

### UNIVERSITAS INDONESIA

### PENINGKATAN FLUORESENSI PADA KOMPOSIT EUROPIUM TRIETILENA GLIKOL PIKRAT/POLIMETILMETAKRILAT UNTUK APLIKASI FOTOSENSOR

### **SKRIPSI**

### VIRLEENDA MEGA SETIANINGRUM 0806368212

## FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA PROGRAM EKSTENSI DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA DEPOK, JULI 2011



### UNIVERSITAS INDONESIA

### PENINGKATAN FLUORESENSI PADA KOMPOSIT EUROPIUM TRIETILENA GLIKOL PIKRAT/POLIMETILMETAKRILAT UNTUK APLIKASI FOTOSENSOR

### **SKRIPSI**

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

### VIRLEENDA MEGA SETIANGRUM 0806368212

# FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA PROGRAM EKSTENSI DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA DEPOK, JULI 2011

### HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar

Nama : Virleenda Mega Setianingrum

NPM : 0806368212

Tanda Tangan:

Tanggal : 5 Juli 2011

### HALAMAN PENGESAHAN

	an oleh :		
Nama	: Virleenda Mega Setianingrum		
NPM	: 0806368212		
Program Studi	: S1 Ekstensi		
Judul Skripsi			
PENINGKA	TAN FLUORESENSI PADA KOM	IPOSIT EUR	ROPIUM
TRIETILENA	GLIKOL PIKRAT/POLIMETILM	IETAKRILA	T UNTUK
	APLIKASI FOTOSENSOR		
	dipertahankan di hadapan Dewa persyaratan yang diperlukan un		
sebagai bagian Sarjana Teknik p			
sebagai bagian Sarjana Teknik p	persyaratan yang diperlukan u pada Program Studi Ekstensi		
sebagai bagian Sarjana Teknik p Fakultas Teknik	persyaratan yang diperlukan un pada Program Studi Ekstensi Kimia, Universitas Indonesia.		
sebagai bagian Sarjana Teknik p Fakultas Teknik Pembimbing : D	persyaratan yang diperlukan un pada Program Studi Ekstensi Kimia, Universitas Indonesia. DEWAN PENGUJI		
sebagai bagian Sarjana Teknik p Fakultas Teknik Pembimbing : D Penguji : Ir	persyaratan yang diperlukan un pada Program Studi Ekstensi Kimia, Universitas Indonesia.  DEWAN PENGUJI  or. Eny Kusrini. S.Si		

### **KATA PENGANTAR**

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karen atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai Gelar Sarjana Teknik Kimia Jurusan Teknik Kimia pada Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada :

- 1. Bapak Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA, selaku ketua Departemen Teknik Kimia FTUI.
- 2. Dr. Eny Kusrini, S.Si atas bimbingan, nasehat dan ilmu yang telah diberikan.
- 3. Bapak, Ibu dan adik-adik yang sangat ingin penulis bahagiakan. Terima kasih atas dukungan, kasih sayang, dan doa yang diberikan.
- 4. Teman-teman Ekstensi angkatan 2008 atas kebersamaan dan pertemanannya selama ini.
- 5. Grup Riset Hibah Unggulan UI 2010, *spincoating uses*, teman-teman RPKA atas kerjasama, bantuan, kebersamaan dan suka citanya
- 6. Berbagai pihak lain yang telah mendukung dan membantu yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Depok, 5 Juli 2011

