

**Studi Pengaruh Konsentrasi Ion Logam Ni<sup>2+</sup> pada Sintesis  
Kristal Tunggal Mn-Ni Tartrat (Mn<sub>x</sub>Ni<sub>(1-x)</sub>C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>) dalam  
Gel Metasilikat**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh :

**RISKHA OKTIRISA**

**0810920063-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2012**

## LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

### Studi Pengaruh Konsentrasi Ion Logam Ni<sup>2+</sup> pada Sintesis Kristal Tunggal Mn-Ni Tartrat (Mn<sub>x</sub>Ni<sub>(1-x)</sub>C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>) dalam Gel Metasilikat

Oleh :

**Riskha Oktirisa**  
**0810920063-92**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal .....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. M. Misbah Khunur, M.Si.  
NIP. 19581101 198603 1 003

Yuniar Ponco Prananto, S.Si, M.Sc  
NIP. 19810620 200501 1 002

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS  
NIP. 19636404 198701 1 001

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Riskha Oktirisa

NIM : 081920063-92

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

Studi Pengaruh Konsentrasi Ion Logam  $\text{Ni}^{2+}$   
pada Sintesis Kristal Tunggal Mn-Ni Tartrat  
( $\text{Mn}_x\text{Ni}_{(1-x)}\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ ) dalam Gel Metasilikat

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Februari 2012

Yang menyatakan,

(Riskha Oktirisa)

NIM. 0810920063-92

# Studi Pengaruh Konsentrasi Ion Logam Ni<sup>2+</sup> pada Sintesis Kristal Tunggal Mn-Ni Tartrat (Mn<sub>x</sub>Ni<sub>(1-x)</sub>C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>) dalam Gel Metasilikat

## ABSTRAK

Kristal tunggal logam tartrat sering digunakan untuk mempelajari sifat elektrik dan magnetik yang digunakan pada beberapa peralatan elektronik. Adanya penambahan logam lain pada kristal dapat meningkatkan sifat kemagnetan pada material. Tujuan penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh pH pembentukan gel dan konsentrasi ion Ni(II) pada sintesis kristal tunggal Mn-Ni tartrat dan mengkarakterisasi sifat-sifatnya. Kristal Mn tartrat disintesis terlebih dahulu pada variasi pH gel (3,0; 3,5; 4,0; 4,5 ;5,0). Gel disiapkan dengan mencampurkan larutan asam tartrat dengan larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> sementara MnSO<sub>4</sub> digunakan sebagai supernatan. Waktu penumbuhan Mn tartrat pada gel adalah dua minggu. pH optimum digunakan pada sintesis kristal tunggal Mn-Ni tartrat dengan rasio mol Mn(II):Ni(II) yaitu 1:0,1; 1:0,2; 1:0,3. Data penelitian menunjukkan bahwa pH optimum untuk sintesis Mn tartrat dalam gel adalah 4,0 dengan efisiensi sebesar 54,13%. Kristal tunggal Mn-Ni tartrat hasil sintesis dianalisa dengan FTIR, AAS dan XRD secara berurutan. Berdasarkan hasil analisa dengan AAS, adanya Ni(II) tidak mempengaruhi morfologi kristal tunggal akan tetapi mempengaruhi warna dan ukuran kristal tunggal hasil sintesis menjadi lebih kecil dan terbentuk kristal yang berwarna kehijauan. Selain itu, semakin banyak Ni(II) yang ditambahkan maka semakin banyak ion Ni(II) yang masuk ke dalam kisi kristal. Data FT-IR memperkuat adanya ion tartrat, vibrasi regangan Mn-O yang teramati pada 744 cm<sup>-1</sup> dan vibrasi regangan Ni-O yang teramati pada 630 cm<sup>-1</sup>. Analisa XRD serbuk menunjukkan sistem kristal tunggal Mn-Ni tartrat hasil sintesis identik dengan kristal Mn tartrat dengan sistem kristal yaitu ortorombik.

