

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KRISTAL TUNG GAL
KALSIUM TARTRAT TETRAHIDRAT (CaTT) *DOPED*
NIKEL(II) DALAM GEL METASILIKAT DENGAN
SUPERNATAN CaCl_2 HASIL ISOLASI LIMBAH CANGKANG
BEKICOT (*Achatina fulica*)**

SKRIPSI

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

Oleh :

MUCHAMAT CHASAN BASORI

0610923043-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2010**

LEMBAR PENGESAHAN

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KRISTAL TUNGKAL
KALKSIUM TARTRAT TETRAHIDRAT (CaTT) *DOPED*
NIKEL(II) DALAM GEL METASILIKAT DENGAN
SUPERNATAN CaCl_2 HASIL ISOLASI LIMBAH CANGKANG
BEKICOT (*Achatina fulica*)**

oleh:

MUCHAMAT CHASAN BASORI

0610923043-92

**telah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal**

**dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia**

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. H. M. Misbah Khunur, MSi

NIP. 19581101 198603 1 003

Yuniar Ponco, SSi., MSc.

NIP. 19810620 2005011 002

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia

Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS

NIP. 19630404 19870110 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : MUCHAMAT CHASAN BASORI

NIM : 0610923043

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul : Sintesis Dan Karakterisasi Kristal Tunggal Kalsium Tartrat Tetrahidrat (CaTT) *Doped* Nikel(II) Dalam Gel Metasilikat Dengan Supernatan CaCl_2 Hasil Isolasi Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)

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, 2010

Yang menyatakan,

(MUCHAMAT CHASAN BASORI)

NIM. 0610923043

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KRISTAL TUNGGAL
KALKSIUM TARTRAT TETRAHIDRAT (CaTT) *DOPED*
NIKEL (II) DALAM GEL METASILIKAT DENGAN
SUPERNATAN CaCl_2 HASIL ISOLASI LIMBAH CANGKANG
BEKICOT (*Achatina fulica*)**

ABSTRAK

Kristal tunggal kalsium *doped* nikel (II) tartrat tetrahidrat banyak digunakan sebagai katalis dalam sintesis karbon nano tabung. Sintesis kristal tunggal kalsium tartrat tetrahidrat *doped* nikel(II) ($\text{Ca}_x\text{Ni}_{(1-x)}\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dari limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) dalam gel metasilikat pada suhu ruang dilakukan pada kondisi optimum penumbuhan kristal tunggal kalsium tartrat tetrahidrat ($\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) atau CaTT. Larutan supernatan CaCl_2 dibuat dari kalsium oksida (CaO) hasil kalsinasi cangkang bekicot pada 1000°C yang dilarutkan dengan HCl 1,5 M. Kondisi optimum sintesis CaTT diperoleh dengan memvariasi pH larutan gel (3; 3,5; 4; 4,5; dan 5) dan konsentrasi CaCl_2 (0,27; 0,36; 0,45; dan 0,54 M). Sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dilakukan dengan variasi rasio mol supernatan Ca(II):Ni(II) antara lain 1:0,05 ; 1:0,10 dan 1:0,15 dengan volume total supernatan 20 mL serta lama penumbuhan selama 2 dan 3 minggu. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum sintesis kristal tunggal CaTT diperoleh pada pH 3,5 dan konsentrasi CaCl_2 0,45 M. Pada kondisi tersebut, diperoleh kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dengan efisiensi hasil sebesar 79,81%. Karakterisasi kristal hasil sintesis dengan SSA diperoleh rasio mol Ca(II):Ni(II) sebesar 0,985:0,015, sedangkan dengan FTIR menunjukkan spektra spesifik ion tartrat, vibrasi rentangan Ca-O pada $817,47\text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi rentangan Ni-O pada $634,54\text{ cm}^{-1}$. Hasil XRD memberikan parameter sel CaTT *doped* Ni(II) yang lebih besar dari CaTT, yaitu sebesar $a = 9,201$, $b = 9,579$ dan $c = 10,614$.

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF NICKEL(II)
DOPED CALCIUM TARTRATE TETRAHYDRATE SINGLE
CRYSTALS ($\text{Ca}_x\text{Ni}_{(1-x)}\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) IN METASILICA GEL
USING CaCl_2 ISOLATED FROM SNAIL SHELL
(*Achatina fulica*) WASTE**

ABSTRACT

Nickel(II) doped calcium tartrate tetrahydrate single crystals has been used as catalysts sources in the synthesis of carbon nanotubes. Synthesis of nickel(II) doped calcium tartrate tetrahydrate ($\text{Ca}_x\text{Ni}_{(1-x)}\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) single crystals from snail shell waste (*Achatina fulica*) in metasilicate gel had been conducted at room temperature based on the optimum condition of calcium tartrate tetrahydrate (CaTT) synthesis. CaCl_2 as supernatant was prepared from CaO which previously made by calcinating the snail shell waste at 1000 °C, and then reacted with HCl 1.5 M. The optimum growth condition of CaTT was firstly investigated by varying the pH of the gel (3; 3.5; 4; 4.5; and 5) and the CaCl_2 concentration (0.27; 0.36; 0.45; and 0.54 M). Next, the synthesis of CaTT doped Ni(II) was conducted in a 20 mL of supernatant with Ca(II):Ni(II) mol ratio of 1:0.05; 1:0.10 dan 1:0.15; and growth time of 2 and 3 weeks. The data showed that the optimum condition of CaTT synthesis were obtained at pH of 3.5 and CaCl_2 concentration of 0.45 M. Single crystal of CaTT doped Ni(II) were successfully yielded at that condition with efficiency of 79.81%. Characterization of the obtained crystal by AAS showed that the mol ratio of Ca(II):Ni(II) was 0.985:0.015. Moreover, FTIR spectra show tartaric ion specific spectrum, Ca-O and Ni-O streaching at 817.47 cm^{-1} and 634.54 cm^{-1} , respectively. Finally, the XRD suggests that the parameter cells of crystal Ni(II) doped CaTT more than CaTT, that are $a = 9.201$, $b = 9.579$ dan $c = 10.614$.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirbbil'amin... Puji syukur kehadiran Allah SWT atas rahmat, nikmat dan hidayah-Nya, Penulis dapat menyelesaikan tugas akhir dengan judul "***Sintesis Dan Karakterisasi Kristal Tunggal Kalsium Tartrat Tetrahidrat (CaTT) Doped Nikel(II) Dalam Gel Metasilikat Dengan Supernatan CaCl_2 Hasil Isolasi Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)***".

Tidak banyak yang bisa penulis sampaikan kecuali ucapan terima kasih kepada berbagai pihak yang dengan tulus ikhlas memberikan bimbingan, arahan dan dukungan sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Bapak Drs. H. M. Misbah Khunur, MSi., selaku dosen pembimbing I atas bimbingan dan arahan dalam penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Yuniar Ponco Prananto, MSc., selaku dosen pembimbing II atas bimbingan dan arahan dalam penyusunan skripsi ini.
3. Bapak Dr. Sasangka Prasetyawan, MS., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
4. Ibu Dr. Rurini Retnowati, M.Si., Ibu Dr. Hermin Sulistyarti, Bapak Drs. Sutrisno, M.Si. dan Bapak Drs. Budi Kamulyan, MSc., selaku dosen penguji atas saran dan masukannya dalam ujian skripsi ini.
5. Bapak, Ibu dan Saudara sekeluarga semua yang telah menjadi motivator dan inspirator terbesar penulis
6. Teman-teman Kimia 2006 yang telah memberikan bantuan, dukungan dan informasi dalam kelancaran skripsi ini.
7. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu, sehingga terselesaikannya skripsi ini.

Sehingga penulis menyadari bahwa masih banyak terdapat kekurangan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, berbagai saran dan kritik yang membangun sangat penulis harapkan. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi penulis maupun pihak lain yang menggunakan.

Malang, 2010

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
DAFTAR ISTILAH	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1.Latar Belakang.....	1
1.2.Rumusan Masalah.....	3
1.3.Batasan Masalah.....	3
1.4.Tujuan Penelitian.....	4
1.5.Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1.Bekicot.....	5
2.2.Kalsium Klorida.....	6
2.3.Kristal.....	7
2.3.1.Kristal Tunggal Kalsium Tartrat Tetrahidrat	8
2.3.2.Kristal Tunggal CaTT <i>doped</i> Nikel (II).....	9
2.4.Gel Metasilikat.....	11
2.5.Difusi.....	12
2.6.Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	12
2.7.Spektrofotometer Inframerah (FTIR).....	13
2.8.Difraksi Sinar-X	14
2.9.Uji Kekerasan.....	16
BAB III METODOLOGI	
3.1.Waktu dan Tempat Penelitian.....	17
3.2.Bahan Penelitian.....	17

3.3. Alat Penelitian.....	17
3.4. Tahapan Penelitian.....	17
3.5. Cara Kerja Penelitian	
3.5.1. Isolasi Kalsium dari Limbah Cangkang Bekicot sebagai CaO.....	18
3.5.2. Pembuatan CaCl ₂ anhidrat dari CaO hasil Isolasi	18
3.5.3. Penentuan Kadar Kalsium dan Magnesium dari CaCl ₂ anhidrat dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	18
3.5.4. Penentuan pH Optimum Larutan Gel Metasilikat	19
3.5.5. Penentuan Konsentrasi Optimum larutan CaCl ₂ ..	20
3.5.6. Sintesis Kristal Tunggal CaTT <i>doped</i> Nikel (II) dari Limbah Cangkang Bekicot(<i>achatina fulica</i>) pada Kondisi Optimum.....	20
3.5.7. Karakterisasi Kristal Hasil Sintesis.....	21
3.6. Analisa Data.....	22

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Bahan	
4.1.1. Isolasi Kalsium dari Limbah Cangkang Bekicot sebagai CaO.....	23
4.1.2. Pembuatan Larutan Supernatan CaCl ₂	24
4.1.3. Penentuan Kadar Kalsium dan Magnesium dari CaCl ₂ anhidrat dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	24
4.2. Sintesis Kristal Tunggal Kalsium <i>doped</i> Nikel (II) Tartrat Tetrahidrat dari Limbah Cangkang Bekicot (<i>achatina fulica</i>)	
4.2.1. Penentuan pH Optimum larutan Gel Metasilikat.....	24
4.2.2. Penentuan Konsentrasi Optimum supernatan CaCl ₂ pada pH Optimum gel Metasilikat.....	26
4.2.3. Sintesis Kristal Tunggal CaTT <i>doped</i> Nikel (II) dari Limbah Cangkang Bekicot(<i>achatina fulica</i>) pada Kondisi Optimum.....	27
4.3. Karakterisasi Kristal Hasil Sintesis	
4.3.1. Sifat Fisik Kristal Tunggal CaTT <i>doped</i> Ni(II).....	28

4.3.2. Karakterisasi Kristal Tunggal CaTT <i>doped</i> Ni(II) dengan motoda SSA	29
4.3.3. Karakterisasi Kristal Tunggal CaTT <i>doped</i> Ni(II) dengan motoda FTIR	30
4.3.4. Karakterisasi Kristal Tunggal CaTT <i>doped</i> Ni(II) dengan motoda XRD.....	34

BAB V KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan.....	39
5.2. Saran.....	39

DAFTAR PUSTAKA.....	40
LAMPIRAN.....	45



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Bekicot jenis <i>Achatina fulica</i>	5
Gambar 2.2. Kristal tunggal CaTT dalam gel.....	9
Gambar 2.3. Reaksi polimerasi gel metasilikat.....	11
Gambar 4.1. Grafik pengaruh pH awal gel terhadap jumlah kristal yang dihasilkan.....	25
Gambar 4.2. Grafik pengaruh konsentrasi terhadap efisiensi kristal.....	26
Gambar 4.3. CaTT (kanan) dan CaTT <i>doped</i> Ni(II) (kiri)...	28
Gambar 4.4. Spektrum kristal CaTT hasil sintesis.....	30
Gambar 4.5. Ion tartrat.....	31
Gambar 4.6. Perbedaan spektrum FTIR kristal hasil sintesis.....	31
Gambar 4.7. Data spektrum kristal hasil sintesis	33
Gambar 4.8. Difraktogram kristal hasil sintesis	35
Gambar 4.9. Prediksi struktur molekul CaTT (kiri) dan CaTT <i>doped</i> Ni(II) (kanan)	38
Gambar L 1. Kurva kalibrasi nikel(II).....	58
Gambar L 2. Kurva kalibrasi kalsium (Ca)	59
Gambar L 3. Perbedaan spektrum kristal hasil sintesis.....	63
Gambar L 4. Spektrum XRD CaTT pH 3,5.....	67
Gambar L 5. spektrum XRD CaTT <i>doped</i> Ni dengan perbandingan Ca:Ni = 1:0,05.....	67
Gambar L 6. Spektrum XRD CaTT <i>doped</i> Ni dengan perbandingan Ca:Ni = 1:0,10.....	68
Gambar L 7. Spektrum XRD CaTT <i>doped</i> Ni dengan perbandingan Ca:Ni = 1:0,15.....	68

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel.2.1.Jenis-Jenis Sistem Kristal.....	15
Tabel 2.2.Skala Moh's.....	16
Tabel 4.1.Data Pengukuran SSA untuk CaCl_2 hasil Kalsinasi.....	24
Tabel 4.2.Mineral Penunjuk.....	29
Tabel 4.3.Data Rasio Mol Ca(II):Ni(II) dalam Kristal Hasil Sintesis.....	29
Tabel 4.4.Vibrasi FTIR dari Kristal $\text{CaTT}_{undoped}$ dan CaTT_{doped} Nikel(II).....	32
Tabel 4.5. Data Intensitas hasil serapan Ni-O pada $\text{CaTT}_{undoped}$ Ni(II)	34
Tabel 4.6.Data Perbandingan Puncak Kristal Hasil Sintesis CaTT dan CaTT_{doped} Ni(II)	36
Tabel 4.7. Data perbandingan Δd antara JCPDS dengan Data Kristal Hasil Sintesis.....	36
Tabel L 1.Data Hasil Pengenceran Larutan Ca(II)	49
Tabel L 2.Data Hasil Pengenceran Larutan Mg(II)	50
Tabel L 3.Data Absorbansi Larutan Standar Ca(II)	52
Tabel L 4.Data Absorbansi Larutan Standar Mg(II)	52
Tabel L 5.Hasil Massa Kristal $\text{CaTT}_{undoped}$ dari Variasi pH Gel.....	57
Tabel L.6.Hasil Massa Kristal CaTT dari Variasi Konsentrasi Supernatan CaCl_2	57
Tabel L 7.Hasil Massa Kristal CaTT_{doped} Nikel(II) yang Bervariasi.....	57
Tabel L 8.Data Standar Ni(II).....	58
Tabel L 9.Data Hasil Absorbansi Ion Ni(II) dalam Kristal dan Supernatan.....	59
Tabel L 10.Data Standart Ca	59
Tabel L 11. Data Aabsorbansi Ion Ca(II) dalam Kristal dan Supernatant.....	60
Tabel L.12. Hasil Spektrum CaTT Pembanding	64
Tabel L.13. Hasil Spektrum CaTT Sintesis	64

Tabel L.14. Hasil Data Spektrum CaTT <i>doped</i> Ni(II) 1:0,05	65
Tabel L.15. Hasil Data Spektrum CaTT <i>doped</i> Ni(II) 1:0,10	65
Tabel L.16. Hasil Data Spektrum CaTT <i>doped</i> Ni(II) 1:0,15	66
Tabel L.17. Data JCPDS	70
Tabel L.18. Data Hasil XRD CaTT Hasil Sintesis	70
Tabel L.19. Data Hasil XRD CaTT <i>doped</i> Ni(II) 1:0,05	71
Tabel L.20. Data Hasil XRD CaTT <i>doped</i> Ni(II) 1:0,10	71
Tabel L.21. Data Hasil XRD CaTT <i>doped</i> Ni(II) 1:0,15	72
Tabel L.22. Data Parameter Sel pada JCPDS, Hasil Sintesis dan Torres	74

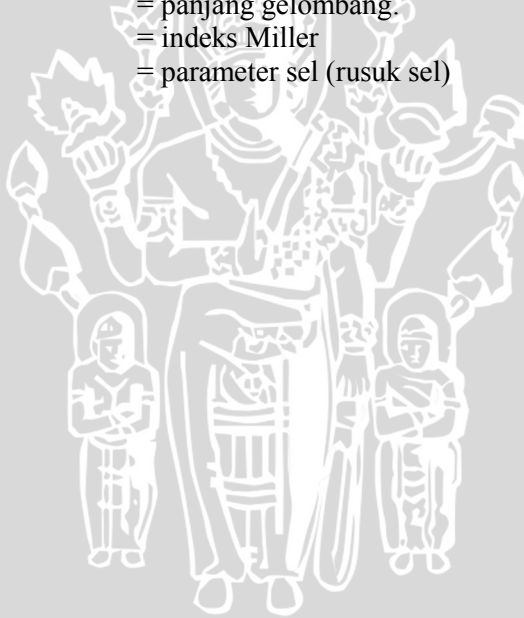


DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1.Perhitungan Konsentrasi larutan.....	45
Lampiran 2.Perhitungan Pembuatan Larutan Standart Ca(II) dan Mg(II)	49
Lampiran 3.Diagram Alir Tahapan Penelitian.....	51
Lampiran 4.Penentuan Konsentrasi Ca(II) dan Mg(II) dalam Cangkang Bekicot (<i>Achatina fulica</i>) ...	52
Lampiran 5.Perhitungan Kadar Kristal Hasil Sintesis secara Teoritis.....	55
Lampiran 6.Data Kristal Hasil Sintesis.....	57
Lampiran 7. Karakterisasi dengan SSA	58
Lampiran 8.Spektra Kristal Hasil Sintesis dengan FT-IR ...	63
Lampiran 9.Hasil Difraksi Sinar-X	67
Lampiran 10.Data JCPDS Kristal CaTT.....	75
Lampiran 11.Sertifikasi Cangkang Bekicot.....	76
Lampiran 12. Mekanisme Reaksi.....	77

DAFTAR ISTILAH

<i>Doped</i>	= penambahan zat lain (logam) secara sengaja.
CaTT	= kalsium tartrat tetrahidrat
NiTT	= nikel tartrat tetrahidrat
XRD (X-ray Diffraction)	= difraksi sinar-x
<i>d</i>	= jarak antar bidang yang berurutan dalam unit sel
<i>Interstitial site</i>	= daerah kosong yang terdapat pada unit sel suatu kristal.
ν	= bilangan gelombang.
λ	= panjang gelombang.
h, k, l	= indeks Miller
a, b, c	= parameter sel (rusuk sel)



BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Populasi bekicot jenis *Achatina fulica* di Indonesia sangat besar karena Indonesia beriklim tropis yang sangat mendukung perkembangbiakan bekicot. Bahkan di alam bebas pun, bekicot masih bisa hidup dan berkembang biak dengan cepat, meskipun tanpa pembudidayaan secara khusus (Verawati, dkk., 2007). Pembudidayaan bekicot jenis ini dilakukan karena jenis ini memiliki ukuran yang relatif besar daripada bekicot jenis lainnya sehingga sangat menguntungkan untuk digunakan sebagai bahan baku pembuatan sate ataupun keripik (Hieronymus, 1991), sebagaimana yang selama ini dikembangkan di daerah Kediri dan Tulungagung. Selama ini limbah cangkang bekicot yang dihasilkan dari industri pengolahan bekicot belum dimanfaatkan secara optimal melainkan hanya sebagai mainan saja.

Apabila dibandingkan dengan bahan lain seperti tulang ikan, kandungan kalsium yang terdapat di cangkang bekicot relatif tinggi, yaitu sekitar 36,1% dan hanya mengandung sedikit logam lain (Creswell dan Kompang, 2005). Besarnya kandungan kalsium dan sedikitnya zat lain dalam cangkang bekicot memudahkan proses isolasi dan berpotensi untuk digunakan sebagai bahan baku supernatan dalam pembuatan kristal tunggal kalsium tartrat tetrahidrat (CaTT).

Sintesis kristal tunggal CaTT dalam gel metasilikat dari supernatan hasil pengolahan limbah industri juga pernah dilakukan dan memberikan hasil optimum pada pH 3,25. Larutan supernatan CaCl_2 tersebut diperoleh dari limbah CaC_2O_4 atau CaCO_3 (Khunur, dkk., 2004) hasil pengolahan nira tebu. Namun rendemen yang dihasilkan sangat sedikit yaitu sekitar 5,45%. Hal ini dikarenakan proses pemurnian yang dilakukan belum efektif untuk memisahkan kalsium dari zat lain yang ada di nira tebu. Proses pengendapan kalsium dari nira tebu juga tidak dapat dilakukan dengan sempurna karena penambahan zat pengendap yang berlebih secara tidak langsung dapat mengurangi kualitas nira tebu.

Selama ini kristal tunggal CaTT diketahui bersifat piezoelektrik. Dengan adanya penambahan logam lain (*doped*), baik logam utama maupun logam transisi, kristal tunggal CaTT memiliki sifat piezoelektrik yang lebih baik sehingga banyak menarik perhatian para peneliti untuk dikembangkan lebih lanjut (Gon, 1993; Suryanarayana *dkk.*, 1999; Torres *dkk.*, 2002; Shajan dan Mahadevan, 1999; Suthar dan Joshi, 2006).

Penelitian kristal tunggal CaTT dengan penambahan ion logam Ni(II) dari bahan murni juga telah dilakukan untuk mempelajari pengaruh jumlah penambahan logam lain terhadap sifat kemagnetan dari kristal yang dihasilkan (Torres *dkk.*, 2002). Selain sifat kemagnetan dan kelistrikan, derajat kekerasan kristal meningkat sehingga kristal lebih tahan lama. Dari beberapa campuran, Ni(II) dapat memberikan pengaruh warna kehijauan (Andrew, 2009). Kristal tunggal CaTT yang mempunyai sifat kemagnetan dan kelistrikan khususnya piezoelektrik yang lebih bagus sehingga sering digunakan dalam emisi laser terkendali.

Penelitian kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) telah dilakukan dengan mencampurkan secara langsung supernatan CaCl_2 dan Ni(II)-asetat ke dalam larutan campuran asam tartrat dan NaHCO_3 , dimana kristal yang dihasilkan berwarna hijau kekuningan dan memiliki sifat piezoelektrik yang semakin kuat. Kristal hasil sintesis dengan metoda ini berukuran sangat kecil sehingga banyak digunakan sebagai katalis dalam sintesis tabung nano karbon (*carbon nanotube*) (Shlyakhova *dkk.*, 2009). Sebelumnya, Torres *dkk.* (2002) berhasil melakukan sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) menggunakan supernatan CaCl_2 dan NiCl_2 di dalam larutan campuran asam asetat dan Na-silikat pada pH pembentukan gel 4,5 dan konsentrasi supernatan CaCl_2 1M.

Penggunaan gel dianggap paling menjanjikan untuk menumbuhkan kristal tunggal logam tartrat dibandingkan dengan metoda penjuhan larutan ataupun metoda pertumbuhan kristal pada suhu tinggi. Hal ini dikarenakan tartrat terlarut sebagian dalam air dan mudah terdekomposisi sebelum titik lelehnya (Shajan, 2004). Adanya struktur tiga dimensi dari asam silikat hasil polimerisasi natrium metasilikat juga membantu pertumbuhan kristal tunggal menjadi lebih efektif (Henisch, 1988).

