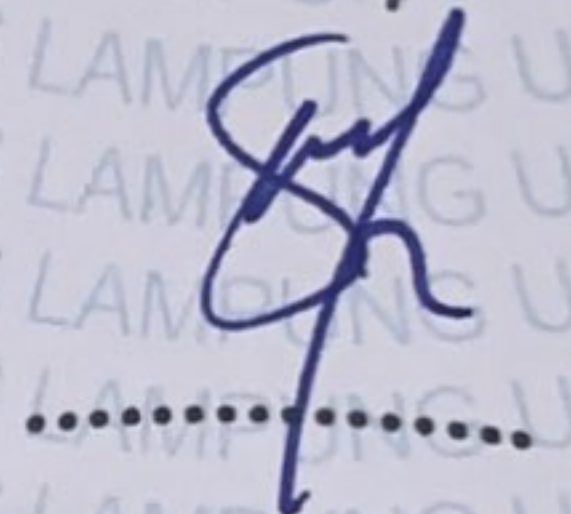
Sekretaris

: Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan S.Si., M.Si.



Penguji

Bukan Pembimbing : Prof. Dr. Buhani, M.Si.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, M.Si.
NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 14 Juni 2023

**LEMBAR PERNYATAAN
KEASLIAN SKRIPSI**

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Afrilia Anggraini
Nomor Pokok Mahasiswa : 1917011078
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya dan sesungguhnya, bahwa skripsi saya yang berjudul "**Tinjauan Termal Senyawa Kompleks Mn(II)-Methyl Orange dengan Metode Kissinger dan Coats-Redfern**" adalah benar karya sendiri, baik gagasan, hasil, dan analisisnya. Selanjutnya saya tidak berkeberatan jika sebagian atau seluruh data dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

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

Bandar Lampung, 15 Juni 2023
Yang menyatakan,



Afrilia Anggraini
Afrilia Anggraini
NPM. 1917011078

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Tanjung Karang pada tanggal 03 April 2002, sebagai anak ketiga dari empat bersaudara yang merupakan putri dari pasangan Bapak I Ketut Suardika dan Ibu Elly Sartika.

Penulis mengawali jenjang pendidikan dari sekolah dasar di SDN I Daya Asri, Tumijajar, Tulang Bawang Barat hingga tahun 2013. Pendidikan sekolah menengah pertama diselesaikan pada 2016 di SMPN 1 Tumijajar. Pendidikan sekolah menengah atas diselesaikan pada 2019 di SMAS Sugar Group. Pada tahun yang sama penulis diterima sebagai Mahasiswi Universitas Lampung melalui jalur SBMPTN (Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Nasional).

Pada tahun 2022 bulan Januari-Februari penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di desa Way Sido, Tulang Bawang Barat. Selain itu pada bulan Juli-Agustus penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Factory PT. Gula Putih Mataram, Lampung Tengah, Lampung. Kemudian pada 2023 penulis menyelesaikan penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung yang diberi judul “Tinjauan Termal Senyawa Kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* dengan Menggunakan Metode *Kissinger* dan *Coats-Redfern*”.

MOTTO

“Selalu ada cahaya bagi orang yang mau melihat”

(Ali bin Abi Thalib)

“Hatiku tenang karena mengetahui bahwa apa yang melewatkanmu tidak akan pernah menjadi takdirmu, dan apa yang ditakdirkan untukmu tidak akan pernah melewatkanmu.”

(Umar bin Khattab)

SANWACANA

Alhamdulillah puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala limpahan rahmat, nikmat, dan karunia-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul

Tinjauan Termal Senyawa Kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* dengan Metode *Kissinger* dan *Coats-Redfern*

sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Dalam penulisan skripsi ini tidak lepas dari kesulitan dan rintangan, namun itu semua dapat penulis lalui berkat rahmat dan ridho Allah SWT serta bantuan dan dukungan dari orang-orang terdekat penulis. Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangannya sehingga penulis mengharapkan adanya kritik dan saran. Selain itu, penulis berharap agar skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembacanya. Pada kesempatan ini sebagai wujud rasa hormat, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya yang telah diberikan sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian skripsi ini.
2. Bapak I Ketut Suardika dan Ibu Elly Sartika atas doa, kasih sayang, nasihat dan dukungan yang selama ini selalu diberikan kepada penulis. Semoga selalu diberikan kesehatan serta panjang umur oleh Allah SWT.
3. Ibu Dr. Zipora Sembiring, M.Si. selaku pembimbing I yang selalu memberikan bimbingan, ilmu, nasihat, semangat, saran, dan motivasi serta kesabaran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Semoga ibu selalu dalam lindungan ALLAH SWT dan semoga ALLAH

membalas semua kebaikan ibu.

4. Ibu Prof. Dr. Kamisah D. Pandiangan S.Si., M.Si. selaku pembimbing II yang juga selalu memberikan ilmu dan bimbingan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Semoga ibu sehat selalu dan semoga ALLAH yang membalas semua kebaikan ibu.
5. Ibu Prof. Buhani, M.Si. selaku Penguji penelitian yang telah memberikan ilmu, saran, motivasi, nasihat, serta kritik yang membangun kepada penulis sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik. Semoga ibu sehat selalu dan semoga ALLAH yang membalas semua kebaikan ibu.
6. Bapak Prof. Dr. Sutopo Hadi, S.Si, M.Sc. selaku pembimbing akademik penulis atas kesediaannya untuk memberikan nasihat dan bimbingannya.
7. Bapak Mulyono, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung.
8. Bapak Dr. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung.
9. Bapak dan Ibu Dosen Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah mendidik, dan memberikan ilmu pengetahuan yang sangat bermanfaat kepada penulis selama menempuh perkuliahan. Semoga Allah SWT yang membalas semua kebaikan bapak dan ibu dosen dan menjadikan pahala jariyah dari ilmu yang semoga bermanfaat bagi lingkungan.
10. Ridho Shohibullwafa selaku teman terdekat yang selalu memberikan motivasi, saran, dan selalu ada untuk penulis saat suka maupun duka. Semoga selalu diberi kebahagiaan yang melimpah serta dipermudah dalam segala urusan.
11. Novani, Cici, Mauren dan Dayu selaku sahabat baik yang selalu mendengarkan keluh kesah, menemani semester-semester terberat, dan memberikan motivasi untuk penulis.
12. Barep, Afif, dan Isro selaku teman kuliah terdekat yang selalu memberikan dukungan dan semangat dalam menjalani semester demi semester kepada penulis.
13. Semua pihak yang terlibat dalam penyelesaian skripsi ini, yang tidak bisa disebutkan satu persatu, jazakumullahu khoir atas semua bantuan dan dukungan secara tulus dan ikhlas dalam menyusun skripsi ini.