Penulis

### **ABSTRAK**

Nama : Virleenda Mega Setianingrum

Program Studi : Teknik Kimia

Judul : Peningkatan Fluoresensi pada Komposit Europium Trietilena

Pikrat/Polimetilmetakrilat untuk Aplikasi Fotosensor

Fabrikasi kompleks Eu[EO3-Pic] ke dalam bentuk mikropartikel dengan metode represipitasi-penguapan telah berhasil dilakukan dalam penelitian ini, dimana EO3 = trietilena glikol, Pic = anion pikrat. Untuk perbandingan dikaji juga fabrikasi dengan metode *In situ*. Mikropartikel kompleks Eu[EO3-Pic] yang dihasilkan didispersikan ke dalam matriks polimer polimetilmetaakrilat (PMMA) menjadi komposit Eu[EO3-Pic]/PMMA. Komposit dilapiskan pada substrat dengan teknik spin-coating. Pada penelitian ini dikaji juga pengaruh polimer dan substrat terhadap sifat luminesensi dari mikropartikel kompleks Eu[EO3-Pic] dan kompositnya. Ukuran partikel dan fluoresensi dari mikropartikel kompleks Eu[EO3-Pic] dan kompositnya masing-masing diukur dengan Particle Size Analyzer dan spektrofluorometer. Partikel komposit yang dibuat dengan metode represipitasi-penguapan berukuran lebih kecil (426,8 nm) dibandingkan yang diperoleh dengan metode In situ (758,9 nm). Puncak hipersensitif pada 612 nm (transisi  ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$ ) sebagai karakter ion europium(III) meningkat dikarenakan pengaruh kekasaran substrat alumunium. Mikropartikel kompleks Eu[EO3-Pic] dan kompositnya dapat digunakan sebagai pusat luminesensi untuk aplikasi fotosensor emisi merah.

Kata Kunci: Fotosensor; Fluoresensi; Mikropartikel; Europium(III)

### **ABSTRACT**

Name : Virleenda Mega Setianingrum

Study Program : Chemical Engineering

Title : Enhancement Fluorescence of Europium Triethylene glycol

picrate/Polymethylmethaacrylate Composite for Photosensor

**Application** 

Fabrication complex of Eu[EO3-Pic] into microparticle size with reprecipitation-evaporation method has been studied, where EO3 = triethylene glycol, Pic = picrate anion. For comparison purpose, the In situ method was also investigated. The result of the Eu[EO3-Pic] microparticle complex was dispersed into polymethylmethaacrylate (PMMA) polymer matrix to be a composite Eu[EO3-Pic]/PMMA. The composite is coated to substrate by using spin-coating technique. In this research is also studied the effect of polymer and substrates to the luminescence property of the Eu[EO3-Pic] microparticle complex and its composite. Particle size and fluorescence of the Eu[EO3-Pic] microparticle complex and its composite were carried out by Particle Size Analyzer and spectrofluorometer, respectively. The particle composite that prepared by reprecipitation-evaporation method is smaller (426.8 nm) than that in the In situ method (758.9 nm). The hypersensitive peak at 612 nm ( $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$  transition) as the character of europium(III) ion increased due to the composite coating on aluminum substrate rough surface. Microparticle complex of Eu[EO3-Pic] and its composite can be applied as luminescent center in photosensor application for red emission.

Keywords: Photosensor; Fluorescence; Microparticle; Europium(III)

### HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Virleenda Mega Setiangrum

NPM : 0806368212

Program Studi: Ekstensi

Departemen : Teknik Kimia

Fakultas : Teknik Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Nonekslusif** (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul:

### PENINGKATAN FLUORESENSI PADA KOMPOSIT EUROPIUM TRIETILENA GLIKOL PIKRAT/POLIMETILMETAKRILAT UNTUK APLIKASI FOTOSENSOR

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Nonekslusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pengkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok Pada Tanggal : 5 Juli 2011 Yang menyatakan

(Virleenda Mega Setianingrum)

### **DAFTAR ISI**

HALAMAN JUDUL HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS HALAMAN PENGESAHAN KATA PENGANTAR	ii iii
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	AKHIR
ABSTRAK	
ABSTRACT	
DAFTAR GAMBAR	
DAFTAR TABEL	
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB 1: PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Perumusan Masalah	
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	
1.5 Sistematika Penulisan	4
BAB 2: TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Lantanida	
2.1 Eantainda	
2.3 Kompleks Europium	
2.4 Asam Pikrat-Trietilena Glikol	
2.5 Polimetilmetakrilat (PMMA)	
2.6 Nanopartikel	
2.7 Sintesis Mikropartikel Kompleks	
2.8 Fotosensor	
2.9 Europium(III) dan aplikasinya	17
BAB 3: METODE PENELITIAN	23
3.1 Tahapan Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan	
3.3 Prosedur Penelitian	25