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka perlu dilakukan penelitian tentang cara dan kondisi optimum untuk mensintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dalam gel metasilikat dari bahan dasar limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) serta mempelajari sejauh mana pengaruh penambahan ion Ni(II) terhadap hasil sintesis dan karakter dari kristal tunggal yang dihasilkan.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh jumlah Ni(II) terhadap hasil sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dalam gel metasilikat?
2. Bagaimana karakter kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) hasil sintesis?

1.3. Batasan Masalah

1. Larutan supernatan CaCl_2 diperoleh dari CaO hasil kalsinasi limbah cangkang bekicot pada suhu 1000°C yang kemudian dilarutkan ke dalam HCl 1,5 M.
2. Sintesis kristal CaTT dilakukan dalam gel metasilikat dengan variasi pH larutan pembentukan gel yaitu 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; dan 5,0 dan konsentrasi larutan supernatan CaCl_2 yaitu 0,27; 0,36; 0,45 dan 0,54 M.
3. Kondisi optimum kristal tunggal CaTT diperoleh berdasarkan massa kristal tunggal yang dihasilkan, semakin banyak kristal tunggal yang diperoleh maka semakin optimum variabel tersebut.
4. Sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dilakukan pada kondisi optimum sintesis CaTT dengan perbandingan mol Ca(II):Ni(II) yaitu 1:0,05 ; 1:0,10 dan 1:0,15, masing - masing dengan waktu tumbuh selama 2 dan 3 minggu.
5. Karakterisasi kristal hasil sintesis dilakukan secara fisik (uji kekerasan, bentuk dan warna kristal) dan secara kimia (AAS, FT-IR dan XRD).

1.4. Tujuan Penelitian

1. Mensintesis dan mengkarakterisasi kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dalam gel metasilikat dari limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) pada kondisi optimum sintesis CaTT.
2. Mempelajari pengaruh lama waktu tumbuh dan perbandingan mol Ca(II):Ni(II) dalam larutan supernatan terhadap hasil sintesis dan karakter dari kristal tunggal yang diperoleh.

1.5. Manfaat Penelitian

Mendapatkan kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dalam gel metasilikat dari limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) sebagai bahan baku emisi laser terkendali dan katalis dalam sintesis nano tabung karbon.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Bekicot

Bekicot merupakan hewan yang tergolong ke dalam keluarga *Mollusca*. *Mollusca* sendiri adalah hewan bertubuh lunak tanpa segmen dengan tubuh yang lunak dan biasanya memiliki pelindung tubuh yang berbentuk cangkang atau cangkong yang terbuat dari zat kapur untuk perlindungan diri dari serangan predator dan gangguan lainnya (Hieronymus, 1991).

Klasifikasi dari bekicot adalah sebagai berikut (Hieronymus, 1991):

- Divisi : Mollusca
- Kelas : Gastropoda
- Ordo : Pulmonata
- Famili : Achatinadae
- Spesies : *Achatina fulica*

Ciri *Achatina fulica* adalah warna garis-garis pada cangkang yang tidak begitu mencolok, berat badan antara 150-200 g atau lebih dengan ukuran badan antara 90-130 mm, telur sekitar 100-300 butir dengan tiga sampai dengan empat kali bertelur dalam satu tahun, yang dapat dilihat pada Gambar 2.1 di bawah ini (Hieronymus, 1991).



Gambar 2.1. Bekicot jenis *Achatina fulica*

Jenis *Achatina fulica* lebih banyak dagingnya sehingga lebih banyak disukai untuk ditenakan. Bekicot yang ditenakan di daerah Jawa bagian timur umumnya jenis *Achatina fulica* yang banyak

disenangi orang, karena bekicot jenis ini banyak mengandung daging. Hampir seluruh bagian cangkang terdiri atas zat kapur (Ca). Tubuh bekicot dibagi menjadi dua bagian yaitu bagian cangkang dan bagian badan. Bagian cangkang berfungsi untuk mempertahankan diri dari serangan musuh atau kondisi iklim yang ekstrim baginya, sedangkan bagian badan dapat dibagi menjadi 3 bagian yaitu kepala, alat pencernaan dan kaki (Verawati, *dkk.*, 2007).

Zat kapur dalam cangkang bekicot ada sebagai kalsium karbonat. Menurut beratnya, CaCO_3 mengandung 40% kalsium. Jika dilihat dari kandungannya, di dalam cangkang bekicot mengandung kalsium sebesar 36,1% dan fosfor sebesar 0,14% (Cresswell dan Kompang, 2005). Sedangkan dalam tulang ikan hanya mempunyai kandungan kalsium berupa $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ sebesar 34%. Ikan tuna memiliki kandungan kalsium sebesar 13,19%; fosfor 0,81%; natrium 0,36% dan zat besi 0,03%. Namun tulang ikan mempunyai banyak zat pengotor yang terkandung di dalamnya yaitu fosfor, seng, yodium, besi, timah, mangan, dan kobalt. Dengan komposisi kalsium yang cukup besar ini, cangkang bekicot mempunyai potensi untuk dijadikan bahan baku supernatan dalam pembuatan kristal kalsium.

2.2. Kalsium Klorida (CaCl_2)

Kalsium klorida merupakan suatu garam yang mempunyai rumus molekul CaCl_2 dan merupakan halida ionik yang mudah larut dalam air. Kalsium klorida dapat dibuat dengan menambah HCl berlebih pada $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sesuai persamaan 2.1. Sedangkan dengan cara lain melalui kalsinasi kalsium karbonat dalam temperatur 1000 °C yang didapatkan abu cangkang dalam bentuk CaO sesuai persamaan 2.2, kemudian ditambah HCl pekat berlebih untuk mendorong kesetimbangan ke kanan sehingga didapatkan produk CaCl_2 yang banyak seperti persamaaan 2.3 (Hinonimous, 2008).



atau



Sebagaimana reaksi pada persamaan 2.1, 2.2, dan 2.3, kalsium klorida teknis dapat dibuat dari bahan alam seperti batu gamping, cangkang kerang, cangkang bekicot, *dll.*, melalui proses kalsinasi pada suhu tinggi dan kemudian dilarutkan ke dalam asam klorida berlebih. Endapan putih kalsium klorida diperoleh setelah larutan tersebut dipekatkan.

Batu gamping dan cangkang kerang mempunyai kandungan kalsium yang lebih tinggi daripada cangkang bekicot. Namun, juga memiliki banyak zat lain yang menjadi pengotor sehingga proses isolasi kalsium lebih sulit. Sedangkan dalam cangkang bekicot, proses pemurnian kalsium lebih mudah karena sebagian besar pengotor dapat dihilangkan hanya dengan kalsinasi.

2.3. Kristal

Kristal merupakan suatu padatan yang tersusun oleh atom-atom, ion-ion, dan molekul-molekul secara teratur dan menempati posisi tertentu. Ikatan antar atom atau molekul pada suatu kristal dapat ionik, kovalen, atau kombinasi keduanya dan ikatan-ikatan lainnya (Rutherford, 1993). Sebagian padatan kristal tersusun dari jutaan kristal-kristal tunggal yang disebut *grain*. Istilah kristal seperti yang digunakan dalam ilmu pengetahuan dan teknologi biasanya mengacu pada kristal tunggal. Kristal tunggal adalah suatu padatan yang atom-atom dalam molekul-molekulnya diatur dalam keteraturan (Milligan, 1979). Kristal tunggal juga dapat didefinisikan sebagai kristal yang tumbuh dari satu inti kristal tanpa ada gangguan pertumbuhan dari inti kristal yang lain, sehingga membentuk kristal yang besar dan mempunyai struktur kristal yang khas.

Proses pembentukan kristal disebut dengan kristalisasi. Proses ini dapat dilakukan dengan beberapa metoda seperti pengendapan melalui reaksi dan penjenuhan atau rekristalisasi. Metoda pengendapan melalui reaksi dilakukan dengan mencampurkan 2 atau lebih larutan dimana pada hasil akhir akan didapatkan suatu endapan. Sedangkan untuk metoda penjenuhan bisa dilakukan dengan memekatkan suatu larutan yang akan mengalami penjenuhan sehingga membentuk endapan (Sukri, 1999).

Salah satu metoda penumbuhan kristal adalah teknik gel yang memiliki beberapa keunggulan yaitu sederhana, mudah dilakukan

dan ekonomis, karena gel dapat digunakan lagi setelah pemanasan. Dengan adanya gel, laju penumbuhan kristal semakin besar, sebab kondisi larutan mencapai tingkat kejenuhan yang sedang, sehingga memungkinkan terbentuknya sejumlah inti yang relatif sedikit dan pada akhirnya dapat tumbuh menjadi kristal-kristal tunggal yang besar (Vogel, 1979).

Pembuatan kristal tunggal dengan metoda gel sangat dipengaruhi oleh keasaman gel, konsentrasi supernatan, suhu dan lama penumbuhan. Pengaruh pH sangat penting dalam pembentukan gel metasilikat, karena jika pH terlalu rendah, maka konsentrasi ion H^+ sangat besar akibatnya gel yang terbentuk bersifat lunak, tetapi jika pH terlalu tinggi, maka konsentrasi ion H^+ sangat kecil akibatnya gel akan terbentuk seketika. Konsentrasi supernatan juga sangat mempengaruhi laju difusi pada pembentukan kristal tunggal. Apabila konsentrasi supernatan terlalu tinggi, maka proses difusi akan semakin cepat, akibatnya pembentukan inti tidak sempurna. Pada akhirnya kristal tidak tumbuh dengan baik dan ukuran kristal menjadi kecil. Sebaliknya, bila konsentrasi supernatan terlalu rendah, maka proses difusi akan semakin lambat, sehingga kristal tumbuh cukup baik dan seiring dengan lamanya (waktu) penumbuhan, maka ukuran kristal yang dihasilkan relatif besar (Suib, 1985).

Banyaknya zat yang berdifusi tergantung pada konsentrasi zat yang terdifusi, luas permukaan difusi, waktu dan suhu difusi (Wallwork dan Grant, 1977). Apabila kerapatan medium semakin rendah dan atau suhu dinaikkan maka laju difusi akan semakin cepat (Scott, 1992).

2.3.1 Kristal tunggal kalsium tartrat tetrahidrat ($CaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) atau CaTT

Kristal tunggal logam tartrat memiliki karakteristik yang menarik seperti feroelektrik, piezoelektrik, dielektrik, sifat optik, dan karakteristik penting lainnya sehingga sering digunakan untuk bahan optik non-linier, transmisi optik, pembuatan kristal osilator dan resonator serta pengontrol emisi laser (Selvasekarapandian, dkk., 1999). Piezoelektrik sendiri merupakan sifat khas dari suatu kristal yang bila diberikan tekanan akan menghasilkan arus listrik.

Secara umum, kristal tunggal CaTT diperoleh dengan mereaksikan larutan supernatan kalsium dengan asam tartrat yang ada di dalam gel sesuai persamaan 2.4 sebagai berikut.



Henisch (1988) menggunakan larutan CaCl_2 sebagai supernatan, selanjutnya kristal yang lebih besar diperoleh setelah Shajan (2004) dengan menggunakan campuran kalsium format dan asam format sebagai supernatan. Kristal tunggal CaTT berwarna bening kekuningan mulai tumbuh dalam gel setelah 2-3 hari. Setelah satu minggu, kristal dengan ukuran lebih besar dan morfologi yang bagus mulai nampak dalam gel.

Selain dari bahan murni, sintesis kristal tunggal CaTT dapat menggunakan larutan CaCl_2 dari limbah nira tebu. Limbah kalsium oksalat dalam pengolahan nira tebu diubah menjadi CaCl_2 , namun rendemen yang diperoleh sangat kecil yaitu sekitar 5,45 % (Prananto, 2003). Gambar 2.2 menunjukan penumbuhan kristal CaTT dari bahan murni yang dilakukan dalam tabung tunggal (Roskopf, *dkk.*, 2003).



Gambar 2.2. Kristal tunggal CaTT dalam gel

2.3.2. Kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II)

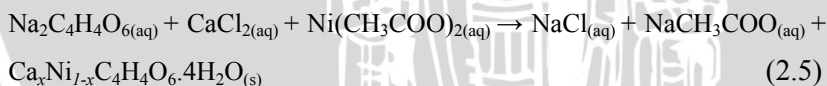
Berdasarkan sifat elektronik yang terkandung dalam kristal logam tartrat, banyak penelitian dilakukan untuk mengeksplorasi kristal jenis tartrat ini, baik dalam bentuk murninya maupun dengan penambahan ion logam lain. Torres, *dkk.* (2002) melaporkan bahwa

untuk kristal tunggal CaTT, penggunaan ion logam-logam bivalen seperti Ba(II), Sr(II), Ni(II), Zn(II), Mn(II) dan Cd(II) dalam campuran supernatan, memberikan hasil yang menarik terhadap kristal yang dihasilkan.

Lebih lanjut Torres (2002) juga menjelaskan bahwa keberadaan logam alkali lain seperti Sr dan Ba di dalam kristal yang dihasilkan dapat menggantikan beberapa posisi kalsium sehingga memperpanjang jarak pada ikatan Ca–O dan memutus sebagian ikatan hidrogen. Sedangkan apabila logam lain yang ditambahkan merupakan logam transisi maka akan menempati *interstitial site* dan mampu memperpendek ikatan Ca–O dan mengubah sudut torsi dari ion tartrat dan ikatan hidrogen.

Torres, *dkk.* (2002) telah melakukan sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) melalui reaksi antara larutan asam tartrat 1 M dengan larutan Na₂SiO₃ 1 M pada pH 4,5 dengan CaCl₂ 1 M dan NiCl₂ 0,05 M dari bahan murni, dimana rasio Ca(II):Ni(II) sebesar 0,962:0,038. Akan tetapi penelitian tersebut belum mengkaji tentang pengaruh pH dan konsentrasi supernatan terhadap kristal hasil sintesis. Dengan kata lain, penelitian dengan menggunakan variasi pH dan konsentrasi supernatan belum pernah dilakukan.

Selain itu, Shlyakhova, *dkk.* (2009) juga melakukan sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) tanpa menggunakan metoda gel, namun ukuran kristal yang dihasilkan relatif kecil. Sintesis dilakukan dengan cara mereaksikan CaCl₂ dan Ni(II)-asetat dengan rasio campuran 1:1 dengan larutan campuran antara asam asetat dalam NaHCO₃, sesuai persamaan 2.5.

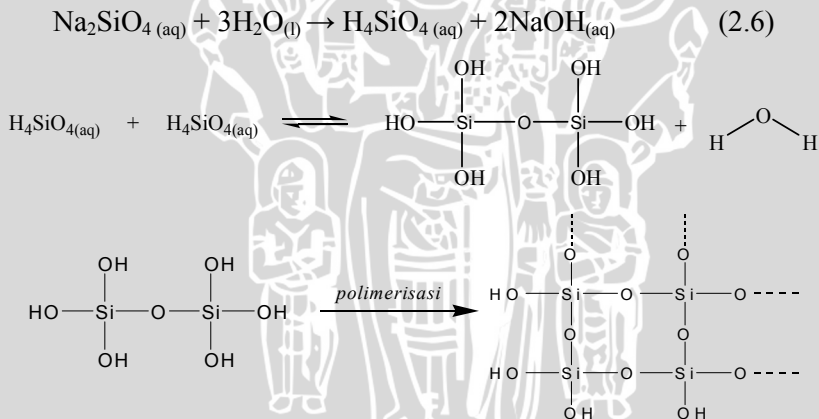


Satyanarayana, *dkk.* (1983) menyebutkan bahwa pembuatan stronsium tatraat tetrahidrat *doped* Ni(II) dengan konsentrasi supernatan yang tetap menghasilkan perubahan pH optimum sebelum ditambahkan dengan Ni(II) dari pH 5,2 – 5,5 menjadi 4,6 – 4,9; dimana Ni(II) mengikat 2 gugus hidroksil pada tartrat yang berbeda dan 4 molekul air secara kovalen koordinasi.

2.4. Gel Metasilikat

Gel mempunyai sifat permeabel yang berfungsi sebagai media difusi. Mekanisme yang mungkin dalam penumbuhan kristal adalah adanya difusi dari larutan supernatan. Proses difusi larutan pada gel dipengaruhi oleh keras lunaknya gel. Jika gel lunak maka larutan akan berdifusi dengan cepat dan sebaliknya jika gel keras maka larutan akan sukar berdifusi. Larutan elektrolit mudah berdifusi ke dalam gel, sedangkan koloid sulit berdifusi ke dalam gel (Henisch, 1988).

Gel metasilikat dapat dibuat dengan menambahkan air dalam larutan natrium metasilikat. Dengan melarutkan natrium metasilikat dalam air akan didapatkan asam monosilikat sesuai persamaan 2.6, yang nantinya asam monosilikat tersebut akan membentuk polimer. Ikatan ikatan polimer tersebut dihubungkan dengan tautan (Si-O-Si). Air sebagai produk samping akan menguap dan menyebabkan gel menyusut yang kemudian mengeras. Reaksi ini akan terjadi secara terus menerus sampai sistem tiga dimensi rantai Si-O-Si terbentuk sesuai Gambar 2.3 (Henisch, 1988).



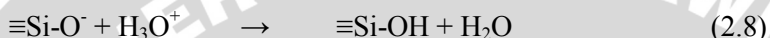
Gambar 2.3. Reaksi polimerisasi gel metasilikat

Penambahan asam secara berlebih (pada pH rendah) mengakibatkan semua gugus silanol terprotonasi sempurna membentuk ion silikonium dan dua molekul air. Makin banyak molekul air yang berada di dalam gel mengakibatkan jarak antar unit-

unit gel makin renggang, sehingga gel semakin lunak, sesuai reaksi pada persamaan 2.7 (Nuryono dan Narsito, 2004).



Pada pH relatif tinggi, gel yang terbentuk akan relatif keras disebabkan jumlah asam yang ditambahkan sedikit. Kondisi ini mengakibatkan makin sedikit jumlah air yang dihasilkan sebagai hasil samping pembentukan gugus silanol pada pembentukan unit-unit struktur gel, seperti yang ditunjukkan persamaan 2.8 (Nuryono dan Narsito, 2004).



2.5. Difusi

Menurut Sarjoni (1996), difusi merupakan proses dimana molekul atau ion dari suatu bahan larut yang bergerak bebas melalui pelarut sehingga larutan dapat tercampur dengan baik. Scott (1986) menyatakan bahwa difusi dapat terjadi dengan laju lebih cepat apabila suhu dinaikan. Semakin berkurang kerapatan mediumnya, maka semakin besar laju difusinya.

Penumbuhan kristal tunggal CaTT dalam gel metasilikat dilakukan melalui proses difusi dimana molekul atau ion dari suatu bahan larut bergerak bebas melalui pelarut. Molekul berdifusi dengan cepat dalam gas dibandingkan dalam cairan ataupun padatan. Difusi dalam padatan jauh lebih lambat dibandingkan dalam cairan karena molekul-molekulnya cenderung tidak bebas bergerak (Brady, 1994).

2.6. Spektrofotometri Serapan Atom

Metoda spektrofotometri serapan atom berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Dengan absorpsi energi, berarti memperoleh lebih banyak energi, suatu atom pada keadaan dasar dinaikan tingkat energinya ke tingkat eksitasi (Puspita, 2007). Misalnya Ca dapat menyerap cahaya maksimum pada λ 422,27 nm, Mg pada 285 nm dan Ni pada 232 nm (Dean, 1999). Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik atom tersebut. Dengan absorpsi energi, maka atom pada keadaan dasar dinaikkan tingkat energinya pada tingkat eksitasi. Keberhasilan analisa menggunakan metoda ini

sangat tergantung pada proses eksitasi serta garis resonansi yang tepat (Sugiharto, 1982).

Metoda ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi yang rendah. Teknik ini mempunyai beberapa kelebihan dibandingkan dengan spektroskopi emisi konvensional. Pada metoda konvensional, emisi bergantung pada eksitasi. Bila eksitasi dilakukan secara termal, maka ia bergantung pada temperatur sumber. Selain itu eksitasi termal tidak selalu spesifik, dan eksitasi secara serentak pada berbagai spesies dalam suatu campuran dapat saja terjadi. Sedangkan dengan nyala, eksitasi unsur-unsur dengan tingkat energi eksitasi yang rendah dapat dimungkinkan. Tentu saja perbandingan banyaknya atom yang berada pada tingkat dasar harus cukup besar, karena metoda serapan atom hanya tergantung pada perbandingan ini dan tidak tergantung pada temperatur. Metoda serapan sangatlah spesifik. Logam-logam yang membentuk campuran kompleks dapat dianalisis dan selain itu selalu diperlukan sumber energi yang besar (Khopkar, 1990).

2.7. Spektrofotometri Inframerah

Spektrofotometri inframerah digunakan untuk penentuan struktur khususnya senyawa organik dan juga untuk analisis kuantitatif, seperti analisis kuantitatif untuk pencemaran udara, misalnya karbon monoksida dalam udara dengan menggunakan teknik *non-dispersive*. Spektrum inframerah memberikan puncak-puncak maksimal yang jelas sebaik puncak minimumnya. Untuk mengetahui hubungan antara transmitan (T) dengan absorbansi (A), dapat diketahui melalui hukum Lambert-Beer sesuai persamaan 2.9, 2.10, 2.11, 2.12 sebagai berikut (Khopkar, 1990):

$$T = \frac{I}{I_0} = 10^{-abc} \quad (2.9)$$

$$\log T = \log \frac{I}{I_0} = -abc \quad (2.10)$$

$$\log \frac{1}{T} = \log \frac{I_0}{I} = abc = A \quad (2.11)$$

$$- \log T = A \quad (2.12)$$

dimana I adalah intensitas sinar yang ditransmisikan, I_0 adalah intensitas sinar datang, a adalah absorpsivitas, b adalah jarak tempuh optik dan c merupakan konsentrasi.

Untuk menghitung vibrasi dapat mengikuti hukum Hook dengan persamaan 2.13 (Khopkar, 1990).

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{k \frac{m_1 + m_2}{m_1 m_2}} \quad (2.13)$$

dimana m_1 dan m_2 adalah massa dari atom, k adalah konstanta gaya yang nilainya tergantung dari jenis ikatannya. k untuk ikatan tunggal adalah $2-8 \times 10^5$ dyne/cm, ikatan rangkap ganda adalah $8-12 \times 10^5$ dyne/cm dan ikatan rangkap tiga adalah $12-18 \times 10^5$ dyne/cm (Khopkar, 1990).

Setiap tipe ikatan yang berbeda mempunyai sifat frekuensi vibrasi yang berbeda dan karena tipe ikatan yang sama dalam dua senyawa berbeda terletak dalam lingkungan yang sedikit berbeda, maka dua molekul yang berbeda strukturnya akan mempunyai spektra inframerah yang berbeda. Dua senyawa yang diperkirakan identik, maka dapat dinyatakan apakah kedua senyawa tersebut identik atau tidak. Banyak faktor yang mempengaruhi ketepatan vibrasi molekul dan biasanya berhubungan satu sama lain, faktor tersebut antara lain efek massa primer, gaya hibridisasi, resonansi, penggabungan vibrasi, adanya ikatan hidrogen, efek elektronik, sudut ikatan, dan efek medan (Sastrohamidjojo, 1992).