Akhir kata, penulis memohon maaf apabila skripsi ini masih kurang dari kesempurnaan. Penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 15 Juni 2023
Penulis,

Afrilia Anggraini

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	4
DAFTAR GAMBAR	iv
DAFTAR TABEL	ivi
DAFTAR LAMPIRAN	vii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	3
1.3 Manfaat Penelitian.....	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Sintesis Senyawa Kompleks.....	5
2.2 Metode Sintesis Refluks	6
2.3 Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	6
2.3.1 Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> dengan Spektrofotometer UV-Vis	7
2.3.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> dengan FTIR	9
2.4 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	10
2.5 <i>Differential Thermal Analysis /Thermogravimetry Analysis</i> (DTA-TG) 13	
2.6 Prinsip Kerja <i>Differential Thermal Analysis /Thermogravimetry Analysis</i> (DTA-TG)	14
III. METODE PENELITIAN	16
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	16

3.2	Alat dan Bahan	16
3.3	Metode Penelitian.....	17
3.3.1.	Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	17
3.3.2.	Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	18
3.3.2.1.	Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> dengan DTA-TG.....	18
3.3.2.2.	Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> dengan X-Ray Diffraction (XRD)	18
3.3.3.	Pengolahan Data.....	18
3.3.4.	Skema Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	19
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1	Hasil Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	21
4.2	Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	23
4.2.1	Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> dengan DTA-TG.....	23
4.2.2	Karakterisasi Termografimetrik dan Kinetik Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> dengan Metode <i>Kissinger</i> dan <i>Coats-Redfern</i>	25
4.2.3	Perbandingan pada Hasil Perhitungan Metode <i>Coats-Redfern</i> dan <i>Kissinger</i>	30
4.2.4	Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> dengan X-Ray Diffraction (XRD)	31
V.	KESIMPULAN DAN SARAN.....	33
5.1	Kesimpulan.....	33
5.2	Saran.....	33
	DAFTAR PUSTAKA.....	34
	LAMPIRAN	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Spektrum UV-Vis hasil sintesis senyawa kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	7
2. Spektrum FTIR senyawa kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	9
3. Difraktogram XRD Senyawa Kompleks Besi(III) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin Dan Anion Trifluorometanasulfonat.....	12
4. Struktur Senyawa Kompleks [Fe(phen) ₃](CF ₃ SO ₃) ₃ · 5H ₂ O.....	12
5. Skema Alur Kerja Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> .	20
6. Serbuk Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	22
7. Grafik DTA-TG senyawa kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	23
8. Rumus bangun senyawa kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	25
9. Plot metode <i>Coats-Redfern</i> untuk dekomposisi kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> pada suhu 100 – 200 °C	26
10. Plot metode <i>Coats-Redfern</i> untuk dekomposisi kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> pada suhu 200 – 300 °C	27
11. Plot metode <i>Coats-Redfern</i> untuk dekomposisi kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> pada suhu 300 – 500 °C	27
12. Plot metode <i>Coats-Redfern</i> untuk dekomposisi kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> pada suhu 500 – 900 °C	27
13. Plot metode <i>Kissinger</i> untuk dekomposisi kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> pada suhu 90 – 125 °C	29
14. Spektrum X-Ray Diffraction hasil sintesis senyawa kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	31
15. Grafik data sekunder sintesis senyawa kompleks Fe(II) dan ligan <i>Methyl Orange</i> (Hadi, 2020)	38
16. Spektrum UV-Vis <i>Methyl Orange</i> (Hadi, 2020)	44
17. Spektrum UV-Vis Ligan <i>Methyl Orange</i>	44
18. Referensi Spektrum FTIR (Putri, 2022).....	45
19. Spektrum Hasil XRD	50

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks	8
2. Hasil Pengukuran Bilangan Gelombang Senyawa Kompleks Mn(II)-MO10	
3. Data dekomposisi Termal untuk Ligan dan Kompleks.....	24
4. Data Aktivasi Termodinamik untuk Dekomposisi Termal Senyawa.....	28
5. Data Aktivasi Termodinamik untuk Dekomposisi Termal Senyawa Kompleks Mn(II)- <i>Methyl Orange</i> Metode <i>Kissinger</i>	29
6. Data Sekunder Logam Fe(II) dan Ligan <i>Methyl Orange</i> pada Penentuan (Hadi, 2020)	38
7. Perhitungan Teori Kinetika <i>Coats-Redfern</i> Rentang Suhu 100-200 °C....	46
8. Perhitungan Teori Kinetika <i>Coats-Redfern</i> Rentang Suhu 200-300 °C....	46
9. Perhitungan Teori Kinetika <i>Coats-Redfern</i> Rentang Suhu 300-500 °C....	46
10. Perhitungan Teori Kinetika <i>Coats-Redfern</i> Rentang Suhu 500-900 °C....	47
11. Perhitungan Teori Kinetika <i>Kissinger</i> Suhu 104 °C	48

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)-Methyl Orange dengan Perbandingan mol 1:3	38
Lampiran 2. Perhitungan Persen Massa Senyawa Kompleks	40
Lampiran 3. Perhitungan Dekomposisi % Massa Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	42
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi UV-Vis.....	44
Lampiran 5. Referensi Speektrum FTIR	45
Lampiran 6. Perhitungan Teori Kinetika <i>Coats-Redfern</i>	46
Lampiran 7. Perhitungan Teori Kinetika <i>Kissinger</i>	48
Lampiran 8. Hasil karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i>	49

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat (Huhey, 1993). Suatu kation atau logam berfungsi sebagai ion pusat sedangkan molekul netral atau ion donor elektron berfungsi sebagai ligan. Pada senyawa kompleks terdapat suatu ikatan yang disebut ikatan kovalen koordinasi, ikatan ini terjadi karena adanya donasi pasangan elektron dari ligan ke dalam orbital kosong ion pusat, sehingga senyawa kompleks juga disebut senyawa koordinasi. Pada umumnya, ion pusat yang digunakan memiliki orbital-orbital d yang masih belum terisi penuh elektron sehingga dapat berfungsi sebagai akseptor pasangan elektron tersebut. (Hermawati *et al.*, 2016).

Banyaknya ikatan koordinasi dalam senyawa kompleks, antara ion pusat dengan ligan disebut bilangan koordinasi. Bilangan koordinasi dan struktur senyawa kompleks beragam mulai dari bilangan koordinasi dua sampai dua belas dengan stuktur linear, tetrahedral, segi empat planar, trigonal bipirimidial, dan oktahedral (Huhey, 1993). Ligan-ligan dalam senyawa koordinasi dapat dibedakan atas ligan monodentat, bidentat, tridentat, dan polidentat. Ligan bidentat merupakan ligan yang memiliki dua atom donor (Moliner *et al.*, 2001). Senyawa kompleks dapat disintesis dengan metode refluks pada larutan sampel dengan berbagai perbandingan mol logam dengan mol ligan dalam berbagai pelarut disertai pemanasan tertentu ataupun pencampuran larutan dengan berbagai pelarut tanpa pemanasan (Moon *et al.*, 2006).

Difraksi sinar X atau *X-ray diffraction (XRD)* adalah suatu metode analisa yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. XRD bisa memberikan informasi mengenai struktur material dan nilai sudut kristalnya. XRD bekerja berdasarkan difraksi sinar X yang dihamburkan oleh sudut kristal material yang dianalisa (Shallman dan Bishop, 2000).

Analisis termal merupakan teknik analisis yang dilakukan untuk mengetahui perubahan sifat fisik suatu sampel dengan suhu. TGA dapat memberikan informasi tentang fenomena fisik, seperti orde kedua fase transisi, termasuk penguapan, sublimasi, penyerapan, adsorpsi, dan desorpsi. Demikian juga, TGA dapat digunakan untuk menentukan kemurnian sampel, gejala dekomposisi, dan kinetik kimia (Suherman, 2009). DTA merupakan teknik analisis termal yang menggunakan perbedaan temperatur sampel dan referensi untuk menganalisis perubahan sifat kimia dan fisika (Harsanti, 2010). Ada beberapa metode pemodelan kinetika untuk dekomposisi termal yang umum digunakan pada data termogram TGA, yaitu metode *Kissinger*, *Flynn Wall Ozawa*, dan *Coats-Redfern*. (Mayasari dan Yuniari, 2016).