3.3.1	Metode In situ	26
•	3.3.1.1 Melarutkan komponen secara langsung	26
3.3.2	Metode Represipitasi dan Evaporasi	28
	3.3.2.1 Tahap pertama: Sintesis Kristal Besar Kompleks Eu[EO3-	_
	3.3.2.2 Tahap kedua: Sintesis Mikro atau Nanokompleks Eu[EO3	
	3.3.2.3 Tahap ketiga: Komposit Mikro atau Nanokompleks Eu[E0]	
	3.3.3 Preparasi Substrat sebagai Media Pelapisan	30
	3.3.4 Preparasi Sampel untuk Uji Fluoresensi	
	3.3.5 Preparasi Sampel untuk Uji PSA	33
BAB 4: HAS	SIL DAN PEMBAHASAN	34
	4.1 Fluoresensi Ion Eu(III) dalam garam, kristal besar dan nikrokompleks	34
	4.2 Fluoresensi ion Eu(III) berdasarkan ukuran partikel	38
	4.3 Fluoresensi ion Eu(III) dalam matrik Polimetilmetakrilat (PMMA)	40
	4.4 Fluoresensi ion Eu(III) pada mikrokomposit Eu[EO3Pic]/PMdalam substrat yang berbeda	
	4.5 Mengkaji sifat fluoresensi dalam metode yang berbeda	46
	4.6 Fotopendarcahaya dalam keadaan padatan (solid state)	
BAB 5: KES	SIMPULAN DAN SARAN	53
DAFTAR R	EFERENSI	55
LAMPIRAN	J	. 58

### **DAFTAR GAMBAR**

Gambar 2.1 Struktur dari kompleks [Eu(NO <sub>3</sub> )(Pic)(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> -(EO <sub>3</sub> )](Pic).(0.73) H <sub>2</sub> O
dalam padatan pada suhu ruang
Gambar 2.2 Spektrum fotopendarcahaya dari kompleks [Eu(NO <sub>3</sub> )(Pic)(H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> . (EO <sub>3</sub> )](Pic).(0.73) H <sub>2</sub> O dalam padatan pada suhu ruang
Gambar 2.3 Fotograph Kompleks Eu pada radiasi UV
Gambar 2.4 Struktur Kimia Asam Pikrat
Gambar 2.5 Struktur Polietilen Glikol (PEG)
Gambar 2.6 Struktur Polimetil Metakrilat (PMMA) dan monomer
Gambar 2.7 Konfigurasi dari device untuk OLED
Gambar 3.1 Diagram Alir Tahapan Kerja Penelitian
Gambar 3.2 Diagram Alir Metode In Situ
Gambar 3.3 Diagram Alir Sintesis Mikro atau nanokompleks Eu[EO3Pic] 29
Gambar 3.4 Diagram Alir Komposit Kompleks Eu[EO3Pic]/PMMA 30
Gambar 3.5 Diagram Alir Preparasi Sampel untuk Uji Fluoresensi
Gambar 3.6 Diagram Alir Preparasi Sampel untuk Uji PSA
Gambar 4.1 Spektrum Fluoresensi Ion Eu(III) dalam garam, kristal besar, dan mikropartikel
Gambar 4.2 Mekanisme Transfer Energi Ligan EO3 dan HPic dengan ion Eu(III)
Gambar 4.3 Ukuran Distribusi Mikrokomplek Eu[EO3Pic] berdasarkan sebaran
volum
Gambar 4.4 Spektrum Fluoresensi ion Eu(III) dalam mikrokompleks dan mikrokomposit serta PMMA murni
Gambar 4.5 Ukuran Distribusi Mikrokomposit Eu[EO3Pic]/PMMA berdasarkan sebaran volum pada metode Represipitasi dan Evaporasi
Gambar 4.6 Spektrum fluoresensi mikrokompleks Eu[EO3Pic]/PMMA dengan substrat berbeda
Gambar 4.7 Spektrum floresensi mikrokomposit Eu[EO3Pic]/PMMA dengan metode berbeda
Gambar 4.8 Ukuran Distribusi Mikrokomposit Eu[EO3Pic]/PMMA berdasarkan sebaran volum pada metode in situ
Gambar 4.9 Spektrum Fotopendarcahaya Mikrokomposit Eu[EO3Pic]/PMMA berdasarkan metode represipitasi-evaporasi dan metode in situ