2.8. Difraksi Sinar-X

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang lebih pendek dibandingkan dengan sinar tampak dan ultraviolet sehingga energinya jauh lebih besar, akibat hubungan $E = hc/\lambda$. Sinar-X bergerak menurut garis lurus, tidak terdiri dari partikel yang bermuatan sehingga tidak dibelokan oleh medan magnet (Klug dan Alexander, 1962).

Menurut Bragg, intensitas sinar-X yang muncul harus memenuhi persamaan 2.14, 2.15, 2.16, 2.17. Untuk $n = 1$, maka diperoleh $\lambda = 2d \sin \theta$, dimana d adalah jarak antara bidang yang berurutan dan memantulkan sinar-X dan meninggalkan bidang tertentu, λ adalah panjang gelombang sinar-X dan n adalah bilangan bulat.

$$xy = yz = d \sin \theta \quad (2.14)$$

$$xyz = 2 d \sin \theta \quad (2.15)$$

$$xyz = n \lambda \quad (2.16)$$

$$2 d \sin \theta = n \lambda \quad (2.17)$$

Faktor-faktor yang mempengaruhi intensitas difraktogram sinar-X, diantaranya nomor atom, susunan atom-atom dalam unit sel, dan cacat kristal. Sistem kristal dengan struktur yang sama tetapi nomor atomnya berbeda akan memberikan intensitas yang berbeda (West, 1984). Dengan mengamati pola difraksi pada pola daerah sudut difraksi (2θ) tertentu, maka dapat diketahui keterangan tentang sistem kristal secara spesifik, sesuai Tabel 2.1 sebagai berikut (Klug dan Alexander, 1962).

Tabel 2.1 Jenis-jenis Sistem Kristal (Weller, 2005).

Sistem kristal	Sudut	Rusuk unit sel	Hubungan <i>d-spacing</i> , indeks Miller dan parameter sel
Kubus	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	$a = b = c$	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$
Tetragonal	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	$a = b \neq c$	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Heksagonal / trigonal	$\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$	$a = b \neq c$	$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$
Rombohedral	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	$a = b = c$	-
Orthorombik	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	$a \neq b \neq c$	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Monoklinik	$\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma \neq 90^\circ$	$a \neq b \neq c$	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{\sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{l^2}{c^2} \right)$

Identifikasi sistem kristal dilakukan dengan membandingkan harga d untuk puncak-puncak difraktogram dari sistem JCPDS. Bila harga d diantara puncak-puncak difraksi sampel dan standar relatif sama, maka puncak-puncak tersebut dihasilkan dari bidang difraksi yang sama pada sistem kristal yang sama (Elliot, 2008).

Dalam penelitian Shlyakhova, *dkk.* (2009), dijelaskan bahwa 3 puncak tertinggi dari CaTT pada 2θ ($^\circ$) 12, 13, 35, dimana dengan adanya logam lain (*doped*) tidak akan mempengaruhi nilai 2θ ($^\circ$). Dari penelitian Torres, *dkk.* (2002) diperoleh informasi tentang parameter sel (rusuk sel) untuk CaTT *doped* Ni(II) sebesar $a = 9,157$, $b = 9,558$ dan $c = 10,475$.

2.9 Uji Kekerasan

Kekerasan suatu benda diukur berdasarkan skala tertentu. Skala yang paling umum digunakan ialah Skala Kekerasan Mohs (*Mohs Hardness Scale*). Prinsip dasarnya ialah dengan menggoreskan benda yang akan diukur kekerasannya dengan material pembanding. Skala pengukurannya mulai dari 1 hingga 10 dengan intan sebagai benda terkeras dan talk sebagai yang terlunak sesuai dengan Tabel 2.2 (Darling, 1996).

Tabel 2.2. Skala Moh's

Skala	Mineral Penunjuk	Keterangan
1	Talk	Sangat lunak, disebut juga batu sabun
2	Gypsum	Mudah tergores oleh kuku jari
3	Kalsit	Hanya tergores oleh kuku jari
4	Fluorit	Tidak tergores oleh kuku jari
5	Apatit	Sama keras dengan gigi
6	Feldspar	Sama keras dengan baja, cocok sebagai batu mulia
7	Kuarsa	Dapat menggores kaca dan baja
8	Topaz	Dapat menggores kuarsa dan memotong kaca dengan mudah
9	Korundum	Dapat menggores topaz, tapi mudah digores intan
10	Intan	Benda terkeras yang diketahui, hanya dapat digores oleh intan

Sebagai tambahan, kekerasan kuku jari kita sekitar 2-5, gigi kita kekerasannya sekitar 5 pada skala Mohs. Pisau baja kekerasannya hanya sedikit di atas 5, bahkan tidak lebih kuat daripada kaca (kekerasan 5,5). Namun, baja yang bermutu tinggi kekerasannya dapat mencapai 6,5. Besi/baja terbaik sekalipun kekerasannya hanya mencapai 6,5 atau mungkin 7, sangat jauh lebih lunak dibandingkan intan (Darling, 1996).

BAB III

METODA PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang selama 4 bulan (April – Agustus 2010), sedangkan karakterisasi hasil sintesis dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Brawijaya, Universitas Gajah Mada Yogyakarta dan Universitas Negeri Surabaya

3.2. Bahan Penelitian

Sampel yang digunakan adalah cangkang bekicot (*Achatina fulica*), sedangkan bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini merupakan bahan kimia p.a. (pro analisis) meliputi asam tartrat (95%), HCl (37%), Na_2SiO_4 (95%), $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, kertas saring, aluminium foil, dan akuades.

3.3. Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat gelas, pengaduk magnet, tabung gelas (panjang 25 cm dan diameter 3 cm), cawan porselen, sendok spatula, ayakan 120 mesh, tanur, pH-meter (ORION 420A), kaca pembesar, desikator, neraca analitik (METTLER PE 300), oven (HERAEUS KR170E), spektrofotometer serapan atom (AA-6200 di Universitas Brawijaya dan PERKIN ELMER AANALYST 100 di Universitas Negeri Surabaya), spektrofotometer inframerah Shimadzu (FTIR-8601PC), dan difraktometer sinar-X PANalytical X'Pert PRO MPD di Universitas Gajah Mada dan seperangkat alat pengujian derajat kekerasan.

3.4. Tahapan Penelitian

Penelitian dilakukan melalui percobaan di laboratorium dengan tahapan sebagai berikut:

1. Isolasi kalsium dari cangkang bekicot
2. Pembuatan larutan supernatan CaCl_2

3. Penentuan kadar kalsium dan magnesium dari CaCl_2 hasil isolasi
4. Penentuan pH optimum gel metasilikat
5. Penentuan konsentrasi optimum larutan CaCl_2
6. Sintesis kristal tunggal CaTT doped Ni(II) dari limbah cangkang bekicot pada kondisi optimum
7. Karakterisasi kristal CaTT doped Ni(II) hasil sintesis
8. Analisa data hasil karakterisasi kristal CaTT doped Ni(II) .

3.5. Cara Kerja Penelitian

3.5.1. Isolasi kalsium dari cangkang bekicot

Cangkang bekicot (yang sudah diuji taksonominya – lampiran 11) dicuci dengan akuades sampai bau amisnya hilang dan selanjutnya dikeringkan di bawah sinar matahari. Setelah itu, cangkang yang sudah kering ditimbang massanya. Diambil 70 g cangkang yang untuk dilebur dalam tanur pada temperatur $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 5 jam. Cangkang yang sudah berbentuk abu diletakan pada gelas arloji, kemudian ditimbang massa abu cangkang dan disimpan dalam desikator.

3.5.2. Pembuatan larutan supernatan CaCl_2

Kalsium oksida (CaO) yang berupa abu hasil kalsinasi dihaluskan kembali dan disaring di bawah ukuran 120 mesh. Selanjutnya ditimbang dan dilarutkan dengan HCl 1,5M sampai larut semua. Larutan kemudian dipekatkan dengan penangas air pada $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ sampai volumenya $1/5$ dari volume awal. Setelah didinginkan, padatan putih CaCl_2 hidrat akan diperoleh. Sebelum dipanaskan, endapan CaCl_2 diletakan di gelas arloji dan dimasukkan dalam desikator. Padatan tersebut kemudian dipanaskan dalam oven pada $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ hingga berat konstan dan disimpan dalam desikator yang di dalamnya terdapat silika. Padatan ini kemudian digunakan sebagai supernatan CaCl_2 .

3.5.3. Penentuan kadar kalsium dan magnesium dari CaCl_2 anhidrat dengan SSA

Penentuan kadar kalsium dalam cangkang bekicot dilakukan dengan cara membuat kurva standar Ca(II) terlebih dahulu. Larutan Ca(II) 100 ppm yang dibuat dari $0,367\text{ g CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan

dalam 100 mL akuades, dipipet beberapa mL sehingga didapatkan seri larutan Ca(II) 2,5; 5,0; 7,5; dan 10 ppm. Larutan tersebut masing-masing diukur absorbansinya dengan SSA pada λ 442,7 nm dan dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi Ca(II) dan absorbansi. Preparasi sampel dilakukan dengan melarutkan 0,1 g sampel CaCl₂ hasil isolasi dari cangkang yang dilarutkan dalam labu ukur 50 mL dengan akuades sampai tanda batas dan diambil 1 mL yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan akuades sampai tanda batas. Larutan tersebut diukur absorbansinya dan hasilnya diplotkan dalam kurva kalibrasi sehingga didapatkan kadar Ca(II) dalam cangkang bekicot.

Penentuan kadar magnesium dilakukan dengan cara membuat larutan Mg(II) 100 ppm dari 0,0135 g MgCl₂·6H₂O yang dilarutkan dalam 100 mL akuades, kemudian dipipet beberapa mL sehingga didapatkan seri larutan Mg(II) 0,25; 0,50; 0,75; dan 1 ppm. Larutan tersebut masing-masing diukur absorbansinya dengan SSA pada λ 285 nm dan dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi Mg(II) dan absorbansi. Preparasi sampel dilakukan dengan melarutkan 0,1 g sampel CaCl₂ hasil isolasi dari cangkang yang dilarutkan dalam labu ukur 50 mL dengan akuades sampai tanda batas dan diambil 2 mL yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan akuades sampai tanda batas. Larutan tersebut diukur absorbansinya dan hasilnya diplotkan dalam kurva kalibrasi sehingga didapatkan kadar Ca(II) dalam cangkang bekicot.

3.5.4. Penentuan pH optimum larutan gel metasilikat

Variasi pH awal sebelum terbentuk gel yang digunakan adalah 3,00; 3,50; 4,00; 4,50; dan 5,00 mengingat kristal tunggal CaTT tumbuh pada kondisi asam. Gel disiapkan dengan cara menambahkan larutan natrium metasilikat (Na₂SiO₃·9H₂O) 1 M ke larutan asam tartrat 1 M sampai volume campuran 40 mL. Kemudian diaduk dengan pengaduk magnet sehingga diperoleh pH sesuai variasi diatas dengan bantuan pH-meter. Selanjutnya dimasukkan ke dalam tabung gelas yang telah diberi label pH 3; 3,5; 4; 4,5; 5 (triplo). Tabung larutan tersebut ditutup dengan aluminium foil dan disimpan pada suhu ruang selama 10 hari hingga gel terbentuk.

Setelah gel terbentuk, ke dalam serangkaian tabung gelas tersebut ditambahkan supernatan yang dibuat dari 1 g CaCl₂ yang dilarutkan

dalam 20 mL akuades, sedikit demi sedikit melalui dinding tabung. Setelah semua supernatan ditambahkan ke dalam gel, tabung reaksi ditutup dan disimpan pada temperatur ruang.

Proses pemeraman dilakukan selama 2, selanjutnya kristal yang diperoleh diisolasi secara manual dengan cara dilarutkan dalam akuades dan kristal di ambil menggunakan spatula. Kristal yang didapat selanjutnya dibilas dengan akuades dan ditaruh di kertas saring pada gelas arloji, disimpan dalam desikator dan setelah kering kemudian ditimbang.

3.5.5. Penentuan konsentrasi optimum larutan CaCl_2

Prosedur sintesis yang sama (penentuan pH optimum) juga digunakan untuk penentuan konsentrasi optimum supernatan CaCl_2 . Setelah pH optimum dari gel didapatkan, maka selanjutnya dilakukan pembuatan gel pada pH optimum dengan variasi konsentrasi supernatan 0,27; 0,36; 0,45; dan 0,54 M (duplo).

3.5.6. Sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dari limbah cangkang bekicot pada kondisi optimum

Sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dilakukan pada kondisi optimum yaitu pada pH optimum gel metasilikat dan pada konsentrasi CaCl_2 optimum. Penambahan supernatan dilakukan dengan cara mencampurkan larutan CaCl_2 hasil isolasi cangkang bekicot dengan larutan NiCl_2 dengan variasi mol Ca(II):Ni(II) yaitu 1:0; 1:0,05; 1:0,10 dan 1:0,15. Proses sintesis CaTT *doped* Ni(II) dilakukan dengan cara yang sama sesuai prosedur 3.5.3 dan 3.5.4.

Proses pemeraman dilakukan selama 2 dan 3 minggu, selanjutnya kristal yang didapat diisolasi secara manual dengan cara dilarutkan dalam akuades dan kristal di ambil menggunakan spatula. Kristal yang diperoleh selanjutnya dibilas dengan akuades dan ditaruh di kertas saring pada gelas arloji, disimpan dalam desikator dan setelah kering kemudian ditimbang untuk dihitung efisiensinya dan dianalisa lebih lanjut.

3.5.7. Karakterisasi kristal CaTT *doped* Ni(II) hasil sintesis

Karakterisasi kristal hasil sintesis dilakukan secara fisik meliputi bentuk, warna dan derajat kekerasan dan secara kimia dengan metoda spektrofotometri serapan atom, spektrofotometri inframerah, dan difraktometri sinar-X.

Untuk menentukan kalsium maupun logam tambahan, Ni(II), secara kuantitatif, maka dilakukan analisa dengan spektrofotometri serapan atom. 1 g kristal yang diperoleh dilarutkan dalam 0,25 mL HNO₃ dan diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan akuades sampai tanda batas, kemudian diukur adsorbansinya pada λ 232 nm untuk logam Ni(II). Sedangkan untuk logam Ca perlu dilakukan pengenceran, dimana dari 50 mL larutan CaTT *doped* Ni(II) diambil 1 mL untuk diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan akuades sampai tanda batas. Selanjutnya diukur adsorbansinya pada λ 442,5 nm. Hasil data yang diperoleh diplotkan pada kurva hubungan antara konsentrasi logam dan adsorbansi sehingga didapatkan hasil kadar logam kalsium dan nikel dalam kristal hasil sintesis. Sedangkan untuk penentuan rumus molekul dilakukan dengan menghitung rasio mol antara kalsium dan nikel dalam kristal hasil sintesis.

Karakterisasi dengan spektrofotometer inframerah dengan metoda pelet KBr dilakukan pada range 4000 – 500 cm⁻¹, dimana diambil 0,01 g kristal yang dicampur dengan 1 g KBr. Setelah itu padatan campuran dihaluskan dan dipres sehingga ketebalan padatan campuran sekitar 1 cm.

Karakterisasi kristal dengan difraksi sinar-X dilakukan dengan meletakkan kristal dalam wadah target yang diberikan sinar-X.. Kondisi pengukuran mengacu pada mesin yang tersedia, namun secara umum seringkali menggunakan logam target Cu dengan λ = 0,71071 Å.

3.6. Analisa Data

Dari semua data yang diperoleh dalam penelitian ini selanjutnya dianalisa untuk mengetahui sejauh mana keberhasilan pembuatan kristal CaTT dari cangkang bekicot dengan penambahan logam Ni(II) dalam gel metasilikat. Analisa ini dilakukan secara kualitatif dengan metoda analisa deskriptif yaitu pemaparan hasil data yang ada. Selain itu juga dibahas pengaruh penambahan ion Ni(II) terhadap kristal hasil sintesis, serta karakter dari kristal hasil yang diperoleh.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Secara garis besar penelitian ini terbagi atas beberapa tahap sebagai berikut:

1. Preparasi bahan
2. Penentuan kondisi optimum kristal tunggal CaTT dari limbah cangkang bekicot
3. Sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dari limbah cangkang bekicot
4. Karakterisasi kristal hasil sintesis

4.1 Preparasi Bahan

Preparasi ini bertujuan untuk mengubah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) menjadi supernatan CaCl_2 yang akan digunakan dalam sintesis selanjutnya.

4.1.1 Isolasi kalsium dari cangkang bekicot sebagai CaO

Sebelumnya, cangkang dicuci untuk melarutkan senyawa organik yang mudah larut dalam air, dalam hal ini adalah sisa lemak dari daging ataupun lendir tubuh bekicot. Setelah dikeringkan, cangkang kemudian dihancurkan sehingga ukurannya kecil-kecil. Hal ini dilakukan untuk memperbesar luas permukaan sehingga proses kalsinasi berlangsung efektif.

Selanjutnya, isolasi kalsium dari limbah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) dilakukan dengan memanaskan serbuk cangkang bekicot. Pada proses pemanasan terjadi kalsinasi yaitu proses pemanasan terhadap suatu bahan atau senyawa padat di bawah titik lelehnya sehingga bahan atau senyawa padat tersebut terdekomposisi secara termal atau berada dalam fase transisi. Pengotor Mg dan P akan tersublimasi pada suhu di bawah $200\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Hasil kalsinasi didapatkan abu CaO berupa serbuk putih kekuningan seberat 35,85 g dari 70 g cangkang bekicot, dimana kadar CaO yang diperoleh relatif sebesar yaitu 98,71%. Hal ini mengindikasikan bahwa kalsium dalam cangkang bekicot cukup banyak.

4.1.2 Pembuatan larutan supernatan CaCl_2

Pada dasarnya kristal tunggal kalsium tartrat dapat terbentuk dari garam kalsium yang larut seperti kalsium asetat ataupun kalsium klorida, dari 23 g CaO diperoleh CaCl_2 sebesar 36,23 g dengan warna putih. Dimana kadar CaCl_2 yang diperoleh relatif besar yaitu 79,60%.

4.1.3 Penentuan kadar kalsium dan magnesium dari CaCl_2 anhidrat dengan SSA

Penentuan kadar kalsium sebagai Ca(II) dilakukan secara spektrofotometri serapan atom karena metodenya sederhana dan akurasi tinggi hingga beberapa ppm. Penentuan ini dilakukan untuk mengetahui kadar kalsium dalam CaCl_2 hasil isolasi cangkang bekicot yang digunakan dalam sintesis kristal tunggal CaTT doped Ni(II) . Dari hasil analisa SSA, didapatkan kadar Ca(II) yang cukup besar 467,65 ppm dengan kemurnian yaitu 64,75%. Sedangkan untuk Mg(II) , didapatkan kadar sebesar 39,55 ppm. Hal ini ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Data Pengukuran SSA untuk CaCl_2 hasil kalsinasi

No.	Pembanding	Kalsium	Magnesium
1.	Persamaan regresi	$y = 0,0102x$	$y = 0,0176x$
2.	Absorbansi	0,099	0,028
3.	Kadar (ppm)	467,65	39,55
4.	Kadar dalam 0,1 g (mg)	23,3820	1,9775

Kadar Mg dalam CaCl_2 hasil dari cangkang bekicot relatif kecil dibandingkan dengan kadar Ca(II) . Hasil di atas menunjukkan bahwa kandungan dan kemurnian CaCl_2 hasil dari cangkang bekicot cukup tinggi. Dengan demikian, CaCl_2 hasil isolasi dari cangkang bekicot sangat potensial digunakan sebagai bahan dasar supernatan dalam sintesis kristal tunggal CaTT maupun CaTT doped Ni(II) .

4.2. Penentuan Kondisi Optimum Kristal Tunggal $\text{CaTT (CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 4\text{H}_2\text{O)}$ dari Limbah Cangkang Bekicot

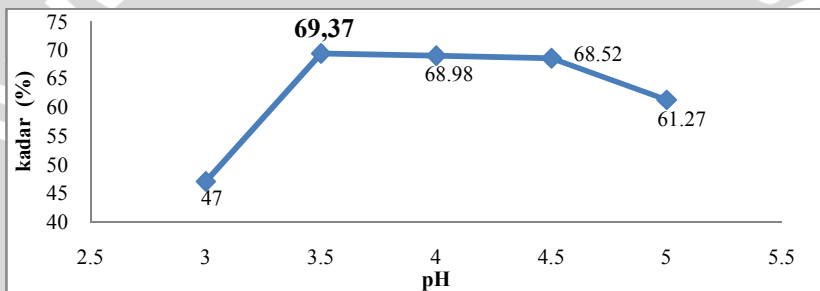
4.2.1. Penentuan pH optimum larutan gel metasilikat

Penentuan pH awal gel optimum dilakukan dengan variasi pH 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; dan 5,0. Meskipun beberapa literatur menyatakan bahwa sintesis kristal tunggal CaTT dapat berlangsung optimum

pada pH awal gel antara 3 sampai 4 hari, namun konsentrasi larutan natrium metasilikat yang digunakan dan bahan campuran dalam gel antara literatur dengan penelitian ini berbeda satu sama lain.

Inti kristal dalam gel baru teramati selama 7 hari, hal ini berbeda dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Prananto (2004) yang memerlukan waktu 3 hari. Hal ini diramalkan karena penelitian sebelumnya menggunakan konsentrasi gel dan supernatan yang lebih besar yaitu 1,72 M.

Penentuan pH optimum ini didasarkan pada jumlah massa kristal tunggal yang terbentuk. Dari hasil penelitian didapatkan massa terbesar pada pH 3,5 yaitu sebanyak 1,05 g dengan efisiensi 69,37%, sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Grafik pengaruh pH awal gel terhadap jumlah kristal yang dihasilkan

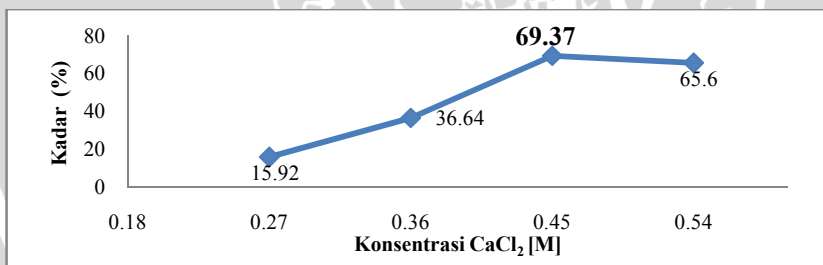
Pada pH 3,0 massa kristal yang dihasilkan hanya sedikit karena gel masih lunak akibat penambahan asam yang berlebih sehingga gugus silikat terprotonisasi sempurna membentuk ion silikonium dan molekul air yang berlebih (persamaan 2.7). Hal ini mengakibatkan interaksi antara ion Ca(II) dengan ion silikonium lebih kuat dibandingkan dengan interaksi antara ion Ca(II) dengan ion tartrat. Selain itu, homogenitas gel juga belum tercapai secara menyeluruh. Kondisi yang demikian tidak cukup mendukung untuk pertumbuhan inti kristal dalam gel. Hal ini juga diindikasikan oleh tidak adanya kristal tunggal yang tumbuh sampai ke bagian bawah gel.