Dye Sensitized Solar Cell merupakan sebuah pengembangan dari sel surya terdahulu yang mampu mengubah energi matahari menjadi energi listrik dengan biaya produksi rendah serta ramah lingkungan (Kalyanasundaram, 2010). *Dye Sensitized Solar Cell (DSSC)* pada dasarnya adalah sebuah sel yang meniru proses fotosintesis pada tanaman, tetapi pada DSSC konversi energi cahaya tampak ke energi listrik lebih kompleks (Galindo dkk, 2014). *Dye Sensitized Solar Cell (DSSC)* terdiri dari lima komponen yaitu elektroda kerja, semikonduktor, *dye sensitizer* atau pewarna, elektrolit, dan elektroda pembanding (Yum dkk, 2010). Tingginya performa atau efisiensi dari DSSC bergantung pada tiap-tiap unit komponen penyusunnya, termasuk juga pada komponen pewarnanya. Pewarna ini sangat penting dalam penentuan tinggi rendahnya efisiensi DSSC. Pewarna disini berfungsi menyerap energi foton dari sinar matahari (Shalini dkk, 2014). Telah dilakukan sintesis senyawa kompleks Mn(II)- *Methyl Orange* sebagai *Dye Sensitized Solar Cell (DSSC)* dan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer

UV-Vis, *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan *Magnetic Susceptibility Balance* (MSB). Pengujian DSSC menghasilkan efisiensi yang cukup baik sebesar 0,5458% dengan tegangan 272,9 mv dan kuat arus 8 mA (Putri, 2022). Hasil ini lebih besar jika dibandingkan dengan penelitian Hadi, 2016 yang menghasilkan efisiensi (η) sebesar 0,24%.

Logam mangan dipilih pada penelitian ini karena memiliki sifat *photo-physical* yang mirip dengan kompleks renium serta bilangan kuantum yang tinggi untuk menghasilkan sensitasi terhadap cahaya matahari, mudah direaksikan dan keberadaannya yang banyak ditemukan di alam (Cussianovich, 2013). Ligan yang digunakan pada penelitian ini yaitu *Methyl Orange* karena sifat kimianya, yaitu memiliki ikatan terkonjugasi, mempunyai gugus kromofor, memiliki panjang gelombang maksimum pada daerah antara 400- 800 nm sehingga mampu menyerap sinar matahari, dan mudah didapatkan. Penelitian yang dilakukan oleh (Hadi, 2016) telah membuktikan bahwa *dye sensitizer* dari kompleks Fe(II)-*Methyl Orange* memiliki nilai efisiensi *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC) yaitu 0,24%.

Efektifitas senyawa kompleks Mn(II)- *Methyl Orange* sebagai *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC) menarik untuk dikembangkan dengan penambahan karakterisasi untuk mengetahui struktur dan sifat termal senyawa kompleks. Berdasarkan penjabaran diatas, maka dilakukan penelitian ini dengan metode sintesis refluks dan karakterisasi padatan dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan uji termal menggunakan DTA-TG. Pengolahan data hasil uji termal selanjutnya dilakukan perbandingan dengan metode *Coats-Redfern* dan metode *Kissinger*.

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Mendapatkan senyawa kompleks Mn(II)- *Methyl Orange* dari sintesis yang dilakukan.
2. Menerapkan data *Differential Thermal Analysis /Thermogravimetry Analysis* (DTA-TG) pada tinjauan termodinamika senyawa kompleks.

3. Menerapkan perbandingan metode kinetika antara metode *Kissinger* dan metode *Coats-Redfern* dari kurva yang diperoleh.
4. Mendapatkan hasil karakterisasi senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Differential Thermal Analysis / Thermogravimetry Analysis (DTA-TG)* sebagai data pelengkap senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* untuk aplikasi DSSC.

1.3 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini sebagai sumbangsih terhadap ilmu pengetahuan dengan data senyawa kompleks Mn(II)- *Methyl Orange* untuk aplikasi DSSC berdasarkan dua jenis metode kinetika dekomposisi termal dan karakter dari padatannya.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sintesis Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat (Huhey, 1993). Suatu kation atau logam berfungsi sebagai ion pusat sedangkan molekul netral atau ion donor elektron berfungsi sebagai ligan. Pada senyawa kompleks terdapat suatu ikatan yang disebut ikatan kovalen koordinasi, ikatan ini terjadi karena adanya donasi pasangan elektron dari ligan ke dalam orbital kosong ion pusat, sehingga senyawa kompleks juga disebut senyawa koordinasi. Pada umumnya, ion pusat yang digunakan memiliki orbital-orbital d yang masih belum terisi penuh elektron sehingga dapat berfungsi sebagai akseptor pasangan elektron tersebut. (Hermawati *et al.*, 2016).

Senyawa-senyawa kompleks dari unsur-unsur di blok d memiliki kelebihan dibanding senyawa lain karena memiliki orbital d yang kosong. Senyawa kompleks di laboratorium dapat disintesis dengan mereaksikan ligan yang merupakan suatu basa dan mempunyai pasangan elektron bebas dengan logam yang merupakan penerima pasangan elektron yang didonorkan oleh ligan (Shriver, dkk, 2006).

Sintesis senyawa kompleks dapat dilakukan dengan berbagai metode, salah satunya dengan metode refluks. Telah dilakukan sintesis oleh Ruswanto (2018) senyawa kompleks Fe(III) 4-fluoro-N'-[(pyridine-4-yl)carbonyl]benzohydrazide dengan metode refluks. Senyawa kompleks ini terbentuk melalui reaksi ikatan

kovalen koordinasi antara logam Fe(III) dengan senyawa 4-fluoro-N'-[(pyridine-4-yl)carbonyl] benzohydrazide. Pembentukan kompleks dilakukan dengan metode refluks selama 6 jam dengan suhu 78 °C sambil diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*, pengadukan bertujuan untuk meningkatkan kecepatan reaksi sintesis. Setelah proses sintesis selesai kemudian hasilnya diuapkan dengan menggunakan *rotary evaporator*, residu yang terbentuk dicuci dengan menggunakan aquades, disaring dan dikeringkan (Ruswanto dkk, 2018).

2.2 Metode Sintesis Refluks

Metode refluks merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik dengan menggunakan pelarut volatile. Prinsip kerja pada metode refluks yaitu penarikan komponen kimia yang dilakukan dengan cara sampel dimasukkan ke dalam labu alas bulat bersama-sama dengan cairan penyari lalu dipanaskan, uap-uap cairan penyari terkondensasi pada kondensor bola menjadi molekul-molekul cairan penyari yang akan turun kembali menuju labu alas bulat, akan menyari kembali sampel yang berada pada labu alas bulat, demikian seterusnya berlangsung secara berkesinambungan sampai penyarian sempurna (Akhyar, 2010).

Keuntungan menggunakan teknik ini adalah membutuhkan alat yang sederhana dengan biaya murah dan waktu ekstraksi yang diperlukan lebih cepat dibandingkan dengan ekstraksi menggunakan maserasi dengan perolehan kembali yang tinggi. Sedangkan kerugiannya adalah sulitnya mencapai ekstraksi yang sempurna meskipun penggunaan pelarut yang cukup banyak dan seringkali melarutkan oligomer yang lebih rendah. Metode ini juga hanya dapat dilakukan pada senyawa yang tahan terhadap pemanasan (Mohan *et al.*, 2013).