*Kata Kunci: Kristal tunggal, kristal tunggal Mn-Ni Tartrat, gel metasilikat.*

# Study of Ni<sup>2+</sup> Concentration Effect in the Synthesis of Mn-Ni Tartrate (Mn<sub>x</sub>Ni<sub>(1-x)</sub>C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>) Single Crystals in Metasilicate Gel

## ABSTRACT

Metal tartrate single crystals are commonly used to study the electrical and magnetic properties in some electronic devices. Addition of other metals in the crystal can improve the magnetic properties of the materials. The objective of this research is to study the effect of pH of gel and Ni(II) concentrations in the synthesis of Mn-Ni tartrate single crystals and to characterize its properties. Crystal of Mn tartrate was firstly synthesized at various pH of gel (3.0; 3.5; 4.0; 4.5 ;5.0). The gel was prepared by mixing tartaric acid solution with Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> solution, while MnSO<sub>4</sub> was used as the supernatant. The growth time of Mn tartrate in the gel was 2 weeks. The optimum pH was then used in the synthesis of Mn-Ni tartrate single crystals with Mn(II):Ni(II) moles ratio of 1:0.1; 1:0.2: 1:0.3. Experimental data shows that the optimum pH for Mn tartrate was obtained at 4.0 with yield of 54.13%. The obtained single crystal of Mn-Ni tartrate was analyzed by AAS, FTIR, and XRD respectively. Based on AAS analysis, the presence of Ni(II) does not affect the morphology of single crystals. However, it affects the color and size of obtained single crystals in which the more Ni(II) added, the smaller and greenish crystal formed. Moreover, the more Ni(II) added, the more Ni(II) can enters in the crystal lattice of Mn-Ni tartrate. FTIR data confirm the presence of tartaric ions, in which Mn-O stretch vibration was observed at 744 cm<sup>-1</sup> and Ni-O stretch vibration was observed at 630 cm<sup>-1</sup>. Finally, powder-XRD analysis suggests that the crystal systems of obtained Mn-Ni tartrate crystals was identical with those observed in Mn tartrate crystals with crystal system of orthorombic.

*Keywords: single crystals, Mn-Ni tartrate single crystals, gel metasilicate.*



## KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat, karunia dan hidayah-Nya yang telah diberikan sehingga dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul **“Studi Pengaruh Konsentrasi Ion Logam Ni<sup>2+</sup> pada Sintesis Kristal Tunggal Mn-Ni Tartrat (Mn<sub>x</sub>Ni<sub>(1-x)</sub>C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>) dalam Gel Metasilikat”**.

Penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan banyak pihak baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Drs. M. Misbah Khunur, M.Si, selaku Dosen Pembimbing I dan Yuniar Ponco Prananto, S.Si, M.Sc, selaku Dosen Pembimbing II, atas segala bimbingan, pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran, dukungan dan kesabaran yang telah diberikan selama penyelesaian skripsi ini.
2. Dr. Diah Mardiana, M.Si, selaku Dosen Peninjau dan seluruh Dosen-Dosen bidang minat Anorganik atas segala masukan yang telah diberikan selama penyelesaian skripsi ini.
3. Dr. Rurini Retnowati, M.Si, selaku Dosen Penasehat Akademik yang telah memberikan arahan, saran, dan bimbingan kepada penulis selama menempuh studi.
4. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS, selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
5. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan.
6. Kedua orang tua dan seluruh keluarga yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya skripsi ini.
7. Sahabat, teman-teman, dan segenap pihak yang telah memberikan dorongan, semangat, doa, dan bantuan dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih belum sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan saran dari pembaca dan semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Malang, Januari 2012