Pada pH 3,5 dimungkinkan asam ditambahkan secara tepat untuk membentuk gugus silanol, dimana laju gugus silanol dengan gugus silanol lain membentuk polimer tidak terlalu cepat sehingga menghasilkan gel yang tidak terlalu keras dan pori yang tidak terlalu rapat. Sedangkan pada pH di atas 3,5 massa kristal tunggal yang

dihasilkan semakin menurun. Hal ini disebabkan karena gugus silanol kurang terbentuk. Dalam hal ini adalah gugus silikonium sesuai persamaan 2.8. yang memberikan efek gaya tarik terhadap Ca(II) yang mengganggu interaksi ion Ca(II) dengan ion tartrat. Laju silanol dengan silikonium lebih cepat daripada polimerisasi antara silanol dengan silanol, sehingga gel yang terbentuk semakin keras dan pori akan makin rapat. Akibatnya laju difusi menjadi terhambat dan banyak inti kristal yang terbentuk pada permukaan gel, yang menyebabkan inti kristal sulit tumbuh menjadi besar. Hal ini juga mendorong banyaknya ion kalsium dan ion tartrat yang membentuk agregat di permukaan gel dan hanya sedikit inti kristal yang masuk ke dalam.

4.2.2. Penentuan konsentrasi optimum supernatan CaCl_2 pada pH optimum gel

Penentuan konsentrasi optimum supernatan dilakukan pada pH awal gel optimum dengan bervariasi konsentrasi CaCl_2 yaitu 0,27; 0,36; 0,45 dan 0,54 M. Penentuan konsentrasi optimum juga didasarkan pada massa dan efisiensi kristal tunggal yang terbentuk. Dari hasil penelitian (Gambar 4.2) didapatkan efisiensi kristal tunggal optimum dihasilkan pada konsentrasi supernatan 0,45 M yaitu sebesar 69,37%.



Gambar 4.2. Grafik pengaruh konsentrasi terhadap efisiensi kristal

Secara umum, semakin tinggi konsentrasi supernatan, laju pembentukan kristal dalam gel semakin besar. Pada konsentrasi di bawah 0,45 M hanya sedikit inti kristal yang dapat tumbuh hingga ke dalam gel karena diperkirakan hanya sedikit jumlah kalsium yang tersedia dari supernatan untuk bereaksi dengan tartrat di dalam gel.

Berbeda dengan konsentrasi supernatan di atas 0,45 M dimana massa kristal tunggal yang dihasilkan menurun karena konsentrasi

supernatan yang digunakan lebih tinggi. Hal ini menyebabkan gradien konsentrasi pada permukaan gel cukup tinggi sehingga banyak kristal terbentuk pada permukaan gel namun berukuran kecil dan cenderung berbentuk agregat. Dengan kata lain, hanya sedikit inti kristal yang tumbuh di dalam gel karena sebagian besar sudah bereaksi di permukaan gel. Pada konsentrasi optimum, diperkirakan laju pembentukan intinya rendah sedangkan laju pertumbuhan kristal di dalam gel tinggi.

4.2.3. Sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dari limbah cangkang bekicot pada kondisi optimum

Sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dilakukan pada pH awal gel 3,5 dan konsentrasi supernatan 0,45 M. Sintesis dilakukan dengan memvariasi rasio mol Ca(II):Ni(II) dalam supernatan yaitu 1:0,05 ; 1:0,10 ; 1:0,15 dengan waktu tumbuh selama 2 dan 3 minggu.

Pada sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II), laju pembentukan kristal lebih cepat dari pada saat sintesis CaTT. Pada sintesis CaTT kristal di dalam gel baru nampak setelah 7 hari, namun untuk CaTT *doped* Ni(II), kristal di dalam gel mulai nampak setelah 3 hari. Hal ini diduga karena supernatan mengandung lebih banyak kation sehingga laju pembentukan inti kristal lebih besar.

Dari beberapa rasio mol Ca(II):Ni(II) dalam supernatan yang dipergunakan, kristal tunggal paling banyak terbentuk pada rasio mol 1:0,05 dan berurutan semakin sedikit pada rasio 1:0,10 dan 1:0,15. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin besar konsentrasi ion Ni(II) yang digunakan maka pertumbuhan kristal tunggal CaTT dalam gel semakin terganggu. Kemungkinan terbentuknya kristal tunggal lain, misalnya NiTT diperkirakan kecil karena pH yang digunakan berada di bawah range pH pertumbuhan kristal tunggal NiTT (4,6-4,7). Selain itu, diperkirakan Ksp CaTT lebih kecil daripada Ksp NiTT, sehingga CaTT lebih cepat mengendap dan Ni(II) cenderung masuk dalam posisi *intertitial site*.

4.3. Karakterisasi Kristal Hasil Sintesis

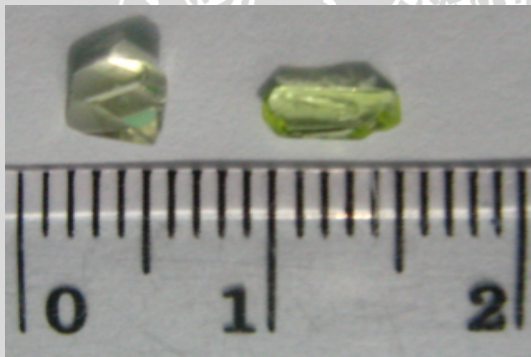
Karakterisasi kristal hasil sintesis meliputi :

1. Sifat fisik antara lain bentuk, warna dan derajat kekerasan.
2. Spektrofotometri Serapan Atom
3. Spektrofotometri Inframerah
4. Difraksi Sinar-X

4.3.1. Sifat fisik kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II)

Dari hasil sintesis, kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) yang dihasilkan secara umum memiliki morfologi yang identik dengan kristal tunggal CaTT, meskipun ada beberapa kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) yang memiliki morfologi berbeda. Hal ini relatif sering terjadi dalam sintesis kristal tunggal dalam gel dan dikenal dengan istilah cacat kristal.

Dari segi warna, kristal dengan panjang 6 mm ini berwarna hijau agak kekuningan seperti pada Gambar 4.3. Perubahan warna ini disebabkan adanya pergeseran *splitting energy* akibat adanya logam Ni dalam kristal CaTT.



Gambar 4.3. CaTT (kanan) dan CaTT *doped* Ni(II) (kiri)

Derajat kekerasan kristal CaTT *doped* Ni(II) belum pernah diuji sebelumnya. Pengujian dilakukan dengan menggosokkan kristal dengan bahan pembanding. Perlakuan ini dilakukan karena hasil kristal yang didapatkan relatif kecil (6 mm). Dengan bahan pembanding talk, gipsum, kalsit dan flourit, kristal mampu menggosok mineral pembanding tersebut. Tetapi kristal dapat mampu menggosok apatit.

Skala	Mineral Penunjuk	Keterangan
1	Talk	} Mampu menggores
2	Gypsum	
3	Kalsit	
4	Fluorit	
5	Apatit	} Tidak menggores

Dari semua hasil kristal yang diuji (konsentrasi dan waktu pertumbuhan yang berbeda), didapatkan hasil yang sama, yaitu kristal hasil sintesis tidak mampu menggores apatit sehingga derajat kekerasan kristal sebesar 4-5. Variasi konsentrasi dan lama pertumbuhan tidak mempengaruhi derajat kekerasan suatu kristal. Sedangkan untuk kristal CaTT hanya mampu menggores mineral perbandingan talk dan gipsium dengan derajat kekerasan hanya 2-3. Hal ini disebabkan adanya kenaikan densitas CaTT *doped* Ni(II) akibat penambahan Ni(II) yang masuk dalam posisi *intertitial site* tersebut, sehingga derajat kekerasan CaTT *doped* Ni(II) lebih tinggi daripada CaTT *undoped*.

4.3.2. Karakterisasi kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dengan metoda spektrofotometri serapan atom (SSA).

Karakterisasi kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dengan SSA bertujuan untuk mengetahui besarnya absorbansi Ca dan Ni(II). Sehingga didapatkan perbandingan mol Ca(II):Ni(II).

Konsentrasi Ni(II) yang ditambahkan ke dalam supernatan berpengaruh terhadap banyaknya kristal tunggal yang dihasilkan, dimana semakin tinggi konsentrasi Ni(II), semakin sedikit kristal yang dihasilkan.

Tabel 4.2. Data rasio mol Ca(II) : Ni(II) dalam kristal hasil sintesis

Rasio mol Ca(II):Ni(II)	m Ni(II) (mg)	m Ca (mg)	Perbandingan mol Ca(II):Ni(II)
1:0,05	31,07	1390,25	0,985:0,015
1:0,10	28,91	1216,75	0,985:0,015
1:0,15	25,91	1127,25	0,985:0,015

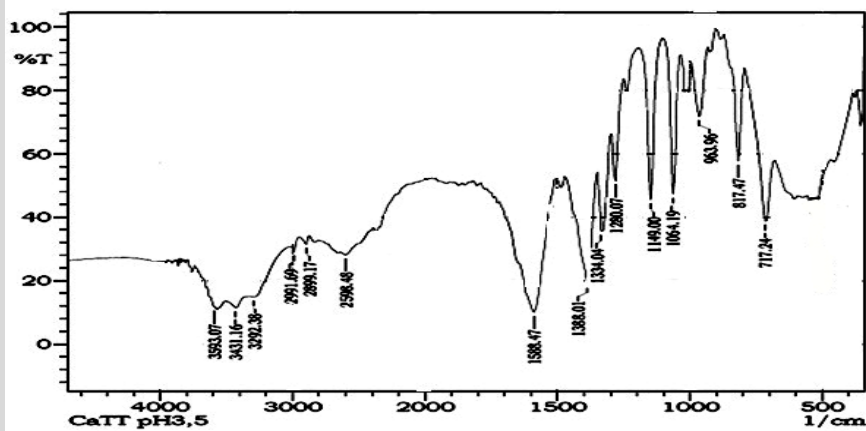
Keterangan: massa Ca(II):Ni(II) perbandingan 1:0,05 sebesar 1,0867 g, 1:0,10 sebesar 0,1735 g dan 1:0,15 sebesar 0,2602 g

Hasil SSA untuk besarnya kadar Ca(II) dan Ni(II) dalam kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) pada beberapa variasi rasio mol

memberikan perbandingan yang relatif sama yaitu sebesar 0,985:0,015 (Tabel 4.2). Dengan kata lain, banyaknya jumlah ion Ni(II) yang dapat masuk ke dalam kristal CaTT hasil sintesis tidak dipengaruhi oleh konsentrasi Ni(II) yang ditambahkan ke dalam supernatan. Karena dalam hal ini, jumlah mol dari Ni(II) yang ditambahkan semakin banyak tidak akan mempengaruhi kesetimbangan dimana Ca(II) bertindak sebagai reagen pembatas.

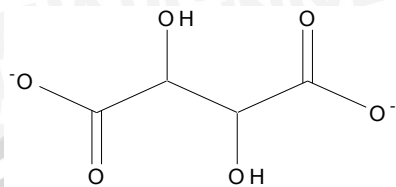
4.3.3 Karakterisasi kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dengan metoda spektrofotometri inframerah.

Karakterisasi kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dengan spektrofotometer inframerah bertujuan untuk mengetahui adanya ion tartrat dan adanya ikatan Ni-O dalam kristal hasil sintesis.



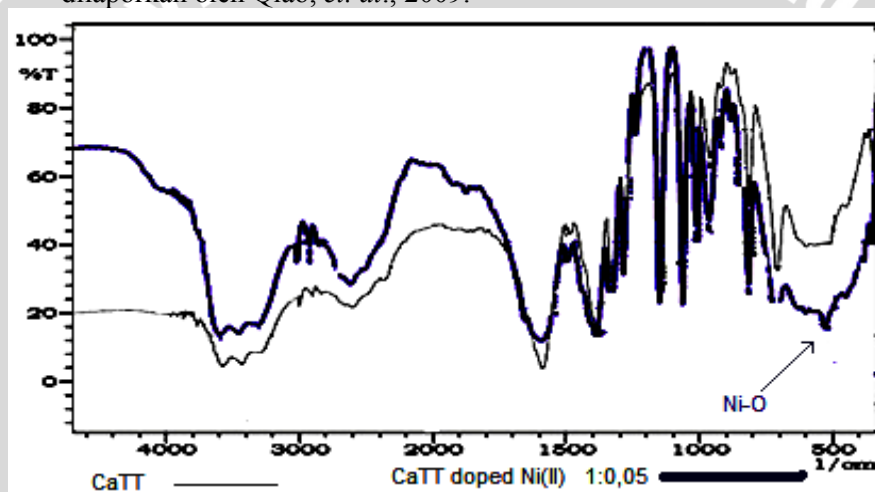
Gambar 4.4. Spektrum kristal CaTT hasil sintesis

Secara sederhana, spektrum CaTT hasil sintesis pada Gambar 4.4 didapatkan serapan pada bilangan gelombang antara 3100–3300 cm^{-1} menunjukkan regangan simetris dan asimetris dari ikatan O–H, yang juga mengindikasikan adanya molekul air dalam kristal. Serapan di sekitar 2900-an cm^{-1} merupakan serapan tajam C–H alkana, kemudian serapan di sekitar 1580-an cm^{-1} menunjukkan serapan tajam gugus karbonil C=O. Sedangkan serapan yang menunjukkan regangan vibrasi C–O ditunjukkan antara 1360–1500 cm^{-1} , dan serapan antara 1000–1350 cm^{-1} menunjukkan deformasi O–H dan regangan C–O. Dengan kata lain, kristal hasil sintesis mengandung ion tartrat (Gambar 4.5).



Gambar 4.5. Ion tartrat

Dari hasil spektra pada Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa dengan adanya ion Ni(II) yang ditambahkan, memberikan perubahan kenaikan intensitas dan terjadi puncak baru pada 630 cm^{-1} yang merupakan kisaran serapan Ni-O *stretching* sebagaimana yang dilaporkan oleh Qiao, *et. at.*, 2009.



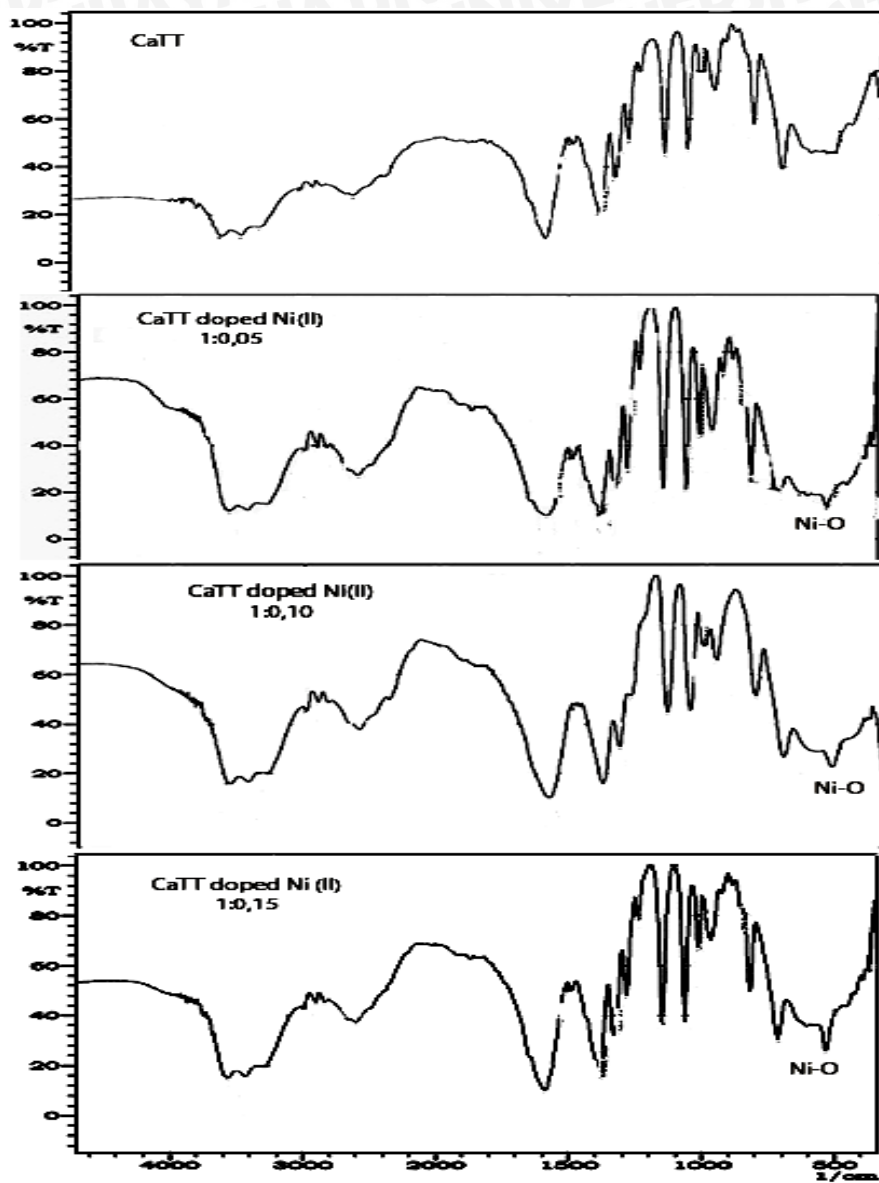
Gambar 4.6. Perbedaan Spektrum FTIR Kristal hasil.

Dari hasil sintesis didapatkan vibrasi rentangan Ni-O *stretching* pada bilangan gelombang $634,54\text{ cm}^{-1}$. Tetapi hasil spektra inframerah antara kristal tunggal hasil sintesis (Gambar 4.4) dengan spektra CaTT pembanding (Shajan dan Mahadevan, 2004) secara umum identik satu sama lain seperti yang dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Vibrasi FTIR dari kristal CaTT dan CaTT *doped* Ni(II)

Kristal CaTT dari Shajan and Mahadevan (2004)	Kristal CaTT hasil sintesis	Kristal CaTT <i>doped</i> Ni(II)	Keterangan
3261	3292,38	3278,76	O-H
2881	2899,17	2896,88	C-H <i>stretch</i>
1588	1588,47	1590,2	C=O <i>stretch</i>
1382	1388,01	1385,76	C-O <i>symmetric</i>
1326	1334,04	1331,76	C-O <i>stretch</i>
1278	1280,07	1282,57	C-H <i>bend</i>
957	963,96	964,34	C-C <i>stretch</i>
813	817,47	816,8	Ca-O
-	-	634,54	Ni-O

Penambahan jumlah mol ion Ni(II) yang semakin besar, akan memberikan perubahan intensitas, dimana semakin besar mol ion Ni(II) dalam supernatan, intensitasnya semakin besar (Tabel 4.4). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.7 untuk besarnya %T dari Ni-O yang semakin tajam tansmitansinya.



Gambar 4.7. Data Spektrum Kristal CaTT dan CaTT *doped* Ni(II) Sintesis (Ketr: sumbu x adalah bilangan gelombang dan sumbu y adalah %T)

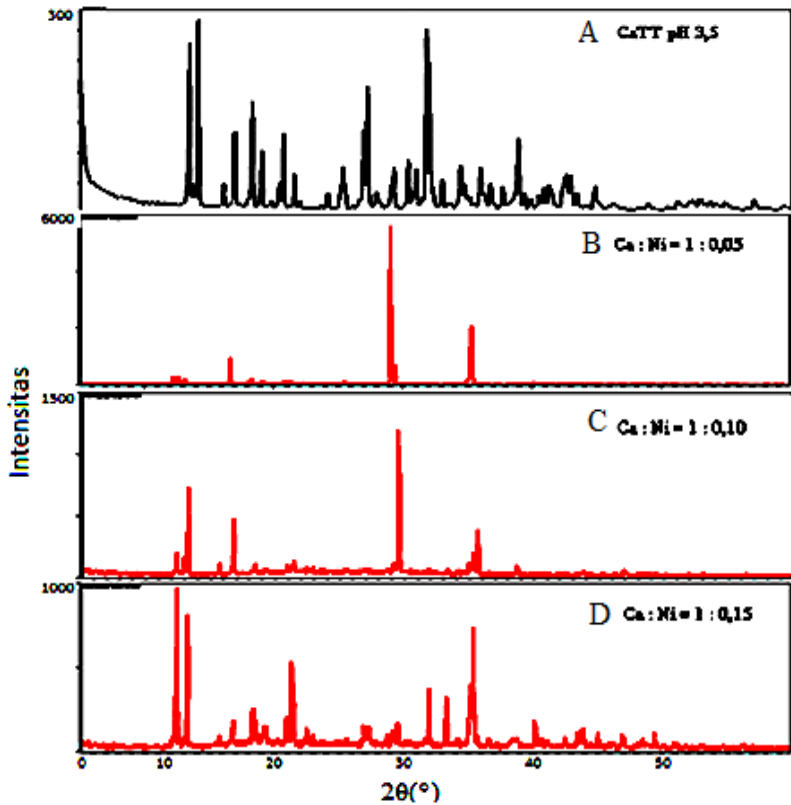
Tabel 4.4. Data Intensitas hasil serapan Ni-O pada CaTT *doped* Ni(II)

Perbandingan jumlah mol Ca(II):Ni(II)	Intensitas Serapan
1:0,05	13,64
1:0,10	22,56
1:0,15	25,89

Data ini menguatkan hasil absorbansi SSA yang memberikan informasi tentang penambahan jumlah mol ion Ni(II) yang berlebih, hanya sedikit ion Ni(II) yang terabsorpsi dalam kristal hasil sintesis (Tabel 4.2) karena besarnya transmitansi (T) berbanding terbalik dengan besarnya yang absorbansi (A) sesuai hukum Lambert-Beer (persamaan 2.11 dan 2.12).

4.3.4. Karakterisasi kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dengan motoda difraksi sinar-X (XRD)

Analisa dengan XRD dilakukan untuk memastikan apakah kristal yang dihasilkan adalah kristal tunggal CaTT dan apakah adanya *doped* Ni(II) mempengaruhi sistem kristal dari kristal hasil sintesis. Hal ini dilakukan dengan membandingkan nilai *d-spacing* antara kristal standar (JCPDS) dengan kristal hasil sintesis. Difraktogram dari kristal CaTT dan CaTT *doped* Ni(II) hasil sintesis menunjukkan puncak–puncak tajam seperti pada Gambar 4.8. Adanya puncak yang tajam dan tinggi membuktikan bahwa kristal yang dihasilkan bukanlah amorf. Dengan kata lain, kristal yang dihasilkan adalah kristal tunggal.