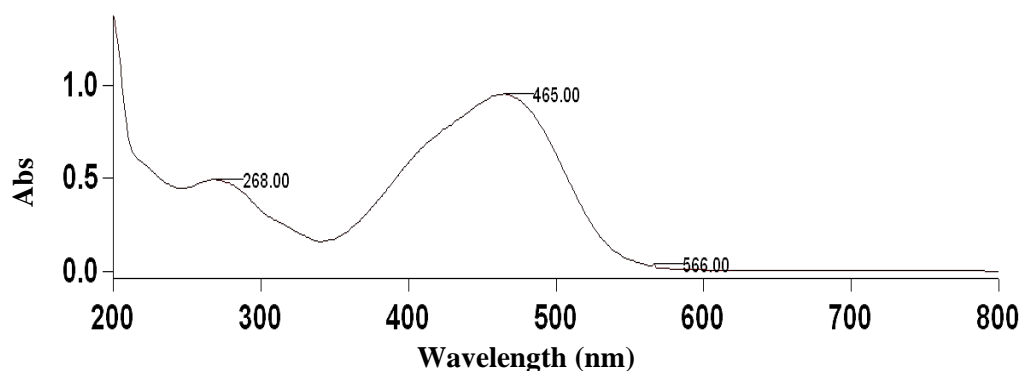
2.3 Senyawa Kompleks Mn(II)-Methyl Orange

Senyawa kompleks Mn(II)-Methyl Orange telah disintesis dan diteliti oleh Putri (2022). Pada penelitian yang dilakukan oleh Putri, senyawa kompleks Mn(II)-Methyl Orange kemudian dikarakterisasi dengan UV-Vis dan FTIR untuk aplikasinya sebagai DSSC. Hasil karakterisasi yang dilakukan oleh Putri (2022)

kemudian dapat dijadikan sebuah rujukan dan membantu dalam memperkuat hasil dari karakterisasi senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* pada penelitian yang dilakukan oleh penulis.

2.3.1 Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* dengan Spektrofotometer UV-Vis

Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis dilakukan untuk memastikan senyawa kompleks yang diperoleh adalah sama dengan senyawa kompleks yang telah disintesis pada penelitian relevan sebelumnya oleh Putri (2022). Hasil karakterisasi UV-Vis yang diperoleh dibandingkan dengan hasil karakterisasi UV-Vis sebelumnya untuk kemudian dapat dilanjutkan pengembangan karakterisasi dan tinjauan termalnya. Berdasarkan analisis dan perbandingan dengan penelitian oleh Putri (2022), didapatkan bahwa senyawa kompleks adalah sama dengan senyawa kompleks yang telah disintesis sebelumnya.



Gambar 1. Spektrum UV-Vis hasil sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange*

Data yang diperoleh akan memberikan informasi tentang panjang gelombang maksimum dan senyawa yang muncul pada panjang gelombang maksimum tersebut, serta untuk mengetahui arah pergeseran penyerapan panjang gelombangnya. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan panjang gelombang maksimum ligan dan logam seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks

Senyawa	λ_1 (nm)	λ_2 (nm)	λ_3 (nm)	Keterangan
Mn(II)- <i>Methyl Orange</i>	268	465	566	-
<i>Methyl Orange</i>	278	464	-	Wang, 2010

Berdasarkan Tabel 1, ditinjau dari pergeseran antara panjang gelombang ligan dengan senyawa kompleks. Pada spektrum UV-Vis dari senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* hasil sintesis menunjukkan adanya 3 puncak serapan yakni 268, 465 dan 566 nm. Pada masing-masing puncak memiliki absorbansi secara berurutan 0,493; 0,953; dan 0,042. Berdasarkan absorbansi yang didapat maka dapat diramalkan gugus fungsinya sebagai berikut:

Puncak pertama panjang gelombang 268 nm dengan absorbansi 0,493 diperkirakan adanya ikatan C=C (konjugasi) dari gugus benzena yang terdapat pada senyawa kompleks. Daerah panjang gelombang >165 nm mengindikasikan tipe transisi $\pi \rightarrow \pi^*$.

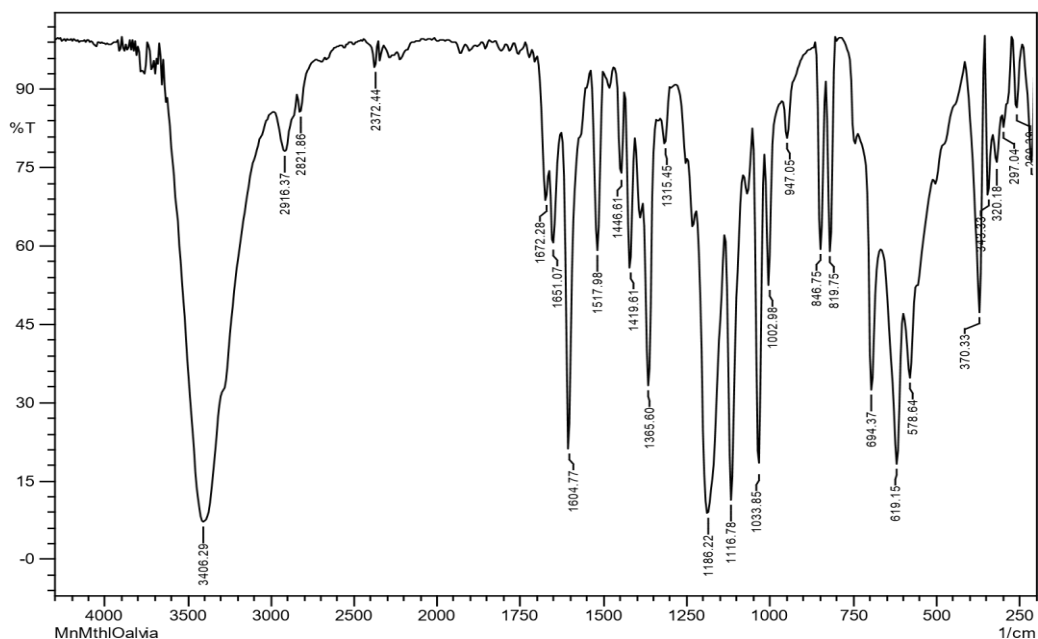
Puncak kedua panjang gelombang 465 nm dengan absorbansi 0,953 mengindikasikan adanya gugus azo (-N=N-) yang merupakan kromofor pada senyawa ligan *Methyl Orange*. Kromofor ligan ini kemudian membentuk ikatan koordinasi dengan logam Mn sehingga terbentuk gugus Mn-N pada senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange*. Tipe transisi $n \rightarrow \pi^*$ ini menyebabkan pergeseran panjang gelombang 464 nm ke panjang gelombang 465 nm, sehingga jika ditinjau dari spektrum Uv-Vis terjadi efek pergeseran biru (hipsokromik).