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	x
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	4
2.1 Kristal .....	4
2.1.1 Kristal tunggal Mangan tartrat ( $Mn_4H_4O_6$ ) .....	5
2.1.2 Kristal tunggal logam tartrat dengan dopan logam lain .....	7
2.2 Gel Metasilikat .....	8
2.3 Difusi .....	10
2.5 Spektrofotometri Serapan Atom .....	10
2.6 Spektrofotometri Inframerah .....	11
2.7 Difraksi Sinar-X .....	12
2.8 Hipotesis .....	14
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	15
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	15
3.2 Bahan Penelitian .....	15
3.3 Alat Penelitian .....	15
3.4 Tahapan Penelitian .....	15
3.5 Cara Kerja Penelitian .....	16
3.5.1 Preparasi larutan gel metasilikat .....	16
3.5.2 Penentuan pH optimum .....	16
3.5.3 Sintesis kristal Mn-Ni tartrat dengan variasi pH .....	16

optimum .....	17
3.5.4 Karakterisasi kristal tunggal hasil sintesis .....	18
3.5.4.1 Karakterisasi dengan AAS.....	18
3.5.4.2 Karakterisasi dengan FT-IR.....	18
3.5.4.3 Karakterisasi dengan Difraksi sinar-X.....	19
3.5.5 Analisis data.....	19
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>20</b>
4.1 Pembuatan Gel Metasilikat.....	20
4.2 Penentuan pH Optimum .....	21
4.3 Karakterisasi Kristal Tunggal Hasil Sintesis .....	24
4.3.1 Sifat fisik kristal tunggal Mn-Ni tartrat .....	24
4.3.2 Karakterisasi kristal tunggal Mn-Ni tartrat dengan metoda spektrofotometri serapan atom (AAS) .....	26
4.3.3 Karakterisasi kristal tunggal Mn-Ni tartrat dengan metoda spektrofotometri inframerah.....	27
4.3.4 Karakterisasi kristal tunggal Mn-Ni tartrat dengan metoda difraksi sinar X (X-RD) .....	30
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>37</b>
5.1 Kesimpulan.....	37
5.2 Saran.....	37
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>38</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>43</b>





## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Posisi dan sudut dalam suatu bangun kristal ..... 4
Gambar 2.2	Berbagai kemungkinan model ikatan ..... 6
Gambar 2.3	Reaksi polimerisasi gel metasilikat ..... 8
Gambar 2.4	Ilustrasi hukum Bragg ..... 13
Gambar 3.1	Skema sintesis Mn-T dengan metode gel metasilikat dalam tabung tunggal ..... 17
Gambar 4.1	Pertumbuhan kristal tunggal Mn-T dengan variasi pH awal pembentukan gel ..... 22
Gambar 4.2	Grafik hubungan pH terhadap efisiensi kristal ..... 22
Gambar 4.3	Kristal tunggal Mn-T dan Mn-Ni tartrat hasil ..... 24
Gambar 4.4	Perbedaan warna kristal tunggal Mn-Ni tartrat pada berbagai variasi mol ..... 26
Gambar 4.5	Perbandingan spektrum kristal tunggal sintesis ..... 28
Gambar 4.6	Struktur ion tartrat ..... 29
Gambar 4.7	Perbandingan difraktogram kristal tunggal Mn-T hasil sintesis dan JCPDS Mn-T ..... 31
Gambar 4.8	Perbandingan difraktogram kristal tunggal Mn-Ni tartrat hasil sintesis ..... 31
Gambar 4.9	Prediksi struktur molekul Mn-Ni tartrat ..... 36
Gambar E.1	Kurva kalibrasi Mn(II) ..... 58
Gambar E.2	Kurva kalibrasi Ni(II) ..... 59
Gambar F.3	Spektra kristal tunggal Mn-T pada pH 4,0 ..... 62
Gambar F.4	Spektra FTIR Mn-Ni tartrat variasi mol 1:0,1 ..... 62
Gambar F.5	Spektra FTIR Mn-Ni tartrat variasi mol 1:0,2 ..... 63
Gambar F.6	Spektra FTIR Mn-Ni tartrat variasi mol 1:0,3 ..... 63
Gambar G.7	Spektrum XRD Mn-T pH 4,0 ..... 66
Gambar G.8	Spektrum Mn-Ni tartrat dengan perbandingan Mn(II):Ni(II) 1:01 ..... 66
Gambar G.9	Spektrum Mn-Ni tartrat dengan perbandingan Mn(II):Ni(II) 1:02 ..... 67
Gambar G.10	Spektrum Mn-Ni tartrat dengan perbandingan Mn(II):Ni(II) 1:03 ..... 67
Gambar G.11	Spektrum XRD JCPDS Mn-T ..... 68
Gambar G.12	Spektrum XRD JCPDS Ni-T ..... 68