Gambar 4.8. Difraktogram (A) CaTT, (B) CaTT *doped* Ni(II) dengan perbandingan mol Ca(II):Ni(II) = 1:0,05, (C) CaTT *doped* Ni(II) dengan perbandingan mol Ca(II):Ni(II) = 1:0,10, (D) CaTT *doped* Ni(II) dengan perbandingan mol Ca(II):Ni(II) = 1:0,15 (keterangan: sumbu x = 2θ dan sumbu y = intensitas)

Dari hasil difraktogram Gambar 4.8 diambil 5 puncak tertinggi dengan 2θ pada daerah 12, 13, 29 dan 35 yang spesifik dengan 5 puncak tertinggi untuk JCPDS, dimana intensitas dari difraktogram kristal hasil sintesis yang nilainya tidak sama seperti CaTT dengan batas maksimum 300, CaTT *doped* Ni(II) untuk perbandingan mol Ca(II):Ni(II) 1:0,05 sebesar 6000; 1:0,10 sebesar 1500 dan 1:0,15 sebesar 1000, maka dikonversikan dalam persen (%) yang dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Data perbandingan puncak kristal hasil sintesis CaTT dan CaTT *doped* Ni(II)

Perbandingan 2θ ($^{\circ}$) dan I/I _o dari hasil sintesis dan JCPDS									
Data JCPDS CaTT		CaTT hasil sintesis		CaTT <i>doped</i> Ni(II) dengan perbandingan Ca(II):Ni(II)					
				1 : 0,05		1 : 0,10		1 : 0,15	
2θ ($^{\circ}$)	I/I _o	2θ ($^{\circ}$)	I/I _o	2θ ($^{\circ}$)	I/I _o	2θ ($^{\circ}$)	I/I _o	2θ ($^{\circ}$)	I/I _o
12,25	60	12,26	88,3	12,37	57,4	12,37	77,36	12,47	100
13,11	100	13,12	100	13,15	43,9	13,29	61,6	13,29	84,02
29,48	40	29,48	65,9	29,55	100	29,51	100	29,57	76,43
35,12	40	35,12	95,6	35,29	36,29	35,61	52,89	35,39	100
35,32	55	35,32	78,2	35,41	37,18	35,63	39,72	35,41	48,16

Dari hasil Tabel 4.5 dapat dilihat bahwa kristal CaTT sintesis mempunyai harga 2θ yang hampir sama dengan JCPDS. Antara JCPDS dengan CaTT *doped* Ni(II) terdapat pergeseran 2θ yang semakin besar yang disebabkan karena adanya logam Ni(II).

Tabel 4.6. selisih nilai d dari JCPDS dengan kristal hasil sintesis

Selisih antara data JCPDS dengan data kristal hasil sintesis											
Δd_1			Δd_2			Δd_3			Δd_4		
7,13	7,13	0	7,13	7,12	0,01	7,13	7,12	0,01	7,13	7,12	0,01
6,67	6,67	0	6,66	6,67	0,01	6,66	6,66	0	6,66	6,65	0,02
3,04	3,03	0,01	3,03	3,04	0,01	3,03	3,03	0	3,03	3,03	0
2,64	2,64	0	2,64	2,63	0,01	2,64	2,62	0,02	2,64	2,63	0,01
2,60	2,60	0	2,54	2,54	0	2,54	2,54	0	2,54	2,54	0

Keterangan:

Δd_1 adalah selisih antara JCPDS dengan kristal CaTT;

Δd_2 adalah selisih antara JCPDS dengan kristal CaTT *doped* Ni(II) (Ca(II):Ni(II) = 1:0,05);

Δd_3 adalah selisih antara JCPDS dengan kristal CaTT *doped* Ni(II) (Ca(II):Ni(II) = 1:0,10);

Δd_4 adalah selisih antara JCPDS dengan kristal CaTT *doped* Ni(II) (Ca(II):Ni(II) = 1:0,15).

Selain itu, nilai d yang diperoleh dari 2θ untuk kristal CaTT hasil sintesis menunjukkan kemiripan dengan nilai d pada kristal tunggal CaTT standar yang diperoleh dari data JCPDS dimana selisih nilai d yang diperoleh adalah $\pm 0,01$ (Tabel 4.6). Berdasarkan Tabel 4.6,

dapat disimpulkan bahwa kristal hasil sintesis adalah kristal tunggal CaTT yang identik dan memiliki sistem kristal ortorombik.

Adanya Ni(II) dengan jumlah yang relatif sedikit (Ca(II):Ni(II) = 0,985:0,015) di dalam kristal tunggal CaTT tidak mempengaruhi sistem kristalnya. Hal ini dapat dipahami karena ion nikel menempati posisi *interstitial site* sehingga posisi ion-ion lain di dalam kisi kristal tidak mengalami perubahan yang cukup berarti. Namun apabila jumlah ion Ni(II) yang dapat masuk ke dalam kristal relatif banyak, maka untuk mencapai kestabilan CaTT dalam kristalnya, diperkirakan perubahan sistem kristal dapat terjadi.

Sistem kristal hasil sintesis ditentukan dengan membandingkan harga d dari rumus Bragg ($d = \lambda/2\sin\theta$ dimana $\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$) dengan harga d yang diperoleh dari data hkl pada puncak-puncak tertinggi dengan parameter sel standar kristal tunggal CaTT, dimana $a = 9,627 \text{ \AA}$; $b = 10,56 \text{ \AA}$; $c = 9,215 \text{ \AA}$. Hal ini sesuai dengan persamaan 4.2 untuk rumus sistem kristal ortorombik.

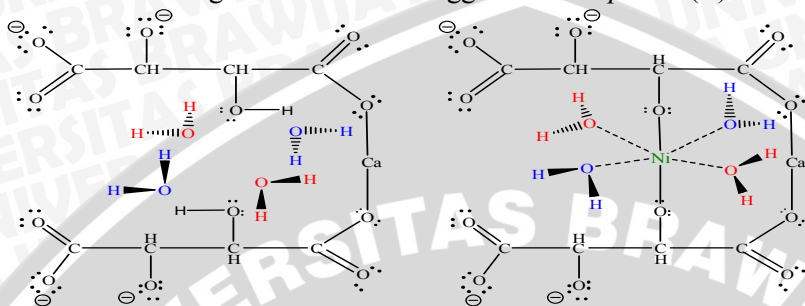
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.1)$$

Nilai parameter sel dari perhitungan pada Lampiran 9 untuk CaTT *doped* Ni(II) sebesar $a = 9,201$, $b = 9,579$ dan $c = 10,614$. Sehingga dapat disimpulkan bahwa ion Ni(II) yang masuk dalam sistem kristal CaTT mempunyai parameter sel yang sama dengan penelitian Torres, dkk.(2002) untuk kristal CaTT *doped* Ni(II).

Sebagai pelengkap, ditentukan pula jumlah hidrat yang ada di dalam kristal hasil sintesis. Dari hasil analisa, didapatkan mol hidrat untuk CaTT *doped* Ni(II) sebesar 3,63 mol (teoritis 4). Hal ini dikarenakan hidrat juga terikat secara kovalen koordinasi dengan ion nikel yang ada di dalam kisi kristal. Adanya ikatan tersebut membuat hidrat menjadi semakin sulit lepas dari kisi kristalnya saat dipanaskan pada 105°C .

Dari perhitungan didapatkan hasil yaitu dengan menggunakan 1 g CaCl_2 hasil preparasi dari limbah cangkang bekicot diperoleh kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) sebanyak 1,235 g dengan rendemen sebesar 79,81%. Hasil ini cukup tinggi sehingga secara umum sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dalam gel metasilikat dari limbah cangkang bekicot berhasil dan layak dikembangkan. Proses

preparasi dan sintesis yang dilakukan juga relatif sederhana dan efektif untuk menghasilkan kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II).



Gambar 4.9. Prediksi Struktur Molekul CaTT (kiri) dan CaTT *doped* Ni(II) (kanan)

Sebagaimana yang telah disebutkan sebelumnya bahwa ion nikel menempati posisi *interstitial site* dalam kisi kristal CaTT. Hal ini dapat diilustrasikan pada Gambar 4.9. Dalam hal ini, nikel terikat oleh empat molekul air dan dua gugus hidroksil dari ion tartrat disekitarnya yang bertindak sebagai basa Lewis (ligan). Oleh karena itu, ion nikel dapat terikat secara kovalen koordinasi dengan keempat ligan-ligan tersebut dan membentuk struktur oktahedral yang relatif stabil. Karena keberadaan ion nikel yang relatif dekat dengan ion Ca(II), maka juga dimungkinkan terjadinya perubahan panjang ikatan dari Ca–O serta beberapa ikatan hidrogen yang ada.

Nikel dapat masuk ke *interstitial site* di dalam kisi kristal CaTT diperkirakan karena beberapa hal. Yang pertama diramalkan karena ukuran ion nikel yang relatif kecil daripada ion kalsium. Hal ini juga mengindikasikan bahwa apabila yang digunakan adalah ion logam dari golongan transisi, maka semakin kecil ukuran ion logam lain yang ditambahkan ke dalam supernatan, semakin besar peluang ion logam tersebut untuk dapat masuk ke dalam kristal tunggal CaTT.

Namun apabila digunakan ion logam dari golongan alkali tanah, yang memiliki ukuran lebih besar daripada ion kalsium, ion logam lain tersebut mampu menggantikan ion kalsium dalam kisi kristalnya. Yang kedua dikarenakan Ni(II) dapat distabilkan oleh 4 molekul H₂O dan 2 gugus hidroksil dari atom O pada molekul tartrat, sehingga mampu memasuki ruangan kosong di *interstitial site*. Dalam hal ini, di tiap inti kristal ion Ni(II) tidak selalu menempati posisi *interstitial site*.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil pembahasan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis kristal tunggal CaTT *doped* Ni(II) dari limbah cangkang bekicot pada kondisi optimum pH 3,5 dan konsentrasi supernatan 0,45 M memiliki kadar kalsium dalam kristal hasil sintesis sebesar 79,81%.
2. Karakterisasi kristal hasil sintesis dengan SSA diperoleh rasio mol Ca(II):Ni(II) sebesar 0,985:0,015, sedangkan dengan FTIR menunjukkan spektra spesifik ion tartrat, vibrasi Ca-O pada $817,47\text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi rentangan Ni-O stretching pada $634,54\text{ cm}^{-1}$. Hasil XRD memberikan parameter sel CaTT *doped* Ni(II) sebesar $a = 9,201$, $b = 9,579$ dan $c = 10,614$.

5.2. Saran

Perlu dilakukan proses pemurnian Ca dalam CaCl_2 hasil isolasi cangkang bekicot dan perlu dilakukan penelitian kembali tentang variasi penambahan jumlah ion Ni(II) untuk mengetahui kondisi optimum komposisi Ni(II) dalam kristal CaTT sampai keadaan setimbang, dimana dengan karakterisasi FTIR didapatkan intensitas serapan Ni-O yang stabil pada variasi penambahan jumlah ion Ni(II).

DAFTAR PUSTAKA

- Brady, J. E., 1994, **Kimia Universitas Asas dan Struktur**, Alih Bahasa : Pudjaatmaka, A. H., dan Achmadi, S., Jilid 1, Edisi Kelima, Erlangga, Jakarta, hal : 23
- Cresswell, D. C. dan Kompang, P., 2005, **Studies on Snail Meal as a Protein Source for Chiekens. 1. Chemical, Metabolizable Energy and Feeding Value for Broiler**, Metabolism and Nutrition 60: 1854-1860
- Darling, P., 1996, **Crystal Identifier**, Quantum Books Ltd, London
- Day, M. C. dan Joel S., 1993, **Crystals Growth**, Bull-Mater Co., New York
- Dean, J. A., 1999, **Lange's Handbook of Chemistry 15th ed.**, Mc Graw-Hill. Inc, New York
- Elliot, S.R., 1998, **The Physics and Chemistry of Solids**, John Willey and Sons Ltd., Chicester,England
- Henisch, H. K., 1988, **Crystal in Gel and Liesegang Rings**, Cambrige, University Press, Australia
- Hieronymus, 2005, **Budidaya Bekicot**, Kanisius, Yogyakarta
- Khopkar, S. M., 1990, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, Alih Bahasa: Saptorahardjo, A., UI-Press, Jakarta
- Khunur, M. M., S. Mutrofin dan Darjito, 2004, **Sintesis dan Karakterisasi Kristal Tunggal Kalsium Tartrat Tetrahidrat dari Nira Tebu**, Jurnal Sain dan Metematika, vol. 12 No. 4, Oktober, FMIPA Universitas Brawijaya, Malang

- Klug, H. P dan L. E. Alexander, 1962, **X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Material** 3rd ed., John Willey and Sons, New York, pp. 319-349
- Milligan, 1979, **McGraw-Hill Concise Encyclopedia of Science and Technology**, 2nd ed., vol.6, McGraw-Hill Publishing Co., New York, pp. 839
- Nuryono dan Narsito, 2005, **Pengaruh Konsentrasi Asam terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dan Natrium Silikat**, Indonesian Journal of Chemistry, 1 : 23 – 30
- Patel, A. R dan A. V. Rao, 1982, **Crystal Growth in Gel Media**, Bull Mater Sci., India
- Prananto, Y. P., M. M. Khunur dan S. Mutrofin, 2007, **Sintesis Kristal Tunggal Kalsium Tartrat Tetrahidrat dari Limbah Kalsium Oksalat Nira Tebu dengan Metode Gel Metasilikat**, No.1, Vol.11, Natural, FMIPA Universitas Brawijaya, Malang
- Qiao, H., Zhiqiang W., Hua Y., Lin Z., dan Xiaoyan Y., 2009, **Preparation and Characterization of NiO Nanoparticles by Anodic Arc Plasma Method**, Journal of Nanomaterials, Volume 2009, Article ID 795928, 5 pages, doi:10.1155/2009/795928, Gansu, China.
- Roskopf, K., S. Muller, O. Schafer, dan S. Lau, 2003, **Verbessertes Verfahren zur Züchtung von Kalzium Tartrat im Gel (Improve Procedure for Breeding of Calcium Tartrat in Gel)**, [http://www. Gks.fr.bw.schule.de/Chemie/Chemie.htm](http://www.Gks.fr.bw.schule.de/Chemie/Chemie.htm), diakses tanggal 4 April 2009
- Rutherford, M. J., 1993, **Inorganic Chemistry**, 4th ed., Springhouse Corp., Pennsylvania
- Sastrohamidjojo, H., 1992, **Dasar-Dasar Spektrokopi**, Liberty, Yogyakarta

Scott, W., 1992, **Chemistry Basic Facts**, Harper Collins Publisher, UK

Satyanarayana, N., K. Hariharan dan S. Radhakrishna, 1983, **Nickel Centers In Strontium Tartrate Tetrahydrate Single Crystals**, Physica 122B, North-Holland Publishing Co., India

Selvasekarapandian, S., Vivekanandan, K., dan Kolandaivel, P., 1999, **Vibrational Studies of Gel Grown Ferroelectric $\text{RbHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ and $\text{SrC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$** , Cryst. Res. Techno., 34. 7, Department of Physics, Bharathiar University, India, pp., 873 – 880.

Shajan, X. S. dan C. Mahadevan, 2004, **On the Growth of Calcium Tartrate Tetrahydrate Single Crystal**, Bull. Mater. Sci., Vol. 27, No.4, pp.327 – 331, Indian Academy of Sciences, New Delhi

Shlyakova, E. V., Yudanov, N. F., Shubin, Y. V., Yudanova, L. I., Bulusheva, L. G., dan Okotrub, A. V., 2009, **Catalytic Synthesis of Carbon Nanotubes Using Ni- and Co-doped Calcium Tartrates**, Carbon, vol 47, p. 1701 – 1707

Sugiharto, E., 1982, **Spektrofotometer Serapan Atom**, UGM-Press, Yogyakarta

Suib, S. L., 1985, **Crystal Growth in Gel**, J. C. Ed, vol. 62, No.1, pp. 81-82

Sukardjo, 1989, **Kimia Fisika**, Bina Aksara, Jakarta

Sukri, S., 1999, **Kimia Dasar 2**, ITB-Press, Bandung

- Suthar, S. R. dan M. J. Joshi, 2006, **Growth and Characterization of Mn^{2+} doped Calcium L-Tartrate Crystals**, Cryst. Res. Techno., 41. No.7. Departement of Physics, Saurashtra University, India, pp., 664 – 670
- Torres, M. E., T. Lopez, J. Peraza, J. Stockel, C. Gonzalez-Silgo, C. Ruiz-Perez dan Lorenzo-Luis, P. A. J., 1998, **Electrical Conductivity of Doped and Undoped Calcium Tartrate**, Appl. Phys., 84, p. 5729
- Torres, M. E., T. Lopez, J. Stockel, X. Solans, M. Garcia-Valles, E. Rodriguez-Castellon dan C. Gonzalez-Silgo, 2002, **Structural Characterization of Doped Calcium Tartrate Tetrahydrate**, J. Solid State Chem., 491, p. 163
- Verawati, H. Nanik, Oktavia, E., dan Indrayani. 2006, **Optimalisasi Nilai Guna Daging dan Cangkang Bekicot (*Achatina Spp*) Sebagai Sumber Protein Dan Kalsium**, ITS, Surabaya *dalam* Bastian, A., 2008, **Inventarisasi Jenis Gastropoda di Teluk Meru, Taman Nasional Meru Betiri, Banyuwangi**, Skripsi, Pendidikan Biologi, FKIP, Universitas Muhammadiyah, Malang .
- Vogel, 1979, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Bagian 1**, penerjemah Pudjaatmaka, edisi kelima, PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta, hal. 72-91, 300
- Wallwork, S. C. dan G. J. W. Grant, 1977, **Physical Chemistry for Students Pharmacy** 3rd ed., Longman Group Ltd., New York, pp. 251
- Weller, M. T., 2005, **Inorganic Materials Chemistry**, Oxford University Press, New York
- West, A. R., 1984, **Solid State Chemistry and Its Application**, John Wiley and Sons, New York, pp. 18-19, 163

Williard, H. H., L. L. Merrit, J. A. Dean dan F. A. Settle, 1988,
Instrumental Methods of Analysis, 7th ed., Wadsworth
Inc., New York, pp. 230-233

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Konsentrasi Larutan

1.1. 500mL HCl 1,5M

Massa jenis HCl : 1,19 g/mL

Kadar HCl : 37% (b/v)

Mr HCl : 36,46 g/mol

Dalam 100 mL larutan mengandung HCl terlarut sebanyak 37 g

Dalam 100 mL larutan mengandung HCl terlarut

$$= \frac{37 \text{ g}}{36,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

$$= \frac{37}{36,5} \text{ mol}$$

Dalam 1000 mL larutan mengandung HCl terlarut

$$= \frac{370}{36,5} \text{ mol} = 10,14 \text{ mol}$$

[HCl] = n HCl x V HCl

$$= 10,14 \text{ mol} \times 1 \text{ L}$$

$$= 10,14 \text{ M}$$

Maka untuk membuat 1,5M HCl, volume yang diperlukan untuk mengencerkan 10,14M HCl adalah

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10,14 \text{ M} \times V_1 = 1,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = 73,96 \text{ mL}$$

1.2. 250mL Na₂SiO₃ 1 M

Kadar Na₂SiO₃ : 95% (b/b)

Mr Na₂SiO₃ : 122,67 g/mol

$$n = \frac{m}{Mr} \text{ Dimana : } M = \frac{n}{V}$$

$$n = M \times V$$

$$= 1 \text{ mol/L} \times 250 \text{ mL}$$

$$= 250 \text{ mmol}$$

$$\begin{aligned}
 m\text{Na}_2\text{SiO}_3 &= n \times \text{Mr Na}_2\text{SiO}_3 \times 100/95 \\
 &= 250 \text{ mmol} \times 122,67 \text{ mg/mmol} \times 1,05 \\
 &= 32281,58 \text{ mg} \\
 &= 32,28 \text{ g}
 \end{aligned}$$

1.3. 100mL C₄H₆O₆ 1 M

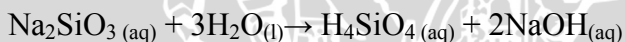
$$n = \frac{m}{\text{Mr}} \quad \text{Dimana :} \quad M = \frac{n}{V}$$

$$\begin{aligned}
 n &= M \times V \\
 &= 1 \text{ mol/L} \times 500 \text{ mL} \\
 &= 500 \text{ mmol}
 \end{aligned}$$

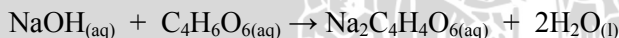
$$\begin{aligned}
 \text{Massa C}_4\text{H}_6\text{O}_6 &= n \times \text{Mr C}_4\text{H}_6\text{O}_6 \\
 &= 500 \text{ mmol} \times 150 \text{ mg/mmol} \\
 &= 75000 \text{ mg} \\
 &= 75 \text{ g}
 \end{aligned}$$

1.4. Perhitungan pH Gel Metasilikat Secara Teoritis

$$\begin{aligned}
 \text{mmol C}_4\text{H}_6\text{O}_6 &= 80 \text{ mL} \times 1 \text{ mol/L} \\
 &= 80 \text{ mmol}
 \end{aligned}$$



$$\begin{aligned}
 \text{mmol Na}_2\text{SiO}_4 &= a \times 1 \text{ M} = a \text{ mmol} \\
 \text{mmol NaOH} &= 2 \times a = 2a \text{ mmol}
 \end{aligned}$$



mula:	2a mmol	80 mmol	-	-
reaks:	2a mmol	2a mmol	2a mmol	2a mmol
sisa :	-	(80 - 2a) mmol	2a mmol	2a mmol

dengan menggunakan persamaan pH sistem penyangga (asam) :

$$\text{pH} = \text{pKa} - \text{Log} \frac{[\text{HA}]}{[\text{A}^-]}$$

dimana :

$$\text{Ka} = 1,06 \times 10^{-3}$$

$$\text{pKa} = 2,98$$

$$[\text{HA}] = [\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6] \text{ setimbang} = (80 - 2a) \text{ mmol}$$

$$[\text{A}^-] = [\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}] \text{ setimbang} = 2a \text{ mmol}$$

Sehingga :

✓ **Untuk pH = 3**

$$3 = 2,98 - \text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}}$$

$$\text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = -0,017$$

$$\frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = 0,96$$

$$(80 - 2a) \text{ mmol} = 0,96 (2a \text{ mmol})$$

$$80 = 3,92a$$

$$a = 20,39$$

Jadi untuk membuat gel metasilikat dengan pH = 3 dibutuhkan Na_2SiO_3 1 M sebanyak 20,39 mL.

✓ **Untuk pH = 3,5**

$$3,5 = 2,98 - \text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}}$$

$$\text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = -0,517$$

$$\frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = 0,30$$

$$(80 - 2a) \text{ mmol} = 0,30 (2a \text{ mmol})$$

$$80 = 2,61a$$

$$a = 30,67$$

Jadi untuk membuat gel metasilikat dengan pH = 3,5 dibutuhkan Na_2SiO_3 1 M sebanyak 30,67 mL.

✓ **Untuk pH = 4**

$$4 = 2,98 - \text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}}$$

$$\text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = -1,017$$

$$\frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = 0,09$$

$$(80 - 2a) \text{ mmol} = 0,09 (2a \text{ mmol})$$

$$80 = 2,19a$$

$$a = 36,49$$

Jadi untuk membuat gel metasilikat dengan pH = 4 dibutuhkan Na_2SiO_3 1 M sebanyak 36,49 mL.

✓ **Untuk pH = 4,5**

$$4,5 = 2,98 - \text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}}$$

$$\text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = -1,517$$

$$\frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = 0,03$$

$$(80 - 2a) \text{ mmol} = 0,03 (2a \text{ mmol})$$

$$80 = 2,0608 a$$

$$a = 38,82$$

Jadi untuk membuat gel metasilikat dengan pH = 4,5 dibutuhkan Na_2SiO_3 1 M sebanyak 38,82 mL.

✓ **Untuk pH = 5**

$$5 = 2,98 - \text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}}$$

$$\text{Log} \frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = -2,017$$

$$\frac{(80 - 2a) \text{ mmol}}{2a \text{ mmol}} = 0,01$$

$$(80 - 2a) \text{ mmol} = 0,01 (2a \text{ mmol})$$

$$80 = 2,02 a$$

$$a = 39,62$$

Jadi untuk membuat gel metasilikat dengan pH = 5 dibutuhkan Na_2SiO_3 1 M sebanyak 39,62 mL.

Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan Ca(II) dan Mg(II)

2.1. Pembuatan Larutan Ca(II)

2.1.1. Pembuatan 100 mL larutan Ca(II) 100 ppm

Berat $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang harus dilarutkan dalam 100 mL akuades

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Mr } \text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Ca}} \times M_{\text{Ca(II)}} \times V_{\text{larutan}} \times \frac{1\text{L}}{1000 \text{ mL}} \\ &= \frac{142,02 \text{ g/mol}}{40,08 \text{ g/mol}} \times 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \times \frac{1\text{L}}{1000 \text{ mL}} \\ &= 36,682 \text{ mg} = 0,0367 \text{ g} \end{aligned}$$

2.1.2. Pembuatan 50 mL larutan Ca(II) 10 ppm

Volume Ca^{2+} 100 ppm yang harus dipipet

$$= \frac{10 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}} \times 50 \text{ mL} = 5,0 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama seperti perlakuan di atas, didapatkan volume pengenceran sebagai berikut:

Tabel L 1. Data hasil pengenceran larutan Ca(II)

No.	Konsentrasi (ppm)	Volume yang diambil (mL)
1.	10	5
2.	7,5	3,75
3.	5	2,5
4.	2,5	1,25

2.2. Pembuatan larutan Mg(II)

2.2.1. Pembuatan 250 mL larutan Mg(II) 10 ppm

Berat $\text{MgCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang harus dilarutkan hingga 250 mL akuades

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Mr } \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Mg}} \times M_{\text{Mg(II)}} \times V_{\text{larutan}} \times \frac{1\text{L}}{1000 \text{ mL}} \\ &= \frac{131,25 \text{ g/mol}}{24,31 \text{ g/mol}} \times 10 \text{ mg/L} \times 250 \text{ mL} \times \frac{1\text{L}}{1000 \text{ mL}} \\ &= 13,5 \text{ mg} = 0,0135 \text{ g} \end{aligned}$$

2.2.2. Pembuatan 50 mL larutan Mg(II) 1 ppm

Volume Mg(II) 10 ppm yang harus dipipet

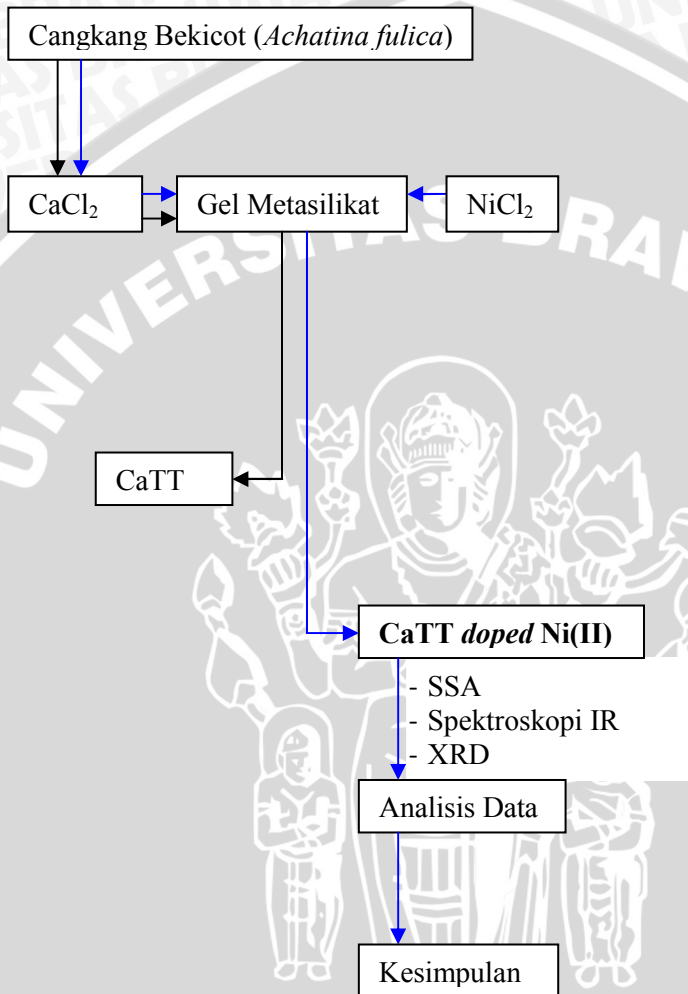
$$= \frac{1 \text{ ppm}}{10 \text{ ppm}} \times 50 \text{ mL} = 5,0 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama seperti perlakuan di atas, didapatkan volume pengenceran sebagai berikut:

Tabel L 2. Data hasil pengenceran larutan Mg(II)

No.	Konsentrasi (ppm)	Volume yang diambil (mL)
1.	1	5
2.	0,75	3,75
3.	0,5	2,5
4.	0,25	1,25

Lampiran 3. Diagram Alir Tahapan Penelitian



Ketr : garis panah hitam = pembuatan CaTT
garis panah biru = pembuatan CaTT doped Ni(II)

Lampiran 4. Penentuan Konsentrasi Ca(II) dan Mg(II) dalam Cangang Bekicot (*Achatina fulica*)

4.1. Konsentrasi Ca(II)

Tabel L 3. Data absorbansi larutan standar Ca(II)

Konsentrasi Ca ²⁺ (ppm)	Absorbansi
0	0
2,5	0,0214
5	0,0475
7,5	0,0791
10	0,1020
sampel cangang bekicot	0,0954

$$A = 0,010 [\text{Ca(II)}]$$

$$R^2 = 0,9948$$

Kadar Ca(II) dalam sampel cangang bekicot :

$$= \frac{0,0954}{0,0102} \times \frac{50 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} = 467,65 \text{ ppm}$$

Jadi massa Ca adalah 467,65 ppm = 467,65 mg/L , sehingga dalam massa Ca dalam 50 mL sebesar

$$= \frac{467,65 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL}$$

$$= 23,382 \text{ mg}$$

Maka kadar Ca(II) dari CaCl₂ hasil sintesis sebesar

$$= \frac{23,382 \text{ mg}}{100 \text{ mg}} \times 100\% = 23,382\%$$

4.2. Konsentrasi Mg(II)

Tabel L 4. Data absorbansi larutan standar Mg(II)

Konsentrasi Mg ²⁺ (ppm)	Absorbansi
0,25	0,0569
0,5	0,0880
0,75	0,1346
1,0	0,1721
sampel cangang bekicot	0,0280

$$A = 0,0176 [\text{Mg(II)}]$$

$$R^2 = 0,989$$

Kadar Mg(II) dalam sampel cangkang bekicot:

$$= \frac{0,0280}{0,0177} \times \frac{50}{2} = 39,55 \text{ ppm}$$

Jadi massa Mg adalah 39,55 ppm = 39,55 mg/L , sehingga massa Mg dalam 50 mL sebesar

$$= \frac{39,55 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL}$$

$$= 1,9775 \text{ mg}$$

Maka kadar Mg(II) dalam CaCO_3 hasil sintesis sebesar

$$= \frac{1,9775 \text{ mg}}{100 \text{ mg}} \times 100\% = 1,9775\%$$

4.3. Perhitungan CaO dari CaCO_3

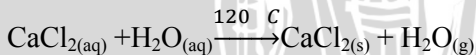


- Massa cangkang bekicot (CaCO_3) = 70 g
 $\text{mol CaCO}_3 = \frac{70 \text{ g}}{108,09 \text{ g/mol}} = 0,6476 \text{ mol}$
 $\text{mol CaO} \approx \text{mol CaCO}_3 = 0,6476 \text{ mol}$
massa CaO teoritis = $0,6476 \text{ mol} \times 56,08 \text{ g/mol} = 36,3174 \text{ g}$
- Massa CaO hasil kalsinasi = 35,85 g, sehingga efisiensi hasil yang diperoleh sebesar

$$\% \text{ hasil} = \frac{\text{massa hasil}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{35,85}{36,3174} \times 100\% = 98,71\%$$

4.4. Perhitungan CaCl_2 dari CaO



- Massa CaO yang digunakan sebesar 23 g, maka :

$$\text{mol CaO} = \frac{23 \text{ g}}{56,08 \text{ g/mol}} = 0,4101 \text{ mol}$$

$$\text{mol CaCl}_2 = 0,4101 \text{ mol}$$

- massa CaCl_2 adalah

$$m = M_r \text{ CaCl}_2 \times \text{mol CaCl}_2$$

$$= 111 \text{ g/mol} \times 0,4101 \text{ mol}$$

$$= 45,516 \text{ g}$$

Massa CaCl_2 dari hasil sintesis sebesar 36,23 g, sehingga efisiensi CaCl_2

$$\% \text{ hasil} = \frac{\text{massa hasil}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{36,23 \text{ g}}{45,416 \text{ g}} \times 100\% = 79,60\%$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



- Untuk $[\text{CaCl}_2] = 0,27 \text{ M}$, maka

$$\text{mol CaCl}_2 = \frac{0,6 \text{ g}}{40,08 \text{ g/mol}} \times \frac{23,382 \%}{100\%} = 0,0047 \text{ mol}$$

$$\text{massa CaTT sebesar } 0,035 \text{ mol} \times 260 \text{ g/mol} = 0,9108 \text{ g}$$

$$\text{efisiensi kristal hasil} = \frac{0,1450 \text{ g}}{0,9108 \text{ g}} \times 100\% = 15,92\%$$

- Dengan cara yang sama, maka untuk $[\text{CaCl}_2] = 0,36 \text{ M}$ dan $0,54 \text{ M}$ dapat dihitung. Dapat dilihat pada Lampiran 6.2.



Lampiran 6. Data Kristal Hasil Sintesis

6.1. Penentuan pH Metasilikat Optimum

Tabel L 5. Hasil massa kristal CaTT *undoped* dari variasi pH gel

pH	Massa Kristal (mg)				Efisiensi (%)
	1	2	3	rerata	
3	660	810	670	713,4	47,00
3,5	1130	1080	950	1053,4	69,37*
4	1240	980	920	1046,7	68,96
4,5	1060	1050	1010	1040,0	68,52
5	990	930	870	930,0	61,27

Ket: massa Kristal teoritis= 1,51795 g pada 1 g CaCl_2 hasil isolasi dengan kemurnian 23,382%

6.2. Penentuan Konsentrasi CaCl_2 Optimum Pada pH Optimum

Tabel L 6. Hasil massa kristal CaTT dari variasi konsentrasi supernatan CaCl_2

Konsentrasi CaCl_2	Massa Kristal (g)			Efisiensi (%)
	1	2	rerata	
0,27 M	0,12	0,17	0,145	15,92
0,36 M	0,52	0,37	0,445	36,64
0,45 M	1,13	1,08	1,105	69,37*
0,54 M	1,17	1,22	1,195	65,60

Ket: pH larutan gel = 3,5 pada CaCl_2 hasil isolasi dengan kemurnian 23,382%

6.3. Hasil Sintesis Kristal Tunggal CaTT *doped* Nikel(II)

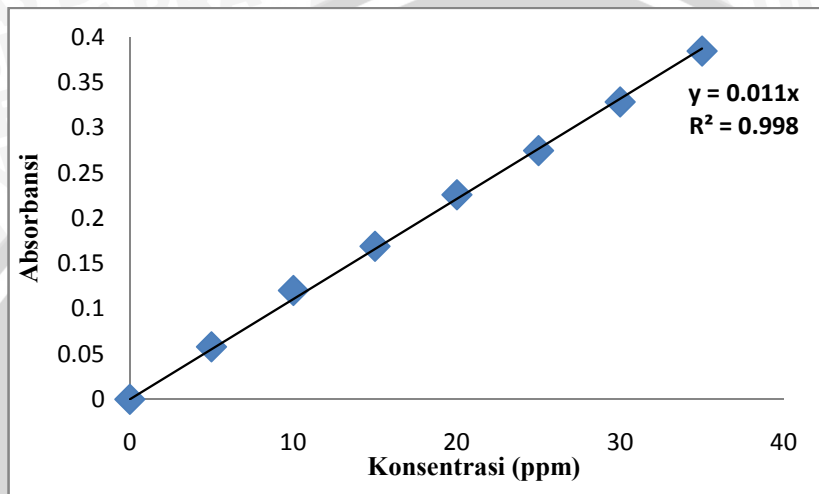
Tabel L 7. Hasil massa kristal CaTT *doped* Ni(II) yang bervariasi

Rasio mol Ca(II) : Ni(II)	Massa kristal (g)			Efisiensi (%)
	Minggu ke-2	Minggu ke-3	rerata	
1:0,05	1,23	1,24	1,235	79,81
1:0,10	0,35	0,44	0,39	25,20
1:0,15	0,22	0,30	0,26	16,80

Ket : dilakukan dalam 1 g CaCl_2 dengan kadar 64,75% dan mol hidrat CaTT *doped* Ni(II) sebesar 3,63 mol.

Lampiran 7. Karakterisasi dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

7.1. Hasil SSA untuk Nikel(II)



Gambar L 1. Kurva Kalibrasi Nikel(II)

Tabel L 8. Data standar Ni(II)

data	Konsentrasi (ppm)	absorbansi
1	0	0,0000
2	5	0,0579
3	10	0,1204
4	15	0,1690
5	20	0,2261
6	25	0,2747
7	30	0,3284
8	35	0,3846

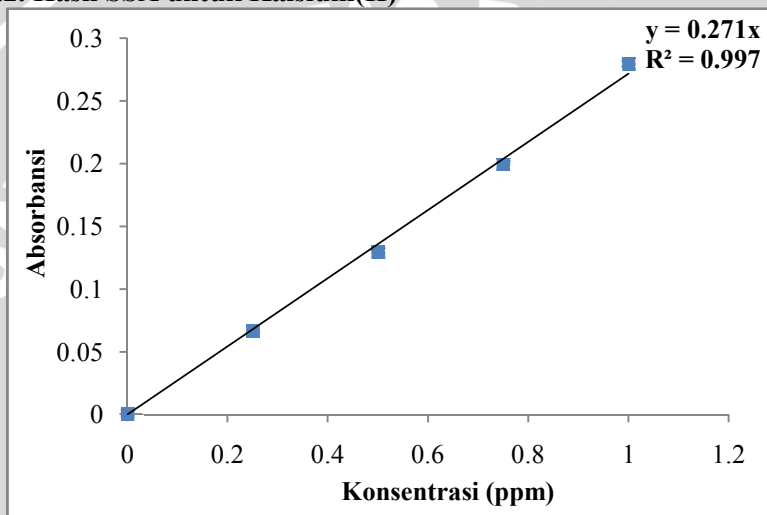
$$A = 0,011[\text{Ni(II)}] + 0$$

$$r = 0,998$$

Tabel L 9. Data hasil absorbansi ion Ni(II) dalam kristal dan supernatan

Rasio Mol Ca:Ni(II)	absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1 : 0,05	0,03418	31,07
1 : 0,10	0,03277	28,91
1 : 0,15	0,02939	25,91

7.2. Hasil SSA untuk Kalsium(II)



Gambar L 2. Kurva kalibrasi Ca

Tabel L 10. Data absorbansi larutan standart Ca

Konsentrasi (ppm)	absorbansi
0	0
0,25	0,066
0,5	0,129
0,75	0,199
1	0,279

$$y = 0.271[\text{Ca(II)}]$$

$$R^2 = 0.997$$

Tabel L 11. Data absorbansi ion Ca(II) dalam kristal dan supernatan

Rasio Mol Ca(II):Ni(II)	absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1 : 0,05	0,1835	55,61
1 : 0,10	0,1606	48,67
1 : 0,15	0,1488	45,09

7.3. Perhitungan Rasio Mol

Perhitungan rasio mol berdasarkan pada perbandingan mol yang didapatkan dari perbandingan konsentrasi dalam ppm (mg/L) dengan massa atom relatif (mg/mmol), dimana volume sama (1 L) serta pengenceran untuk ion Ca(II) diambil 2 mL dalam 50 mL, sehingga preparasi sebagai berikut ini:

Untuk massa Ca untuk penambahan mol Ni(II) sebesar 0,05 mol

$$= \frac{[Ca]}{V} \times \text{Faktor pengenceran}$$

$$= \frac{55,61 \text{ mg/L}}{1 \text{ L}} \times \frac{50 \text{ mL}}{2 \text{ mL}} = 1390,25 \text{ mg}$$

Hal ini juga untuk penambahan mol Ni(II) sebesar 0,10 dan 0,15 mol

Untuk massa Ni(II) penambahan 0,05 mol sebagai berikut :

$$= \frac{[Ni^{2+}]}{V} \times \text{Faktor pengenceran}$$

$$= \frac{31,07 \text{ mg/L}}{1 \text{ L}} \times \frac{1 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} = 31,07 \text{ mg}$$

Hal ini juga untuk penambahan mol Ni(II) sebesar 0,10 dan 0,15 mol

Sehingga, didapatkan rasio mol sebagai berikut :

mol Ca(II): mol Ni(II)

$$\frac{m \text{ Ca}}{Ar \text{ Ca}} : \frac{m \text{ Ni(II)}}{Ar \text{ Ni(II)}}$$

Untuk kristal dengan perbandingan Ca(II) : Ni(II)sebesar 1 : 0,05

$$\frac{1390,25 \text{ mg}}{40,08 \text{ mg/mmol}} : \frac{31,07 \text{ mg}}{58,71 \text{ mg/mmol}}$$

$$34,69 \text{ mmol} : 0,53 \text{ mmol}$$

$$0,985 : 0,015$$

Untuk kristal dengan perbandingan Ca(II) : Ni(II)sebesar 1 : 0,10

$$\frac{1216,75 \text{ mg}}{40,08 \text{ mg/mmol}} : \frac{28,91 \text{ mg}}{58,71 \text{ mg/mmol}}$$

$$30,36 \text{ mmol} : 0,49 \text{ mmol}$$

$$0,985 : 0,015$$

Untuk kristal dengan perbandingan Ca(II) : Ni(II) sebesar 1 : 0,15

$$\frac{1127,25 \text{ mg}}{40,08 \text{ mg/mmol}} : \frac{25,91 \text{ mg}}{58,71 \text{ mg/mmol}}$$

$$28,13 \text{ mmol} : 0,44 \text{ mmol}$$

$$0,985 : 0,015$$

Dari hasil perbandingan mol untuk semua variasi konsentrasi, didapatkan Ca(II):Ni(II) sebesar 0,985:0,015

Perhitungan mol hidrat CaTT *doped* Ni(II)

Sebelum pemanasan

Massa krus kosong = 138,58 g Massa krus+sampel= 138,76 g

Massa sampel = 0,18 g

Sesudah pemanasan I

Massa krus+sampel = 138,72 g

Massa air hilang = 0,04 g

Sesudah pemanasan II

Massa krus+sampel= 138,696 g

Massa air hilang = 0,04 g

Efisiensi massa hilang

$$= \frac{\text{massa total air hilang}}{\text{massa total sampel}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,07}{0,18} \times 100\%$$

$$= 38,84\%$$

Massa hidrat = (massa krus + sample) – massa krus kosong
 = (138,76-138,58)g
 = 0,18 g

Massa konstan = $\frac{\text{massa pemanasan I} + \text{massa pemanasan II}}{2}$
 = $\frac{(138,72+1138,69) \text{ g}}{2}$
 = 138,71 g

Massa anhidrat ($\text{Ca}_{0,985}\text{Ni}_{0,015}\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) = massa konstan – massa krus
 = (138,71– 138,59) g
 = 0,12 g

Massa air (H₂O) = massa hidrat – massa anhidrat
 = (0,18 – 0,12) g
 = 0,06 g

$$\begin{aligned}
 \text{Mol anhidrat} &= \frac{\text{massa anhidrat}}{\text{Mr CaCl}_2} \\
 &= \frac{0,12 \text{ g}}{153,08 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,0008 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

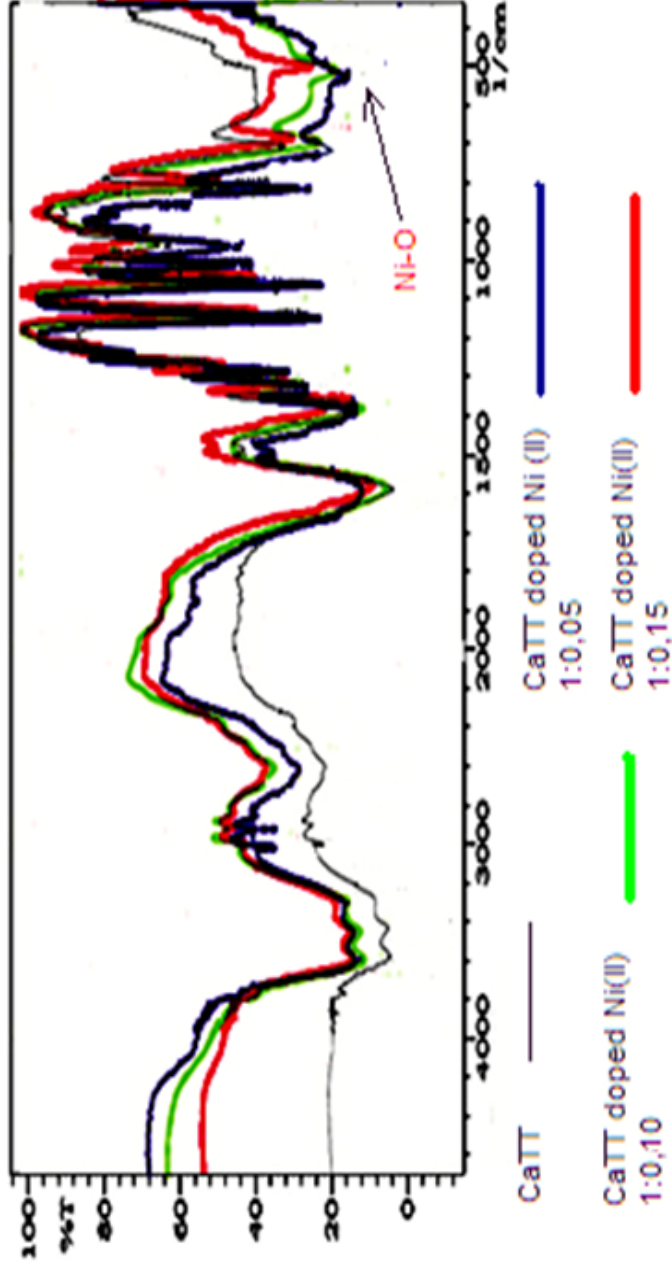
$$\text{Mol air (H}_2\text{O)} = \frac{\text{massa air}}{\text{Mr H}_2\text{O}} = \frac{0,05 \text{ g}}{18 \text{ g/mol}} = 0,0029 \text{ mol}$$

$$\text{Mol anhidrat : Mol air} = 0,0008 : 0,0029 = 1 : 3,63$$

Jadi mol hidrat sebesar 3,63 mol



Lampiran 8. Spektra FT-IR Kristal Hasil Sintesis



Gambar L.3 Perbedaan spektrum CaTT (pH=3,5) dengan CaTT *doped* Ni(II) hasil isolasi

Tabel L.12. Hasil Spektrum CaTT Pembanding (Shajan and Mahadevan, 2004)