Puncak ketiga panjang gelombang 566 nm dengan absorbansi 0,042 mengindikasikan adanya ikatan (Mn-N) atau ikatan koordinasi antara logam dan ligan pada senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange*. Adanya transisi orbital $d \rightarrow d$ yang menghasilkan transfer muatan dari logam ke ligan. Transisi orbital $d \rightarrow d$ berarti perpindahan elektron antara orbital d yang berenergi rendah ke orbital d yang berenergi lebih tinggi. Pada senyawa kompleks yang memiliki struktur oktahedral maka transisi yang terjadi yaitu dari orbital t_{2g} (d_{xy} , d_{xz} , d_{yz}) ke orbital e_g ($d_{x^2-y^2}$, d_{z^2}).

t_2 dan d_{z^2}). Elektron akan mengisi terlebih dahulu pada orbital t_2g dan e_g tanpa berpasangan karena perbedaan energi antara t_2g dan e_g kecil, sehingga serapan muncul pada panjang gelombang yang lebih panjang. Semakin kecil energi membuat penyerapan muncul pada daerah panjang gelombang yang lebih panjang (Kristianingrum, 2014).

2.3.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* dengan FTIR

Senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa kompleks sehingga dapat digunakan sebagai landasan terkait ikatan yang terjadi antara logam dengan ligan. Hasil karakterisasi dengan instrumen FTIR senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* ditunjukkan pada Gambar 2.



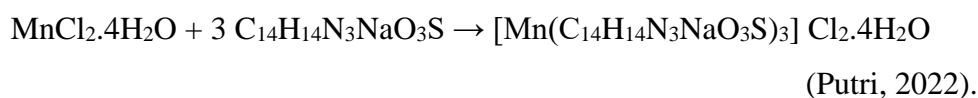
Gambar 2. Spektrum FTIR senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange*

Tabel 2. Hasil pengukuran bilangan gelombang senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange*

Ikatan	Bilangan gelombang MO (cm ⁻¹)	Bilangan gelombang Mn(II)-MO(cm ⁻¹)	Bilangan gelombang Teoritis (cm ⁻¹)	Keterangan
Mn-N	-	343,33	300 - 560	Nakamoto, 2009
SO ₃ Na	1118,71	116,78	1070 – 1235	Fessenden, 1992
C=C aromatik	1604,77	1604,77	1510 – 1607	Fessenden, 1992
N=N	1365,60	1419,61	1400 – 1500	Fessenden, 1992

Berdasarkan Tabel 2. hasil perbandingan spektra ligan dan senyawa kompleks tidak jauh berbeda sehingga dapat disimpulkan bahwa dalam senyawa kompleks hasil sintesis terdapat ligan *Methyl Orange*. Hasil karakterisasi FTIR senyawa kompleks muncul serapan yang tidak terdapat pada hasil karakterisasi FTIR ligan yaitu serapan dari ikatan Mn-N. Puncak serapan ikatan Mn-N tersebut membuktikan bahwa logam Mn dengan ligan *Methyl Orange* telah membentuk senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange*. Ikatan Mn-N muncul pada bilangan gelombang 343,33 cm⁻¹, dimana hal tersebut sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Nakamoto (2009) bahwa ikatan Mn-N berada pada rentang bilangan gelombang antara 300-560 cm⁻¹. Hal tersebut juga sesuai dengan referensi dari Hadi (2020) yang ditunjukkan pada Lampiran 5 terkait spektrum FTIR dari ligan *methyl orange*.

Reaksi yang terjadi pada terbentuknya kristal senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* yaitu:



2.4 X-Ray Diffraction (XRD)

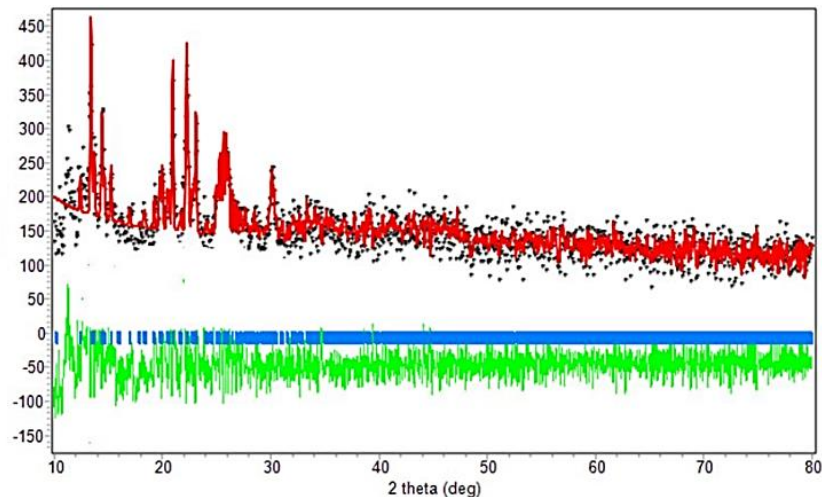
X-ray diffraction (XRD) adalah suatu metode analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. XRD bisa memberikan

informasi mengenai struktur material dan nilai sudut kristalnya. XRD bekerja berdasarkan difraksi sinar X yang dihamburkan oleh sudut kristal material yang dianalisis (Shallman, 2000).

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode analisa yang memanfaatkan interaksi antara sinar-X dengan atom yang tersusun dalam sebuah sistem kristal. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, terdapat tiga kemungkinan yang dapat terjadi, yaitu absorpsi (penyerapan), difraksi (penghamburan), atau fluoresensi (pemancaran) kembali sinar-X dengan energi yang lebih rendah. Ketiga fenomena inilah yang menjadi landasan dalam analisa menggunakan teknik sinar-X (Setiabudi dkk., 2012).

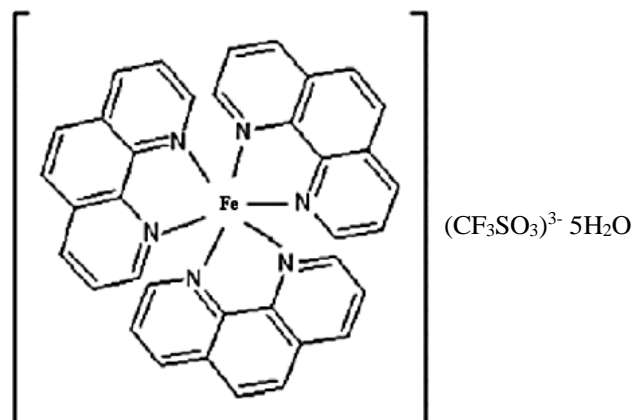
XRD secara umum yaitu XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, tempat objek yang diteliti, dan detektor sinar-X. Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan 33 jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, maka semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Setiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material (Masruroh *et al.*, 2013).

Contoh difraktogram hasil program rietica senyawa kompleks dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Difraktogram XRD Senyawa Kompleks Besi(III) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin Dan Anion Trifluorometanasulfonat

Hasil XRD senyawa kompleks menunjukkan sistem kristal Monoklinik, space group $C2/c$ dengan parameter $a = 10,781 \text{ \AA}$, $b = 24,53 \text{ \AA}$, $c = 13,286 \text{ \AA}$, $\beta = 103,15^\circ$ dan volumenya $= 3422 \text{ \AA}^3$, $R_p = 5,37$ dan $R_{wp} = 11,05$. Berdasarkan hasil uji karakterisasi senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dapat diprediksi memiliki struktur:



Gambar 4. Struktur Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

(Kusyanto dan Sugiyarto, 2017).