### **DAFTAR TABEL**

Sifat Fisik Unsur Lantanida	abel 2. 1.			(	$\epsilon$
Ciri-ciri Fisik dari Europium	abel 2. 2.			′	7
Penelitian tentang Europium-Polimer dan metodenya 1	abel 2. 3.			1	9
Ukuran Partikel Mikrokomposit4	abel 4. 1.			4	3
Perbandingan Intensitas Emisi Ion Eu(III) pada substrat dan metodo	abel 4. 2.	ne	to	de	;
berbeda4				4	6
Perbandingan Intensitas Fluoresensi Senyawaan Eu(III) dengan dar tanpa anion Pikrat	abel 4. 3.				
Perbedaan Metode Represipitasi dan Evaporasi dengan Metode In	abel 4. 4.	de	In	1	
Situ	- 41			5	1



### DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Spesifikasi Alat
Lampiran 2.	Data Pengukuran ion Eu(III) dalam garam Eu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O 60
Lampiran 3.	Data Pengukuran ion Eu(III) dalam kompleks Eu[EO3-Pic] 61
Lampiran 4.	Data Pengukuran ion Eu(III) dalam mikrokompleks dengan metode
	represipitasi dan evaporasi
Lampiran 5.	Data Pengukuran ion Eu(III) dalam mikrokomposit pada substrat
	kaca dengan metode represipitasi dan evaporasi
Lampiran 6.	Data Pengukuran ion Eu(III) dalam mikrokomposit pada substrat
	Al-halus dengan metode represipitasi dan evaporasi
Lampiran 7.	Data Pengukuran ion Eu(III) dalam mikrokomposit pada substrat
	Al-kasar dengan metode represipitasi dan evaporasi
Lampiran 8.	Data Pengukuran ion Eu(III) dalam mikrokomposit pada substrat
	kaca dengan metode in situ
Lampiran 9.	Data Pengukuran ion Eu(III) dalam mikrokomposit pada substrat
	Al-halus dengan metode <i>in situ</i>
Lampiran 10.	Data Pengukuran ion Eu(III) dalam mikrokomposit pada substrat
	Al-kasar dengan metode <i>in situ</i>

### BAB 1

### **PENDAHULUAN**

### 1.1 Latar Belakang

Aplikasi optik yang berkaitan dengan pendarcahaya sangat menarik untuk diteliti. Selama ini, sudah banyak dilakukan penelitian untuk mencari material terbaik untuk aplikasi optik yang dapat menghasilkan emisi yang jelas dan murni. Penelitian dalam bidang ini masih terus dikembangkan guna mendapatkan material dengan hasil yang optimal. Baru-baru ini, bahan fotoionik yang mengandung ion lantanida menarik perhatian banyak pihak dikarenakan kemampuan potensial yang dimilikinya untuk *full color* display, sumber optik dan sistem *laser* seperti amplifier optik (Prajzler *et al*, 2008).

Aplikasi fotoionik dari kompleks lantanida dapat diketahui dengan mengkompositkan kompleks ke dalam suatu matriks polimer. Hal ini telah dilakukan oleh Quan Li *et al.*, (2006), yang mengamati sifat pendarcahaya dari kompleks Eu(Hphth)<sub>3</sub> dan Tb(Hphth)<sub>3</sub> dalam matriks PVP (dimana Eu=europium, Tb=terbium, Hphth = hidrogen ptalat, PVP=polivinil-pirolidon). Adanya matrik polimer berguna untuk meningkatkan daerah hipersensitif dari ion lantanida. Hongfang Jiu *et al.*(2006), juga telah mengamati kenaikan fluoresensi dari kompleks Eu(DBM)<sub>3</sub>Phen yang di lapisi dengan kompleks Tb(DBM)<sub>3</sub>Phen di dalam matrik PMMA (dimana Eu=europium, Tb= Terbium, DBM=dibenzoilmetid, Phen=penantrolin, PMMA=Polimetil-metakrilat), matriks PMMA dapat meningkatkan perpindahan energi di antara dua kompleks lantanida dan dalam konsentrasi lebih tinggi dapat mengurangi terbentuknya agregat. Kompleks lantanida tersebut dikompositkan dalam matrik PMMA dengan proses *spin-coating*.