Peak	Gugus spesifik
3261	O-H
2881	C-H <i>stretch</i>
1588	C=O <i>stretch</i>
1382	C-O <i>symmetric</i>
1326	C-O <i>stretch</i>
1278	C-H <i>bend</i>
957	C-C <i>stretch</i>
813	Ca-O

Tabel L.13. Hasil Data Spektrum CaTT Hasil Sintesis

No.	Peak	Intensitas	12	1280,07	79,88
1	455,1	57,32	13	1334,04	35,51
2	532,2	33,26	14	1388,01	49,28
3	570,75	46,24	15	1488,24	18,9
4	609,3	45,81	16	1588,47	34,55
5	717,24	38,79	17	2367,18	10
6	817,47	57,65	18	2598,48	28,08
7	963,96	71,65	19	2899,17	31,41
8	1010,22	71,64	20	2991,69	29,08
9	1064,19	47,29	21	3292,38	14,89
10	1149	45,46	22	3431,16	11,47
11	1241,52	51,41	23	3593,07	11,63

Tabel L.14. Hasil Data Spektrum CaTT *doped* Ni(II) 1:0,05

No.	Peak	Intensitas	14	1282,57	69,07
1	456,13	23,1	15	1331,76	18,19
2	533,28	13,63	16	1385,76	34,03
3	606,57	18,37	17	1489,91	11,62
4	634,54	19,96	18	1590,2	41,93
5	713,61	15,95	19	2345,28	10,05
6	816,8	76,6	20	2488,97	31,49
7	884,3	27,14	21	2596,01	27,15
8	921,91	71,5	22	2827,45	38,9
9	964,34	46,4	23	2896,88	38,84
10	1011,59	44,71	24	2988,49	33,89
11	1061,74	20,9	25	3278,76	14,71
12	1148,53	21,45	26	3422,45	12,19
13	1237,25	30	27	3567,1	11,63

Ket : vibrasi Ni-O pada daerah bilangan gelombang 630 cm^{-1} (Qiao, 2009)

Tabel L.15. Hasil Data Spektrum CaTT *doped* Ni(II) 1:0,10

No.	Peak	Intensitas	12	1326,93	30,82
1	460,96	34,24	13	1388,65	16
2	531,35	22,56	14	1586,34	64,06
3	589,21	28,9	15	1876,61	10
4	631,67	29,16	16	2379,03	49,92
5	713,61	26,62	17	2597,94	37,81
6	816,8	51,34	18	2654,83	39,28
7	965,31	65,64	19	2906,53	48,92
8	1011,59	71,53	20	2995,25	45,12
9	1062,7	45,56	21	3282,62	20,29
10	1146,6	44,72	22	3434,98	16,63
11	1282,57	51,53	23	3597,96	17,31

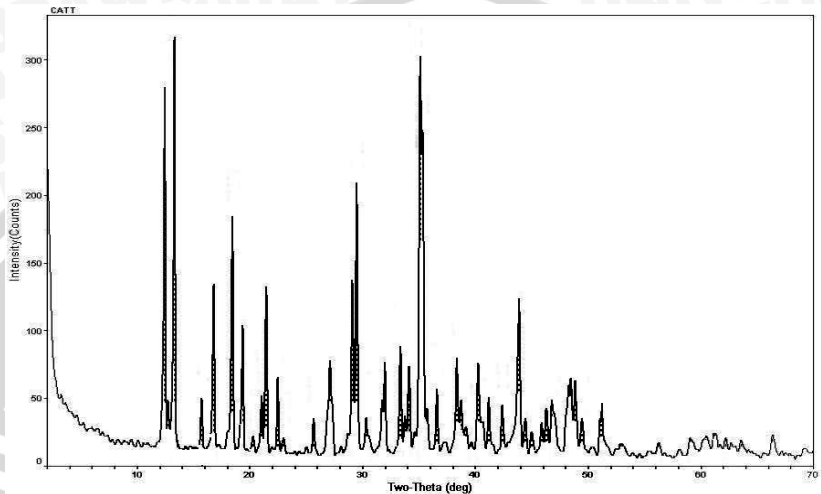
Ket : vibrasi Ni-O pada daerah bilangan gelombang 630 cm^{-1} (Qiao, 2009)

Tabel L.16. Hasil Data Spektrum CaTT *doped* Ni(II) 1:0,15

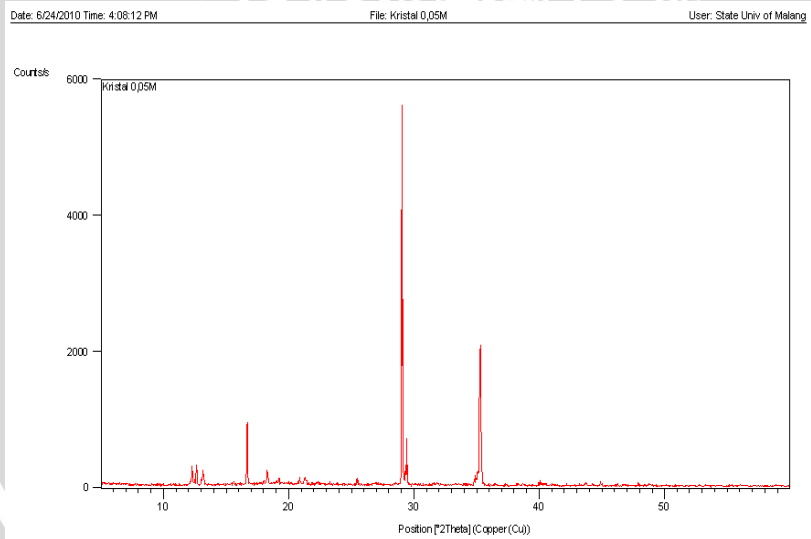
No.	Peak	intensitas	12	1281,61	80,49
1	455,17	43,62	13	1330,79	31,7
2	533,28	25,89	14	1384,12	50,3
3	637,54	35,79	15	1482,12	16,87
4	712,65	30,56	16	1588,27	10
5	817,76	49,63	17	2597,94	37,38
6	921,91	88,92	18	2829,38	45,33
7	964,34	70,12	19	2898,81	45,09
8	1011,59	67,28	20	2989,46	41,13
9	1061,74	40,33	21	3286,48	18,71
10	1147,57	40,29	22	3431,13	15,71
11	1237,25	48,11	23	3576,74	15,51

Ket : vibrasi Ni-O pada daerah bilangan gelombang 630 cm^{-1} (Qiao, 2009)

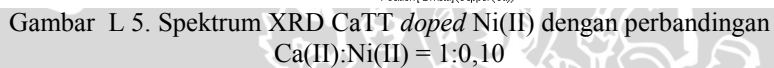
Lampiran 9. Hasil Difraksi Sinar-X



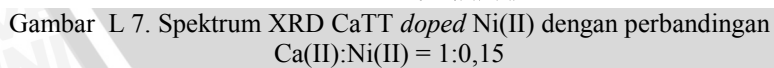
Gambar L 3. Spektrum XRD CaTT pH 3,5



Gambar L 4. Spektrum XRD CaTT *doped* Ni(II) dengan perbandingan Ca(II):Ni(II) = 1:0,05



Gambar L 5. Spektrum XRD CaTT *doped* Ni(II) dengan perbandingan Ca(II):Ni(II) = 1:0,10



Gambar L 7. Spektrum XRD CaTT *doped* Ni(II) dengan perbandingan Ca(II):Ni(II) = 1:0,15

Perhitungan nilai d (Å) pada kristal hasil sintesis

Perhitungan nilai d (Å) dengan persamaan Bragg sesuai rumus sebagai berikut :

$$d = \frac{\lambda}{2 \times \sin \theta}$$

dimana λ sebesar 1.54184 Å.

Contoh perhitungan dengan rumus Bragg :

Pada $2\theta = 12,41$ maka

$$\begin{aligned} d &= \frac{1,54184}{2 \times \sin 6,205} \\ &= 7,12 \end{aligned}$$

Perhitungan ini dapat dilakukan untuk semua 2θ pada kristal hasil sintesis.



Tabel L 17. Data JCPDS

No.	2-theta	d(Å)	I (%)
1	12,252	7,13	60
2	12,737	6,95	10
3	13,114	6,67	100
4	16,791	5,28	35
5	18,446	4,81	35
6	19,381	4,58	20
7	21,052	4,22	12
8	25,65	3,47	10
9	27,095	3,29	14

10	29,077	3,07	25
11	29,482	3,04	40
12	31,742	2,82	12
13	31,998	2,8	16
14	33,346	2,69	30
15	34,117	2,68	18
16	35,122	2,64	40
17	35,316	2,60	55
18	36,588	2,46	12
19	38,369	2,35	10

Tabel L 18. Data Hasil XRD CaTT Hasil Sintesis

No.	2-Theta	d(Å)	I%
1	12,261	7,1344	88,3
2	12,741	6,9422	15,1
3	13,118	6,6675	100
4	15,74	5,6254	15,5
5	16,799	5,2732	42,3
6	18,459	4,8026	58
7	19,379	4,5765	32,5
8	20,28	4,3752	6,6
9	21,06	4,2149	16,1
10	21,461	4,1371	41,6
11	22,48	3,9518	20,5
12	23	3,8636	6,3
13	25,659	3,4689	10,7

14	27,119	3,2854	24,3
15	29,081	3,0681	43,2
16	29,481	3,0373	65,9
17	30,32	2,9455	11
18	31,741	2,8168	15,1
19	31,98	2,7962	24
20	33,36	2,6836	27,8
21	33,76	2,6528	11,4
22	34,119	2,6456	23
23	35,12	2,6431	95,6
24	35,32	2,5891	78,2
25	35,701	2,5128	13,2
26	36,6	2,4531	17,7

Tabel L 19. Data Hasil XRD CaTT *doped* Ni(II) 1:0,05

No.	2-Theta	d(Å)	I(%)
1	12,386	7,12	57,4
2	12,636	6,91	12
3	13,149	6,67	43,9
4	16,128	5,19	23
5	18,219	4,90	21
6	19,401	4,51	17
7	20,123	4,34	8
8	21,431	4,29	26
9	21,932	4,05	29
10	22,718	3,98	14
11	23,112	3,81	9
12	27,219	3,21	21

13	29,002	3,09	17
14	29,551	3,04	100
15	30,128	2,91	9
16	31,816	2,82	12
17	31,617	2,80	27
18	33,611	2,75	21
19	33,897	2,71	18
20	34,367	2,68	11
21	35,289	2,63	36,29
22	35,414	2,54	37,18
23	36,174	2,41	10

Tabel L 20. Data Hasil XRD CaTT *doped* Ni(II) 1:0,10

No.	2-Theta	d(Å)	I(%)
1	12,3891	7,117	77,36
2	12,6131	6,812	12
3	13,2911	6,659	61,6
4	15,9121	5,519	14
5	16,3129	5,412	19
6	17,3101	5,021	24
7	18,4091	4,987	13
8	19,3110	4,871	11
9	20,1239	4,419	28
10	21,8321	4,217	31
11	22,2891	3,718	11
12	25,1736	3,283	21

13	27,1230	3,120	32
14	29,5058	3,029	100
15	30,4121	2,881	12
16	31,2941	2,792	31
17	31,4091	2,788	27
18	33,8411	2,761	17
19	33,3244	2,749	12
20	34,1481	2,728	26
21	35,6123	2,619	52,89
22	35,6333	2,541	39,72
23	36,1491	2,418	7
24	37,2834	2,387	12

Tabel L 21. Data Hasil XRD CaTT *doped* Ni(II) 1:0,15

No.	2-Theta	d(Å)	I(%)
1	12,4710	7,119	100
2	12,9041	7,012	31
3	13,2892	6,652	84,02
4	16,1849	5,411	21
5	18,4127	4,983	12
6	19,0491	4,712	23
7	21,8914	4,014	9
8	21,9123	3,987	26
9	22,3242	3,712	22
10	27,3879	3,523	12
11	29,0489	3,235	9
12	29,5723	3,031	76,43

13	30,1435	2,971	31
14	31,4194	2,913	23
15	33,8399	2,721	12
16	34,1874	2,691	10
17	35,3872	2,633	100
18	35,4092	2,537	48,16
19	36,1893	2,419	20
20	37,9183	2,213	9

Perhitungan untuk pembuktian data parameter sel (*a,b,c*) dengan data pustaka Torres, *et. al.*(2002) sebagai berikut:

Rumus

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

- Untuk perhitungan parameter sel CaTT hasil sintesis.
Pada $2\theta = 12,461^\circ$, dimana $d = 7,13$ dengan data *hkl* dari JCPDS sebesar 110

$$\frac{1}{7,13^2} = \frac{1^2}{a^2} + \frac{1^2}{b^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{50,8369} = \frac{1}{a^2} + \frac{1}{b^2}$$

$$0,0197 = \frac{1^2}{a^2} + \frac{1^2}{b^2}$$

$$\frac{1}{a^2} = 0,0197 - \frac{1}{b^2} \dots \dots \dots (1)$$

Pada $2\theta = 29,481^\circ$, dimana $d = 6,67$ dengan data hkl dari JCDPS sebesar 101

$$\frac{1}{6,67^2} = \frac{1^2}{a^2} + \frac{0^2}{b^2} + \frac{1^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{44,4889} = \frac{1}{a^2} + \frac{1}{c^2}$$

$$0,0225 = \frac{1}{a^2} + \frac{1}{c^2}$$

Persamaan di atas masuk dalam pers.(1), maka:

$$0,0225 = 0,0197 - \frac{1}{b^2} + \frac{1}{c^2}$$

$$\frac{1}{c^2} = 0,0028 + \frac{1}{b^2} \dots \dots \dots (2)$$

Pada $2\theta = 35,32^\circ$, dimana $d = 2,59$ dengan hkl dari JCPDS sebesar 041

$$\frac{1}{2,59^2} = \frac{0^2}{a^2} + \frac{4^2}{b^2} + \frac{1^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{6,7081} = \frac{16}{b^2} + \frac{1}{c^2}$$

$$0,1491 = \frac{16}{b^2} + \frac{1}{c^2}$$

Persamaan di atas masuk dalam pers.(2), maka:

$$0,1491 = \frac{16}{b^2} + 0,0028 + \frac{1}{b^2}$$

$$\frac{17}{b^2} = 0,1463$$

$$b = \sqrt{\frac{17}{0,1463}}$$

$$b = 9,678$$

harga parameter b dimasukan dalam pers.(2), maka:

$$\frac{1}{c^2} = 0,0028 + \frac{1}{9,678^2}$$

$$\frac{1}{c^2} = 0,0028 + 0,0061$$

$$c = \sqrt{\frac{1}{0,0089}}$$

$$c = 10,599$$

harga parameter b dimasukan dalam pers.(1), maka:

$$\frac{1}{a^2} = 0,0197 - \frac{1}{9,678^2}$$

$$\frac{1}{a^2} = 0,0197 - 0,0061$$

$$a = \sqrt{\frac{1}{0,0126}}$$

$$a = 9,245$$

Untuk perhitungan CaTT *doped* Ni(II) dapat dihitung dengan metoda perhitungan yang sama untuk parameter CaTT, maka didapatkan data yang sesuai tersaji dalam Tabel L.22 berikut:

Tabel L.22. Data hasil parameter pada JCPDS, Hasil Sintesis dan Torres

Parameter Sel	CaTT (Torres)	CaTT JCPDS	CaTT sintesis	CaTT <i>doped</i> (Torres)	CaTT <i>doped</i> sintesis
a	9,215	9,215	9,245	9,157	9,201
b	9,631	9,627	9,678	9,558	9,579
c	10,573	10,569	10,599	10,475	10,614

Ket: Torres, *dkk.*,(2002)

Lampiran 10. Data JDPDS Kristal Standar CaTT

00-026-0330

Jun 23, 2010 12:22 PM (Unit, Meang)

Status: Primary CM: Str(S) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: $\text{Ca}_{10}\text{Ti}_{10}\text{O}_{48}\text{H}_{12}$
 Empirical Formula: $\text{Ca}_{10}\text{Ti}_{10}\text{O}_{48}\text{H}_{12}$ Weight %: 013.46 Ca 16.60 Ti 14.85 O 51.48
 Atomic %: 014.61 Ca 0.70 Ti 14.44 H 0.27 O Compound Name: Calcium Titanate Hydrate

Radiation: CuK α λ : 1.5406 Å d -Spacing: Guinier Intensity: Densimeter No: 127
 Camera Diameter: 114.00

Reference: Technisch Physische Dienst, C&E, Inc Netherlands. ICDD Card#4-A-1574

SYS: Orthorhombic SPGR: P212121 (19)
 Author's Cell [AuthCell]: 9.627 Å AuthCell b: 10.165 Å AuthCell c: 9.215 Å AuthCell Vol: 937.6 Å³
 AuthCell Z: 4.00 AuthCell ReflVol: 334.00 Dcalc: 3.643 g/cm³ Dmeas: 1.88 g/cm³
 SSFIDM: F30 = 102.80, 0006, 44 Reference: 10

Space Group: P212121 (19) Molecular Weight: 280.21
 Crystal Data [XCell]: 9.627 Å XCell b: 10.165 Å XCell c: 9.215 Å XCell a: 90.00° XCell b: 90.00°
 XCell c: 90.00° XCell Vol: 937.6 Å³ XCell Z: 4.00
 Crystal Data Axis Ratio [a/b: 0.945 c/b: 0.911]
 Reduced Cell [RedCell a: 9.215 Å RedCell b: 9.627 Å RedCell c: 10.165 Å RedCell a: 90.00°
 RedCell b: 90.00° RedCell c: 90.00° RedCell Vol: 937.6 Å³

Reference: Handbook of Chemistry and Physics, Handbook of Chemistry and Physics.

Crystal (Symmetry Allowed): Non-centrosymmetric, ferroelectric, optical activity, Pz (Pz Ferro)

CAS: 5932-21-7 Pearson: oP106.00 Pearson No H: 6P90
 Sublattice: Conformer Phase: inorganic Organic, Primary, Pz (Pz Ferro)
 Cross-Ref PDF #s: 00-021-1101 (Deleted), 00-020-0129 (Deleted), 00-024-0129 (Deleted), 00-027-0125 (Primary)

Additional Patterns: To replace 00-021-1101, 00-024-0125, and 00-027-0125. General Comments:
 Database Comments: Space group from Davis, A. Krist., 154-155 (1983). Same as Present on: Same synthesis and
 growing systems as well as pat. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