2.5 *Differential Thermal Analysis /Thermogravimetry Analysis (DTA-TG)*

Analisis termal merupakan teknik analisis yang dilakukan untuk mengetahui perubahan sifat fisik suatu sampel dengan suhu. DTA merupakan teknik analisis termal yang menggunakan perbedaan temperatur sampel dan referensi untuk menganalisis perubahan sifat kimia dan fisika (Harsanti, 2010). *Analysis diferensial termal (DTA)*, di dasari pada perubahan kandungan panas akibat perubahan temperatur dan titrasi termometrik. Dalam *Differential Thermal Analysis (DTA)*, panas diserap atau diemisikan oleh sistem kimia bahan yang dilakukan dengan pembanding yang inert (Alumina, Silikon, Karbit atau manik kaca) karena suhu keduanya ditambahkan dengan laju yang konstan.

Termogravimetric analysis (TGA), didasari pada perubahan berat akibat pemanasan (Klancnik *et al.*, 2010). TGA merupakan teknik pengukuran variasi massa (kehilangan massa, emisi uap, dan penambahan massa atau fraksi gas) sampel yang mengalami perubahan temperatur dalam lingkungan yang terkontrol. Teknik analisis ini dapat digunakan untuk menentukan kemurnian sampel, gejala dekomposisi, dan kinetik kimia (Suherman, 2009).

Adapun salah satu dari kegunaan DTA adalah untuk mengetahui perubahan yang terjadi berupa pelepasan panas (*eksoterm*) dan penyerapan panas (*endoterm*), dimana peristiwa ini menunjukkan adanya peristiwa yang terjadi pada bahan yang diuji. TGA sendiri biasanya digunakan riset dan pengujian untuk menentukan karakteristik material seperti polymer, penurunan temperatur, kandungan material yang diserap, komponen anorganik dan organik di dalam material, dekomposisi bahan yang mudah meledak, dan residu bahan pelarut. TGA juga sering digunakan untuk kinetika korosi pada oksidasi temperatur tinggi (Subama, 2010). Metode TGA yang cepat dan akurat digunakan untuk mempelajari reaksi-reaksi dekomposisi secara isothermal dan menghasilkan data informasi tentang perubahan massa sebagai fungsi temperatur dengan cara mengukur massa yang hilang atau dekomposisi pelarut (Harahap, 2017).

2.6 Prinsip Kerja *Differential Thermal Analysis /Thermogravimetry Analysis (DTA-TG)*

Adapun prinsip kerja DTA yaitu mengukur perbedaan temperatur antara sampel dan referensi yang dihubungkan secara berlawanan dengan termokopel (Harsanti, 2010). Dengan DTA/TGA material dipanaskan dengan suhu tinggi dan mengalami reaksi dekomposisi dimana reaksi ini dipengaruhi oleh efek spesi lain, rasio ukuran, dan volume serta komposisi materi (Hamdila, 2012). Prinsip analisis dari DTA ini yaitu mengukur perbedaan suhu sampel dengan suhu acuan, dimana jika dalam pengamatan suhu acuan lebih besar dari pada suhu sampel maka ρT negatif, sedangkan jika suhu acuan lebih kecil dari pada suhu sampel maka ρT positif, dan jika suhu acuan sama dengan suhu sampel berarti tidak terjadi perubahan dan ditunjukkan berupa garis lurus (Suherman, 2009). Adapun komponen utama yang terdapat pada DTA/TGA yaitu pemegang sampel yang terdiri dari termokopel, wadah sampel, *furnace*, program temperatur, dan sistem perekam. Termokopel yang terdapat pada sampel uji dan pembanding berfungsi untuk menjamin sebuah distribusi panas yang rata (Suherman, 2009).

Metode *Coats-Redfern* dapat digunakan untuk menentukan mekanisme dekomposisi material dengan pemanasan tunggal. Metode *Coats-Redfern* dipilih karena metode ini lebih efisien karena hanya menggunakan satu laju pemanasan. Akan tetapi, metode ini lebih kompleks karena harus menggunakan seluruh ekspresi aljabar $g(\alpha)$ yang tersaji. Oleh karena itu, metode *Coats-Redfern* disebut juga sebagai metode model *fitting*. Adapun persamaannya sebagai berikut:

$$\ln \frac{g(\alpha)}{T^2} = \ln \frac{AR}{\beta E} - \frac{E}{RT}$$

Pada metode *Kissinger* nilai energi aktivasi dapat ditentukan tanpa perlu mengetahui pola mekanisme dekomposisi termalnya disebut model *free/ non-linear integral isoconversional*. Keistimewaan ini membuat metode *Kissinger* menjadi metode favorit yang digunakan pada studi kinetika dekomposisi. Namun Adapun

kelemahan dari metode ini tidak dapat diterapkan pada data apapun yang diperoleh tentang pendinginan. Persamaan *Kissinger* adalah sebagai berikut:

$$\ln \left(\frac{\beta}{T_{max}^2} \right) = \ln \frac{AR}{E} - \frac{E}{RT_{max}}$$

Keterangan:

B = laju pemanasan

T_{max} = suhu di mana terjadi titik infleksi dari kurva dekomposisi termal yang merupakan titik terjadinya laju reaksi maksimum

A = faktor preekspensial

α_{max} = konversi pada saat T_{max}

(Dewi, 2017).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dalam periode Oktober 2022 – Januari 2023. Sintesis senyawa kompleks dengan metode refluks dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi menggunakan *Differential Thermal Analysis /Thermogravimetry Analysis* (DTA-TG) dilakukan di LTSIT FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas yang biasa digunakan di laboratorium, *magnetic stirrer* Stuart CB 161, seperangkat alat refluks, labu leher tiga, *hot plate* Behr-Labor Technich, termometer, desikator, *scotch (3M) tape*, neraca analitik, instrumen DTA-TG dan XRD.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, *Methyl Orange* ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), kalium iodide (KI), iodin (I_2), akuades, asetonitril, akuabides, alumunium foil, dan kertas saring Whattman 42.

3.3 Metode Penelitian

3.3.1. Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)-Methyl Orange

Perbandingan stoikiometri ditentukan dengan metode perbandingan mol dengan menggunakan panjang gelombang maksimum ligan *Methyl Orange* yang sudah ditentukan oleh Hadi (2016) dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Larutan logam dibuat dengan mol konstan sedangkan larutan ligan dibuat dengan variasi mol. Diambil larutan logam Fe^{2+} sebesar 5×10^{-5} M dan ligan *Methyl Orange* sebesar 5×10^{-5} M dengan volume tertentu lalu diencerkan dengan larutan akuabides. Kemudian setiap absorbansinya diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan dibuat kurva antara perbandingan mol Fe(II) : mol ligan terhadap absorbansi. Perpotongan antara garis lurus yang terbentuk merupakan perbandingan stoikiometri senyawa kompleks yang terbentuk. Didapatkan hasil perbandingan mol yakni 1 : 3.

Sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* dilakukan dengan mencampurkan ion logam Mn^{2+} dengan ligan *Methyl Orange* menggunakan perbandingan mol 1 : 3. Sebanyak 0,196 gram $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan ke dalam 3 mL akuades dalam Erlenmeyer, kemudian sebanyak 0,981 gram *Methyl Orange* dilarutkan dalam 12 mL akuabides. Setelah itu, kedua larutan dihomogenkan dengan menggunakan *magnetic stirrer* sambil di refluks selama 2 jam pada suhu 78°C menggunakan *hot plate*.