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Bentuk kristal dan kondisi unit sel.....	5
Tabel 2.2 Jenis-jenis sistem kristal .....	14
Tabel 4.1 Massa kristal Mn-Ni tartrat.....	25
Tabel 4.2 Data rasio mol Mn(II):Ni(II) dalam kristal hasil sintesis. .....	26
Tabel 4.3 Analisa FTIR dari kristal Mn-T dan Mn-Ni tartrat .....	29
Tabel 4.4 Data intensitas hasil serapan Ni-O pada Mn-Ni tartrat ..	30
Tabel 4.5 Data perbandingan puncak kristal hasil sintesis Mn-T dan Mn-Ni T .....	33
Tabel 4.6 Selisih nilai $d$ dari JCPDS dengan kristal hasil sintesis	34
Tabel 4.7 Parameter sel kristal tunggal hasil sintesis.....	35
Tabel B.1 Data hasil pengenceran larutan Mn(II).....	49
Tabel B.2 Data hasil pengenceran larutan Ni(II) .....	50
Tabel D.3 Hasil massa kristal Mn-T dari variasi pH gel.....	53
Tabel D.4 Hasil massa kristal Mn-Ni tartrat yang bervariasi.....	53
Tabel D.5 Hasil analisis data pengaruh pH awal pembentukan gel terhadap massa kristal rata-rata hasil sintesis.....	55
Tabel D.6 Analisis varian pengaruh pH awal pembentukan gel metasilikat terhadap massa kristal rata-rata .....	57
Tabel D.7 Selisih dua nilai rata-rata pH.....	57
Tabel E.8 Data standar Mn(II).....	58
Tabel E.9 Data kristal Mn-Ni tartrat.....	58
Tabel E.10 Data standar Ni(II) .....	59
Tabel E.11 Data kristal Mn-Ni tartrat.....	59
Tabel F.12 Hasil data spektrum kristal tunggal Mn-T dan kristal tunggal Mn-Ni tartrat 1:0,1 .....	64
Tabel F.13 Hasil data spektrum kristal Mn-Ni tartrat 1:0,2 dan 1:0,3 .....	65
Tabel G.14 Data JCPDS Mn-T dan NiT .....	69
Tabel G.15 Data hasil XRD Mn-T hasil sintesis dan Mn-Ni tartrat 1:0,1.....	70
Tabel G.16 Data hasil XRD Mn-Ni tartrat 1:0,2 dan 1:0,3.....	71
Tabel G.22 Data hasil parameter sel pada JCPDS dan kristal hasil sintesis.....	74

## DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran A. Diagram Alir Tahapan Penelitian Kristal Tunggal Mn-Ni tartrat .....	43
Lampiran B. Perhitungan dan Pembuatan Larutan .....	44
B.1 Pembuatan larutan $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ 0,5 M dalam 250 mL ....	44
B.2 Pembuatan larutan 250 mL $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ 0,5 M.....	44
B.3 Pembuatan larutan $\text{MnSO}_4$ 0,5 M 100 mL .....	45
B.4 Pembuatan larutan Supernatan Campuran $\text{MnSO}_4$ dan $\text{NiSO}_4$ dengan Variasi Fraksi Mol .....	45
B.4.1 Variasi fraksi mol larutan $\text{MnSO}_4$ dan $\text{NiSO}_4$ 1:0,1 25 mL .....	45
B.4.2 Variasi fraksi mol larutan $\text{MnSO}_4$ dan $\text{NiSO}_4$ 1:0,2 25 mL .....	46
B.4.3 Variasi fraksi mol larutan $\text{MnSO}_4$ dan $\text{NiSO}_4$ 1:0,3 25 mL .....	46
B.5 Perhitungan pH gel metasilikat secara teoritis .....	47
B.6 Pembuatan Larutan Mn(II) .....	49
B.6.1 Pembuatan 100 mL larutan Mn(II) 100 ppm .....	49
B.6.2 Pembuatan 100 mL larutan Mn(II) 4 ppm .....	49
B.7.1 Pembuatan 100 mL larutan Ni(II)100 ppm .....	50
B.7.2 Pembuatan 100 mL larutan Ni(II)10 ppm.....	50
Lampiran C. Preparasi Larutan.....	51
C.1 Larutan $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ 0,5 M.....	51
C.2 Larutan $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ 0,5 M.....	51
C.3 Larutan $\text{MnSO}_4$ 0,5 M.....	51
C.4 Larutan $\text{MnSO}_4$ dan $\text{NiSO}_4$ dengan variasi fraksi mol 1:0,1 25 mL .....	51
C.5 Larutan $\text{MnSO}_4$ dan $\text{NiSO}_4$ dengan variasi fraksi mol 1:0,2 25 mL .....	51
C.6 Larutan $\text{MnSO}_4$ dan $\text{NiSO}_4$ dengan variasi fraksi mol 1:0,3 25 mL .....	52
C.7 Larutan baku Mn(II) 100 ppm .....	52
C.8 Larutan baku Ni(II) 100 ppm.....	52
Lampiran D. Data Kristal Hasil Sintesis .....	53
D.1 Penentuan pH gel metasilikat optimum .....	53
D.2 Hasil sintesis kristal tunggal Mn-Ni tartrat .....	53

D.3 Perhitungan kadar kristal secara teoritis .....	53
D.4 Perhitungan mol hidrat Mn-Ni tartrat .....	54
D.5 Uji Statistika pada Penentuan pH Optimum .....	55
D.5.1 Perhitungan Faktor Koreksi (FK) .....	55
D.5.2 Perhitungan Jumlah Kuadrat (JK).....	56
D.5.3 Perhitungan Kuadrat Tengah (KT) .....	56
D.5.4 Perhitungan nilai F hitung .....	56
D.5.5 Perhitungan nilai BNT dengan $\alpha = 5\%$ .....	57
Lampiran E. Karakterisasi dengan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) .....	58
E.1 Hasil AAS untuk Mn(II) .....	58
E.2 Hasil AAS untuk Ni(II).....	59
E.3 Kadar Mn(II) dalam kristal hasil sintesis .....	60
E.4 Kadar Ni(II) dalam kristal hasil sintesis.....	61
Lampiran F. Hasil Karakterisasi dengan FTIR.....	62
Lampiran G. Hasil Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X.....	66
G.1 Hasil Difraktogram kristal hasil sintesis .....	66
G.2 Perhitungan nilai d ( $\text{Å}$ ) pada kristal hasil sintesis .....	72
G.3 Data JCPDS Mn-T.....	75
Lampiran H. Prediksi Mekanisme Reaksi.....	76
H.1 Polimerisasi gel metasilikat.....	76
H.2 Reaksi NaOH dengan Asam tartrat.....	77
H.3 Sintesis kristal tunggal Mn-T dalam medium gel metasilikat .....	78
H.4 Sintesis kristal tunggal Mn-Ni tartrat dalam medium gel metasilikat .....	79