00-036-0330 (Phase SRT Intensity) - CuK α (λ) 1.5406 Å									
2 θ	d(Å)	h	k	l	2 θ	d(Å)	h	k	l
12.1316	7.42000	0	1	0	35.1171	3.32000	1	2	1
12.7571	6.93200	0	0	1	35.6671	3.26000	4	2	2
13.1910	6.66600	1	0	1	36.0000	3.20000	4	2	2
13.7408	6.30000	1	1	1	36.3333	3.14000	4	2	2
14.0719	6.10000	1	1	1	36.6667	3.08000	4	2	2
14.4030	5.90000	1	1	1	37.0000	3.02000	4	2	2
14.7341	5.70000	1	1	1	37.3333	2.96000	4	2	2
15.0652	5.50000	1	1	1	37.6667	2.90000	4	2	2
15.3963	5.30000	1	1	1	38.0000	2.84000	4	2	2
15.7274	5.10000	1	1	1	38.3333	2.78000	4	2	2
16.0585	4.90000	1	1	1	38.6667	2.72000	4	2	2
16.3896	4.70000	1	1	1	39.0000	2.66000	4	2	2
16.7207	4.50000	1	1	1	39.3333	2.60000	4	2	2
17.0518	4.30000	1	1	1	39.6667	2.54000	4	2	2
17.3829	4.10000	1	1	1	40.0000	2.48000	4	2	2
17.7140	3.90000	1	1	1	40.3333	2.42000	4	2	2
18.0451	3.70000	1	1	1	40.6667	2.36000	4	2	2
18.3762	3.50000	1	1	1	41.0000	2.30000	4	2	2
18.7073	3.30000	1	1	1	41.3333	2.24000	4	2	2
19.0384	3.10000	1	1	1	41.6667	2.18000	4	2	2
19.3695	2.90000	1	1	1	42.0000	2.12000	4	2	2
19.7006	2.70000	1	1	1	42.3333	2.06000	4	2	2
19.9917	2.50000	1	1	1	42.6667	2.00000	4	2	2
20.3228	2.30000	1	1	1	43.0000	1.94000	4	2	2
20.6539	2.10000	1	1	1	43.3333	1.88000	4	2	2
20.9850	1.90000	1	1	1	43.6667	1.82000	4	2	2
21.3161	1.70000	1	1	1	44.0000	1.76000	4	2	2
21.6472	1.50000	1	1	1	44.3333	1.70000	4	2	2
21.9783	1.30000	1	1	1	44.6667	1.64000	4	2	2
22.3094	1.10000	1	1	1	45.0000	1.58000	4	2	2
22.6405	0.90000	1	1	1	45.3333	1.52000	4	2	2
22.9716	0.70000	1	1	1	45.6667	1.46000	4	2	2
23.3027	0.50000	1	1	1	46.0000	1.40000	4	2	2
23.6338	0.30000	1	1	1	46.3333	1.34000	4	2	2
23.9649	0.10000	1	1	1	46.6667	1.28000	4	2	2
24.2960	0.00000	1	1	1	47.0000	1.22000	4	2	2
24.6271	0.00000	1	1	1	47.3333	1.16000	4	2	2
24.9582	0.00000	1	1	1	47.6667	1.10000	4	2	2
25.2893	0.00000	1	1	1	48.0000	1.04000	4	2	2
25.6204	0.00000	1	1	1	48.3333	0.98000	4	2	2
25.9515	0.00000	1	1	1	48.6667	0.92000	4	2	2
26.2826	0.00000	1	1	1	49.0000	0.86000	4	2	2
26.6137	0.00000	1	1	1	49.3333	0.80000	4	2	2
26.9448	0.00000	1	1	1	49.6667	0.74000	4	2	2
27.2759	0.00000	1	1	1	50.0000	0.68000	4	2	2
27.6070	0.00000	1	1	1	50.3333	0.62000	4	2	2
27.9381	0.00000	1	1	1	50.6667	0.56000	4	2	2
28.2692	0.00000	1	1	1	51.0000	0.50000	4	2	2
28.6003	0.00000	1	1	1	51.3333	0.44000	4	2	2
28.9314	0.00000	1	1	1	51.6667	0.38000	4	2	2
29.2625	0.00000	1	1	1	52.0000	0.32000	4	2	2
29.5936	0.00000	1	1	1	52.3333	0.26000	4	2	2
29.9247	0.00000	1	1	1	52.6667	0.20000	4	2	2
30.2558	0.00000	1	1	1	53.0000	0.14000	4	2	2
30.5869	0.00000	1	1	1	53.3333	0.08000	4	2	2
30.9180	0.00000	1	1	1	53.6667	0.02000	4	2	2
31.2491	0.00000	1	1	1	54.0000	0.00000	4	2	2
31.5802	0.00000	1	1	1	54.3333	0.00000	4	2	2
31.9113	0.00000	1	1	1	54.6667	0.00000	4	2	2
32.2424	0.00000	1	1	1	55.0000	0.00000	4	2	2
32.5735	0.00000	1	1	1	55.3333	0.00000	4	2	2
32.9046	0.00000	1	1	1	55.6667	0.00000	4	2	2
33.2357	0.00000	1	1	1	56.0000	0.00000	4	2	2
33.5668	0.00000	1	1	1	56.3333	0.00000	4	2	2
33.8979	0.00000	1	1	1	56.6667	0.00000	4	2	2
34.2290	0.00000	1	1	1	57.0000	0.00000	4	2	2
34.5601	0.00000	1	1	1	57.3333	0.00000	4	2	2
34.8912	0.00000	1	1	1	57.6667	0.00000	4	2	2
35.2223	0.00000	1	1	1	58.0000	0.00000	4	2	2
35.5534	0.00000	1	1	1	58.3333	0.00000	4	2	2
35.8845	0.00000	1	1	1	58.6667	0.00000	4	2	2
36.2156	0.00000	1	1	1	59.0000	0.00000	4	2	2
36.5467	0.00000	1	1	1	59.3333	0.00000	4	2	2
36.8778	0.00000	1	1	1	59.6667	0.00000	4	2	2
37.2089	0.00000	1	1	1	60.0000	0.00000	4	2	2
37.5400	0.00000	1	1	1	60.3333	0.00000	4	2	2
37.8711	0.00000	1	1	1	60.6667	0.00000	4	2	2
38.2022	0.00000	1	1	1	61.0000	0.00000	4	2	2
38.5333	0.00000	1	1	1	61.3333	0.00000	4	2	2
38.8644	0.00000	1	1	1	61.6667	0.00000	4	2	2
39.1955	0.00000	1	1	1	62.0000	0.00000	4	2	2
39.5266	0.00000	1	1	1	62.3333	0.00000	4	2	2
39.8577	0.00000	1	1	1	62.6667	0.00000	4	2	2
40.1888	0.00000	1	1	1	63.0000	0.00000	4	2	2
40.5199	0.00000	1	1	1	63.3333	0.00000	4	2	2
40.8510	0.00000	1	1	1	63.6667	0.00000	4	2	2
41.1821	0.00000	1	1	1	64.0000	0.00000	4	2	2
41.5132	0.00000	1	1	1	64.3333	0.00000	4	2	2
41.8443	0.00000	1	1	1	64.6667	0.00000	4	2	2
42.1754	0.00000	1	1	1	65.0000	0.00000	4	2	2
42.5065	0.00000	1	1	1	65.3333	0.00000	4	2	2
42.8376	0.00000	1	1	1	65.6667	0.00000	4	2	2
43.1687	0.00000	1	1	1	66.0000	0.00000	4	2	2
43.5000	0.00000	1	1	1	66.3333	0.00000	4	2	2
43.8311	0.00000	1	1	1	66.6667	0.00000	4	2	2
44.1622	0.00000	1	1	1	67.0000	0.00000	4	2	2
44.4933	0.00000	1	1	1	67.3333	0.00000	4	2	2
44.8244	0.00000	1	1	1	67.6667	0.00000	4	2	2
45.1555	0.00000	1	1	1	68.0000	0.00000	4	2	2
45.4866	0.00000	1	1	1	68.3333	0.00000	4	2	2
45.8177	0.00000	1	1	1	68.6667	0.00000	4	2	2
46.1488	0.00000	1	1	1	69.0000	0.00000	4	2	2
46.4799	0.00000	1	1	1	69.3333	0.00000	4	2	2
46.8110	0.00000	1	1	1	69.6667	0.00000	4	2	2
47.1421	0.00000	1	1	1	70.0000	0.00000	4	2	2
47.4732	0.00000	1	1	1	70.3333	0.00000	4	2	2
47.8043	0.00000	1	1	1	70.6667	0.00000	4	2	2
48.1354	0.00000	1	1	1	71.0000	0.00000	4	2	2
48.4665	0.00000	1	1	1	71.3333	0.00000	4	2	2
48.7976	0.00000	1	1	1	71.6667	0.00000	4	2	2
49.1287	0.00000	1	1	1	72.0000	0.00000	4	2	2
49.4598	0.00000	1	1	1	72.3333	0.00000	4	2	2
49.7909	0.00000	1	1	1	72.6667	0.00000	4	2	2
50.1220	0.00000	1	1	1	73.0000	0.00000	4	2	2
50.4531	0.00000	1	1	1	73.3333	0.00000	4	2	2
50.7842	0.00000	1	1	1	73.6667	0.00000	4	2	2
51.1153	0.00000	1	1	1	74.0000	0.00000	4	2	2
51.4464	0.00000	1	1	1	74.3333	0.00000	4	2	2
51.7775	0.00000	1	1	1	74.6667	0.00000	4	2	2
52.1086	0.00000	1	1	1	75.0000	0.00000	4	2	2
52.4397	0.00000	1	1	1	75.3333	0.00000	4	2	2
52.7708	0.00000	1	1	1	75.6667	0.00000	4	2	2
53.1019	0.00000	1	1	1	76.0000	0.00000	4	2	2
53.4330	0.00000	1	1	1	76.3333	0.00000	4	2	2
53.7641	0.00000	1	1	1	76.6667	0.00000	4	2	2
54.0952	0.00000	1	1	1	77.0000	0.00000	4	2	2
54.4263	0.00000	1	1	1	77.3333	0.00000	4	2	2
54.7574	0.00000	1	1	1	77.6667	0.00000	4	2	2
55.0885	0.00000	1	1	1	78.0000	0.00000	4	2	2
55.4196	0.00000	1	1	1	78.3333	0.00000	4	2	2
55.7507	0.00000	1	1	1	78.6667	0.00000	4	2	2
56.0818	0.00000	1	1	1	79.0000	0.00000	4	2	2
56.4129	0.00000	1	1	1	79.3333	0.00000	4	2	2
56.7440	0.00000	1	1	1	79.6667	0.00000	4	2	2
57.0751	0.00000	1	1	1	80.0000	0.00000	4	2	2
57.4062	0.00000	1	1	1	80.3333	0.00000	4	2	2
57.7373	0.00000	1	1	1	80.6667	0.00000	4	2	2
58.0684	0.00000	1	1	1	81.0000	0.00000	4	2	2
58.3995	0.00000	1	1	1	81.3333	0.00000	4	2	2
58.7306	0.								

Lampiran 11. Sertifikasi Cangkang Bekicot

Hasil Identifikasi Bekicot

Nama lokal : bekicot
Tm identifikasi : Dr. Bagyo Yanuwadi, Amin S. Leksono, Ph.D

Klasifikasi	Ciri-ciri
Filum : Mollusca	Simetri tubuh bilateral, Lap. jaringan triploblastik, Memiliki coelom tapi tereduksi, Respirasi dilakukan dengan insang mantel atau paru-paru, Pencernaan makanan: Mulut, rongga buccal, esofagus, lambung, usus dan anus, Peredaran darah: umumnya terbuka. Epitel dorsal membentuk mantel, Sebagian besar memiliki cangkang, Memiliki radula, Otot pada bagian ventral berkembang sebagai alat gerak.
Kelas: Gastropoda	Kaki lebar dan datar, Massa visceral dan sistem saraf mengalami putaran 90-180 derajat selama perkembangan embrionik, Mempunyai perisai protein pada kaki (operculum).
Subkelas: Pulmonata	Rongga mantel mengalami vascularisasi, atau modifikasi membentuk paru-paru.
Ordo: Stylommatophora	Cangkang berbentuk spiral, mantel menyelubungi seluruh tubuh, memiliki dua pasang tentakel yang mengandung satu pasang mata di kepala
Family: Achatinidae	Biasanya hidup di daratan, Memiliki cangkang yang berukuran medium hingga bisa mencapai ukuran 23 cm. Cangkang berbentuk <i>acuminata ovate</i> dan sering bercorak coretan atau seperti lidah api.
Genus: Achatina	Bekicot dewasa memiliki tinggi sekitar 7 cm dan panjang bisa mencapai 20 cm atau lebih.
Spesies: <i>Achatina fulica</i>	Cangkang berbentuk <i>conical</i> berukuran dua kali lebar. Putaran cangkang bisa bersifat <i>sinistral</i> atau <i>dextral</i> , meskipun tipe <i>dextral</i> lebih umum.) Warna cangkang bervariasi tergantung makanan. Corak warna biasanya kecoklatan dan bergaris-garis sangat lebar, padat dan dengan noktah berwarna krem dengan strip lidah api. Corak warna pada cangkang tidak tebal.

Buku rujukan

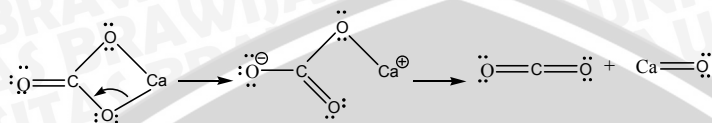
1. Pechenik, J.A. 2000. *Biology of the Invertebrate*. 4th ed. McGraw Hill. Boston
2. Bequaert, J.C. 1950. Studies in the Achatininae, a group of African land snails. *Bulletin of the Museum of Comparative Zoology* 105: 1-216

Matang, 18 Mei 2008
a.n. Kepala Lab. Ekologi dan Diversitas
Hewan
Wakil Kepala Lab. Ekologi dan Diversitas
Hewan

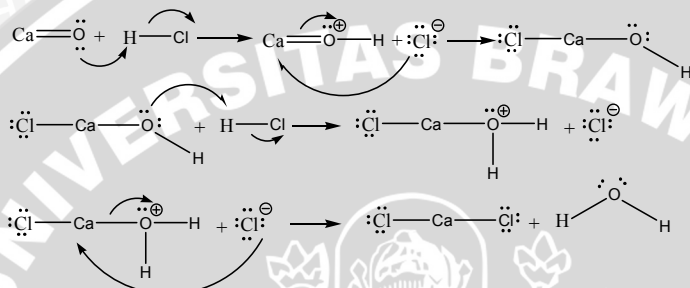
Amin S. Leksono
NIP. 132 288 096

Lampiran 12. Mekanisme Reaksi

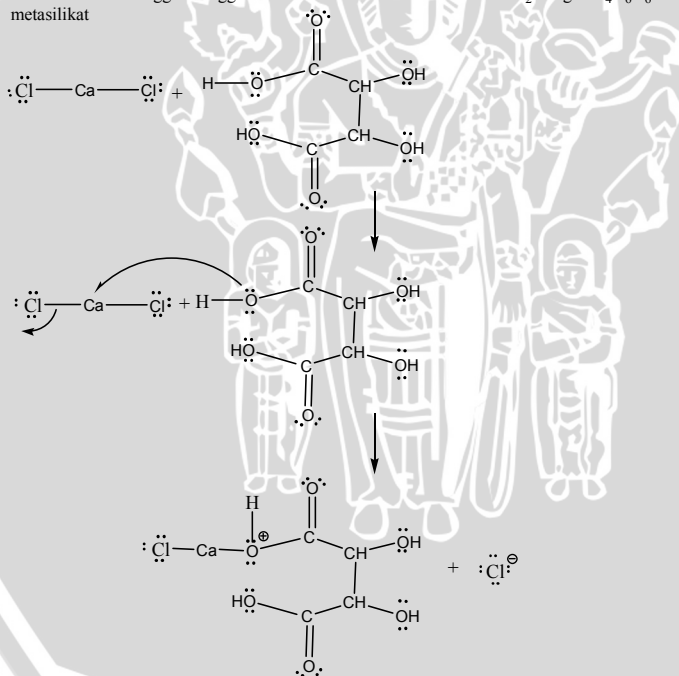
Perubahan CaCO_3 menjadi CaO

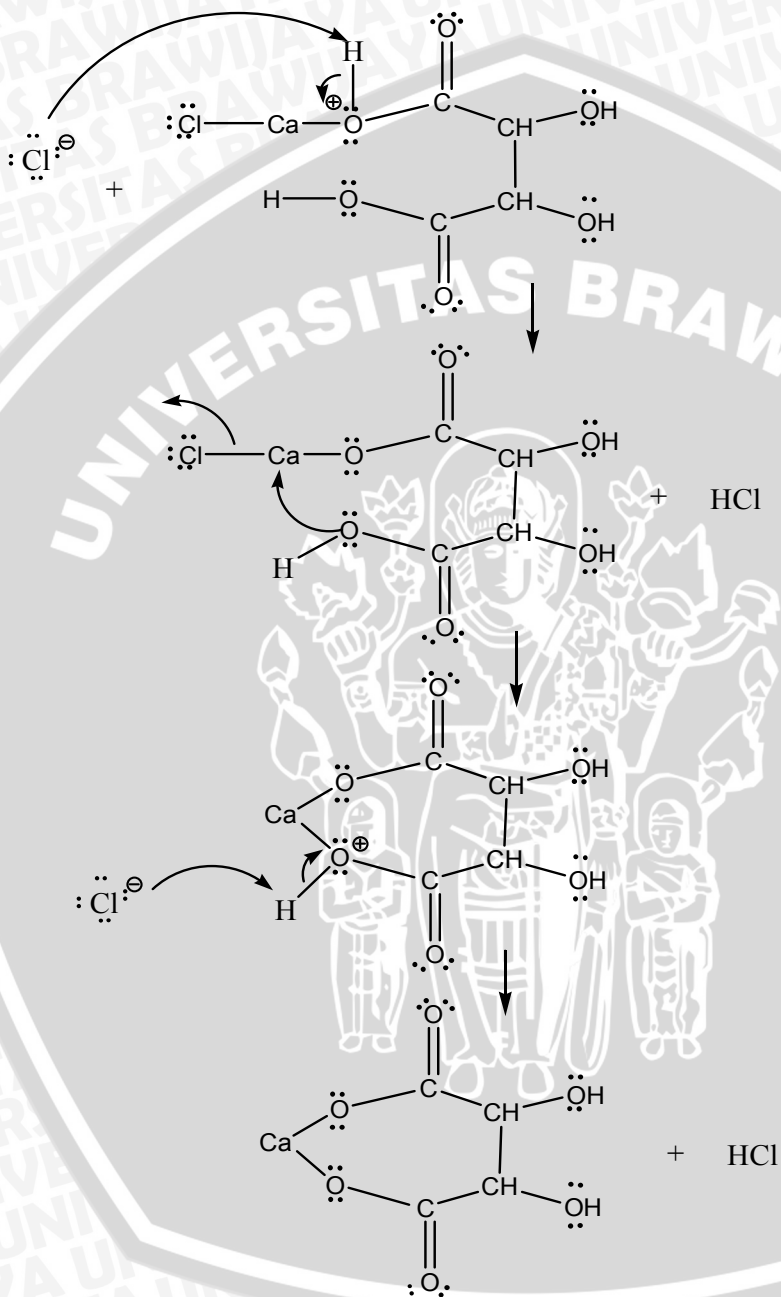


Perubahan CaO menjadi CaCl_2 dengan menggunakan HCl berlebih

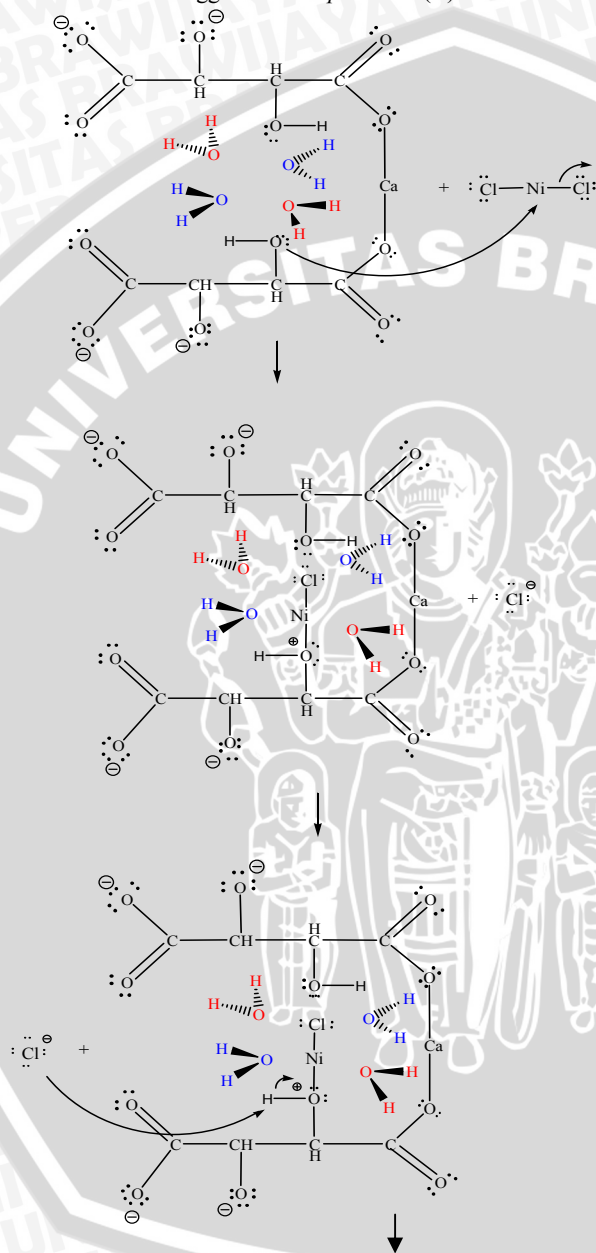


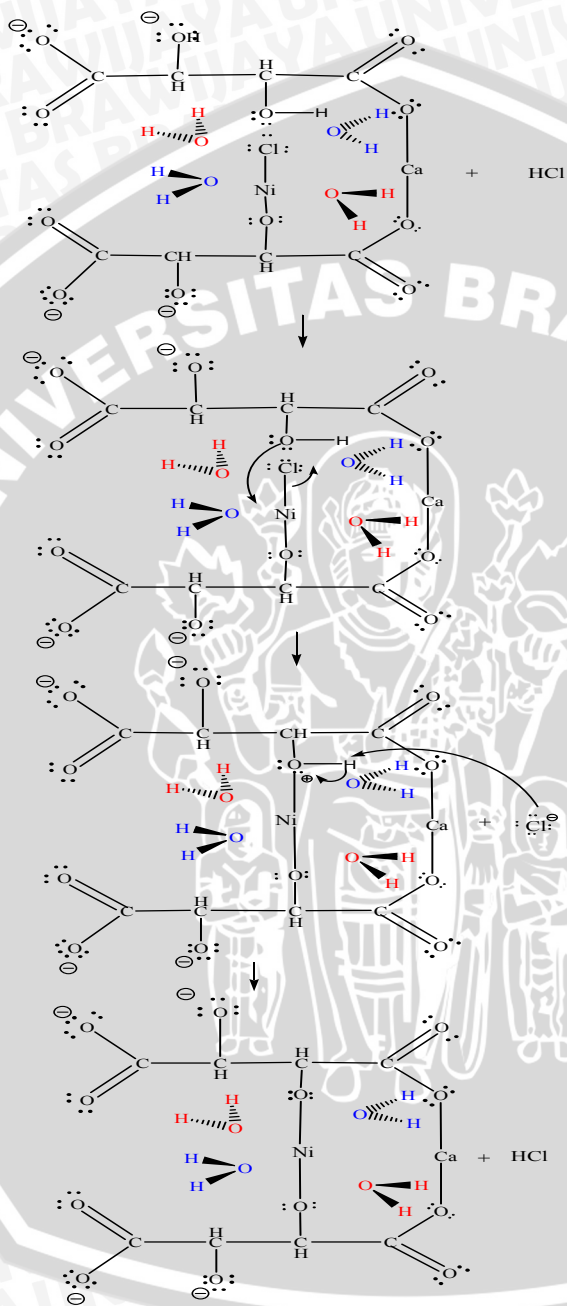
Sintesis Kristal Tunggal Tunggal Kalsium Tartrat Tetrahidrat dari CaCl_2 dengan $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ dalam medium Na-metasilikat

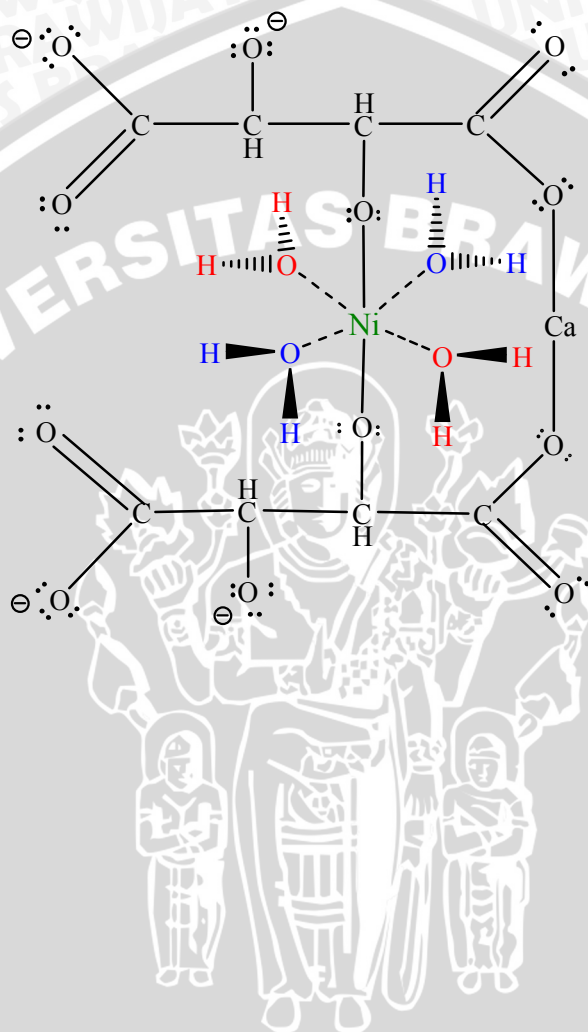




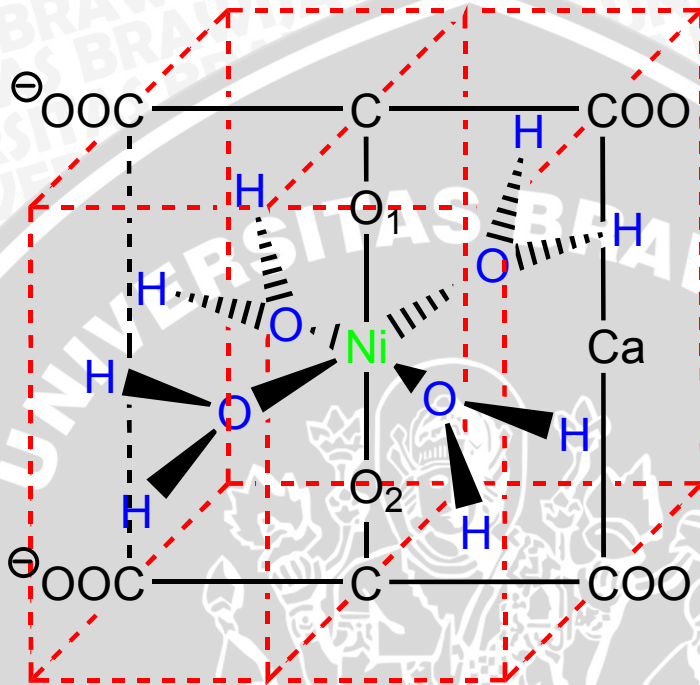
Sintesis Kristal Tunggal CaTT *doped* Nikel(II)







Prediksi Struktur 3 Dimensi CaTT *doped* Nikel (II)



keterangan: O₁ = gugus O hidroksil pada ujung asam tartrat
 O₂ = gugus O hidroksil pada ujung lain asam tartrat