Setelah direfluks, campuran kemudian diletakkan diatas es batu untuk menurunkan suhu dan membantu mempercepat pembentukan endapan. Setelah endapan terbentuk, kemudian didiamkan selama 20 jam dan disaring dengan menggunakan kertas saring serta dicuci dengan akuabides dingin, endapan yang telah disaring dan dicuci dimasukkan kedalam desikator hingga didapatkan padatan. Setelah itu, dilakukan penimbangan berulang pada padatan sampai menunjukkan berat konstannya untuk selanjutnya dikarakterisasi. Sintesis dilakukan berulang hingga tiga kali untuk mendapatkan hasil yang akurat.

3.3.2. Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)-*Methyl Orange*

3.3.2.1. Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* dengan DTA-TG

Karakterisasi menggunakan DTA-TG bertujuan untuk mengukur perubahan massa dari suatu senyawa sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu dan menghitung parameter aktivitas termodinamika pada proses dekomposisi senyawa kompleks dengan persamaan *Coats-Redfern* dan *Kissinger*. Senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* hasil sintesis diuji termal dengan DTA/TG pada kisaran suhu 25-1000 °C dengan laju pemanasan 10°C/menit.

3.3.2.2. Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD) bertujuan digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam senyawa kompleks. Karakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD) senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* diukur pada suhu kamar menggunakan X-ray Diffraction (XRD) dengan rentang $2\theta = 20^\circ$ - 65° dan radiasi Cu K α pada 40 kV dan 300 mA.

3.3.3. Pengolahan Data

Data hasil karakterisasi DTA-TGA yang dilakukan berupa grafik kemudian dilakukan analisis dengan model kinetika dengan metode *Coats-Redfern* dengan rumus:

$$\ln \frac{g(a)}{T^2} = \ln \frac{AR}{\beta E} - \frac{E}{RT}$$

Keterangan:

g(a)	= variasi persamaan	T	= suhu
A	= factor pre-eksponensial	R	= konstanta gas ideal
β	= laju pemanasan	E	= energi aktivasi

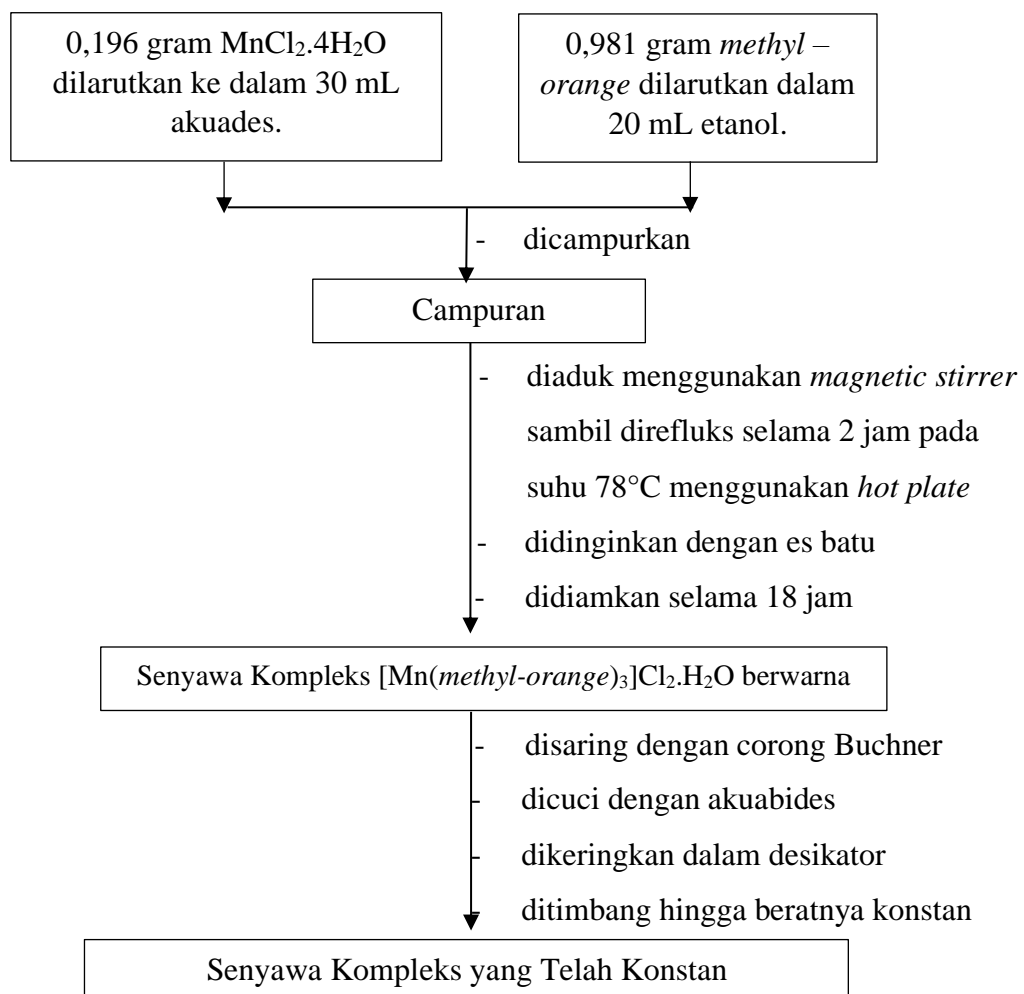
Selanjutnya perhitungan dibandingkan dengan menggunakan metode *Kissinger* dengan rumus:

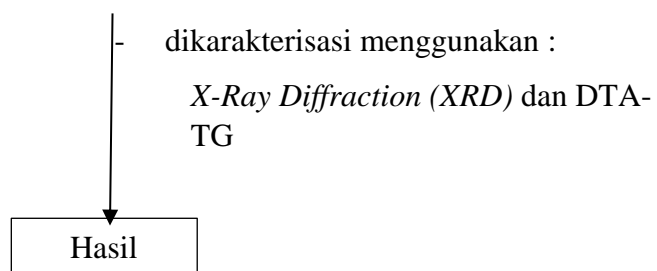
$$\ln \left(\frac{\beta}{T_{max}^2} \right) = \ln \frac{AR}{E} - \frac{E}{RT_{max}}$$

Keterangan:

β	= laju pemanasan	T_{max}	= suhu
A	= faktor preekspensial	α_{max}	= gradien
E	= energi aktivasi		
R	= konstanta gas ideal		

3.3.4. Skema Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)- *Methyl Orange*





Gambar 5. Skema Alur Kerja Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II)- *Methyl Orange*

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* diperoleh padatan sebanyak 0,5023 gram dengan rendemen sebesar 70,44%
2. Karakterisasi DTA-TG menunjukkan terjadinya 4 tahap dekomposisi pada senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* dengan dekomposisi pertama sebesar 13,8% setara dengan hilangnya 3 mol SO₂, 16,1% setara dengan hilangnya satu mol Cl₂ dan 3 mol Na₂O, 34% setara dengan 3 mol senyawa NC₂(OH)₂, dan 56,7% setara dengan satu mol MnO₂ dan 6 mol N-Benzena.
3. Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* menunjukkan hasil senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* bersifat amorf.
4. Ditinjau dari entropinya maka reaksi yang berlangsung secara *chemisorption*.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk melakukan tinjauan kinetika dari senyawa kompleks Mn(II)-*Methyl Orange* untuk dilihat mekanisme reaksi yang terjadi.

DAFTAR PUSTAKA

- Akhyar, 2010. Uji Daya Hambat dan Analisis KLT Bioautografi Ekstrak Akar dan Buah Bakau (*Rhizophora stylosa* Griff.) terhadap *Vibrio harveyi*. *Skripsi*. Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin Makassar.
- Cussianovich, I. 2013. Rhenium (II) Complex as Potential Materials for Dye Sensitized Solar Cells. *Thesis*. The Ohio State University.
- Dewi, W.U. 2017. Evaluasi Kinetika Dekomposisi Termal Propelan Komposit Ap/Htpb Dengan Metode Kissinger, Flynn Wall Ozawa Dan Coats – Redfren. *Jurnal Teknologi Dirgantara*. 15(2) :115 -132.
- Emeniru, Daniel C., Okechukwu D. Onukwuli, Pere-ere DouyeWodu, Bernard I. Okoro. 2015. The Equilibrium and Thermodynamics of Methylene Blue Uptake onto Ekowe Clay; Influence of Acid Activation and Calcination, *International Journal of Engineering and Applied Sciences*, 2(5), 17-25.
- Galindo, E.G., Ariza, M. J., Nieves, F. J. De, and García-salinas, M. J. 2015. Effects of multilayer coating and calcination procedures on the morphology of dye-sensitized solar cell semiconductor photoelectrodes. *Thin Solid Films*. 590(29): 230–240.
- Hadi, M.S. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Fe(II)-*Methyl Orange* Sebagai Senitizer Pada Dye Sensitized Solar Cell (DSSC). *Skripsi*. Universitas Airlangga.
- Hadi, M.s. 2020. Modification of Methyl Orange Dye as a Light Harvester on Solar Cell. *IOP Conference Series : Earth and Environmental Science*. Vol. 1. Page: 456-464.
- Hamdila, J.D. 2012. Pengaruh Variasi Massa Terhadap Karakteristik Fungsionalitas dan Termal Komposit MgO-SiO₂ Berbasis Silika Sekam Padi Sebagai Katalis. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung

- Harahap. 2017. Sintesis Senyawa Kompleks Co(II) Dengan Ligan 2-Metil Imidazol dan 2,4,5- Trifenil-1H-Imidazol sebagai Agent Anti Kanker. Thesis. Institut Teknologi Sepuluh Nopember
- Harsanti, D. 2010. Sintesis dan Karakteristik Boron Karbida dari Asam Borat, Asam Sitrat dan Karbon Aktif. *Jurnal Sains dan Teknologi Modifikasi Cuaca*. 11(1) : 29-40
- Hermawati, E. S., Suhartana, dan Taslimah. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Zn(II)-8- Hidroksikuinolin. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 19(3): 94-98.
- Kalapathy., A. Proctor., J. Shultz. 2000. A Simple Method For Production of Pure Silica From Rice Hull Ash. *Bioresource Technology* 73 (2000) 257-262.
- Klancnik, Grega, Jožef Medved, and Primož Mrvar. 2010. Differential thermal analysis (DTA) and differential scanning calorimetry (DSC) as a method of material investigation. *Materials and Geoenvironment*. 57(1): 127-142.
- Masruroh, Manggara, A. B., Papilaka, T., and Trianti, R. T. 2013. Penentuan Ukuran Kristal Lapisan Tipis PZT dengan Metode XRD melalui Pendekatan Persamaan Debye Scherrer. *Chemistry Journal*. 14(1): 24–29.
- Mayasari, H.E dan Yuniari, A. 2016. Karakteristik termogravimetri dan kinetika dekomposisi EPDM dengan bahan pengisi carbon black. *Jurnal Majalah Kulit, Karet dan Plastik*. 32(2): 125-134
- Mohan, M. 2013. Determination of Andrographolide in Andrographis paniculata Extracts with and without Human Serum by High Performance Thin Layer Chromatography. *Int. Res. J. Pharm.* ISSN 2230-8407: 41-49.
- Moliner, N., Gaspar A. B., Munoz, M.C., Niel V., Canp, J. and real J,A. 2001. *Inorganic Chem.*40. 3986-3991.
- Moon, D., Junghyun K., and Myoung, S. L. 2006. Synthesis and Characterization of Mononuclear Octahedral Fe(III) Complex Containing a Biomimetic Tripodal Ligand, JV-(Benzimidazol-2-ylmethyl)iminodiacetic Acid. *Bulletin of the Korean Chemical*. 27(10): 1597-1600.
- Putri, N.A. 2022. Sintesis, Karakterisasi dan Aplikasi Senyawa Kompleks Mn(II)-Methyl Orange sebagai Dye Sensitized Solar Cell (DSSC). *Skripsi*. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung, Bandar Lampung.
- Ruswanto, R., Mardianingrum, R., Apriliani, A. Y., Ramdania, F. K., Sarwatiningsih, Y., Pratita, A. T.K, Nuryani, G. S., Rahayuningsih, N., Lindaswatuti, L., Rahayu, S. S., Wulandari, W. T., and Lihandini, G. 2018. Karakterisasi dan Sintesis Senyawa Kompleks Fe (III) 4-Fluoro-N'-[(Pyridine-4-YL)Carbonyl]Benzohydrazide Sebagai Kandidat Anti Tuberkulosis. *Journal of Pharmacopolium*. 1(2): 100-106.

- Sedaghat, T. dan Monajjemzadeh, M. 2011. Some New Organotin(IV) Schiff Base Adducts: Synthesis, Spectroscopic Characterization and Thermal Studies. *Chem. Soc.* 8(2)
- Setiabudi, Agus., Hardian, R dan Mudzakir, A. 2012. *Karakterisasi Material; Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia. Bandung.* Gedung Penerbitan dan Percetakan Universitas Pendidikan Indonesia: Bandung.
- Shalini, S., Balasundara, R., Prasanna, S., Mallick, T. K., and Senthilarasu, S. 2015. Review on Natural Dye Sensitized Solar Cells : Operation , materials and methods. *Renewable and Sustainable Energy Reviews.* 51: 1306–1325.
- Shallman, R.E dan Bilshop, R.J. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material.* Jakarta: Erlangga.
- Subama, E. 2010. Pengaruh Penambahan 20% Berat Fly Ash Terhadap Sifat Fisis Keramik Tradisional Berbasis Mineral Lempung Dengan Suhu Penyinteran 1100°C. *Skripsi.* Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Suherman. 2009. Karakteristik Fungsionalitas dan Termal Bahan Keramik Cordierite ($Mg_2Al_4Si_5O_{18}$) Berbasis Silika Sekam Padi Akibat Perlakuan Kalsinasi. *Skripsi.* Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Kusyanto, Andi dan Sugiyarto, K.H. 2017. Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Besi(III) Dengan Ligan 1,10-Fenantrolin Dan Anion Trifluorometanasulfonat. *Jurnal Kimia.* 6(1): 52-63.
- Yalcin, T. 2001. Thermogravimetric Investigation of the Dehydration Kinetics of KSF, K10 and Turkish Bentonite. *Turk. J. Chem.* 25(1)
- Yum, J., Humphry-baker, R., Zakeeruddin, S. M., Nazeeruddin, M. K., and Grätzel, M. 2010. Effect of heat and light on the performance of dye-sensitized solar cells based on organic sensitizers and nanostructured TiO₂. *Nano Today.* 5: 91-98.