Baru-baru ini, Saleh *et al* (2011), telah melaporkan hasil sintesis kompleks europium(III) dalam bentuk *bulk crystal* menggunakan ligan pengkompleks trietilen-glikol (EO3) dan asam pikrat (HPic). Senyawa kompleks yang terbentuk adalah , [Eu(NO<sub>3</sub>)(Pic)(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(EO3)](Pic)(0.73) H<sub>2</sub>O. Sifat fotopendarcahaya (PL) dari kompleks Eu[EO3-Pic] dalam bentuk padatan ini menunjukkan intensitas warna merah murni dari ion Eu(III) sebesar 800 (x10<sup>2</sup> a.u) pada wilayah hipersensitif 612 nm dengan transisi <sup>5</sup>D<sub>0</sub>

→ <sup>7</sup>F<sub>2</sub>, dimana sifat ini merupakan dasar untuk membuat material OLED (*Organic Light Emitting Diode*). Namun, perpindahan energi yang dihasilkan oleh kompleks Eu[EO3-Pic] dalam bentuk kristal besar (*bulk crystal*) ini belum sempurna dikarenakan adanya puncak emisi dari ligan EO3 dan Pic yang teramati di dalam spektrum pendarcahaya dari komplek.

Dalam penelitian ini, senyawa kompleks Eu[EO3-Pic] tersebut akan disintesis kedalam ukuran mikro dengan metode represipitasi dan evaporasi yaitu melarutkan kompleks ke dalam pelarut yang tepat dan kemudian mencampurkan larutan ke dalam missible pelarut, diikuti oleh disperse pada substrat sehingga mikropartikel kompleks akan terbentuk (Oikawa *et al.*, 2000). Mikropartikel yang berhasil disintesis selanjutnya akan difabrikasi ke dalam suatu polimer. Diharapkan dengan adanya polimer maka transfer energi dari ligan dalam kompleks menjadi lebih sempurna sehingga hanya spektrum merah murni dari ion Eu saja yang teramati di daerah hipersensitif 612 nm.

Peng *et al.* (2002) telah melaporkan PMMA sebagai *host* material yang berperan sebagai lapisan *emitter* untuk meningkatkan fotopendarcahaya dari kompleks [Eu(DBM)<sub>3</sub>(phen)], dimana Eu=Europium, (DBM)<sub>3</sub>(phen)=tris(1,3-diphenyl-1,3-propanediono)(monophenanthroline). Penelitian lain yang telah dilakukan oleh para peneliti sebelumnya adalah memfabrikasi kompleks lantanida Europium(III) dan Terbium(III) ke dalam bentuk nanopartikel. Metode yang digunakan dalam mensintesis nanopartikelnya adalah dengan metode sol-gel. Nanopartikel yang dihasilkan juga telah difabrikasikan ke dalam matriks polimer Poli-Vinil Pirolidon (PVP) untuk mengetahui fluoresensi dari kompleks (Quan Li *et al.*, 2001).

Selanjutnya, peningkatan sifat fotopendarcahaya dari komposit Eu[EO3-Pic]/PMMA akan dibandingkan berdasarkan perbedaan substrat sebagai media pelapisan (coating). Pelapisan mikrokomposit dilakukan dengan teknik spincoating. Dalam penelitian ini juga dilakukan sintesis mikrokomposit dengan menggunakan metode in situ atau pencampuran langsung. Metode in situ merupakan metode pembanding yang dilakukan dengan mencampur seluruh

komponen penyusun mikrokomposit Eu[EO-Pic]/PMMA (yaitu garam Eu(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O, EO3, HPic dan PMMA) dalam pelarutnya pada waktu bersamaan. Berdasarkan perbedaan substrat dan dua metode yang digunakan, diharapkan dapat dihasilkan material yang memiliki sifat sebagai fotosensor yaitu dapat menghasilkan fotopendarcahaya dengan intensitas optimal yang memancarkan emisi merah murni sesuai dengan warna dari ion Eu<sup>3+</sup> yang dikandungnya. Material ini nantinya akan dibuat untuk aplikasi OLED (*Organic Light Emitting Diode*). OLED merupakan diode bercahaya yang terbuat dari bahan organik. OLED ini berguna untuk display pada layar televisi, peralatan optik, dan sebagainya.

### 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang diatas dapat diketahui rumusan masalah yang akan dipelajari antara lain memfabrikasi mikropartikel kompleks Eu dengan metode represipitasi dan evaporasi, memfabrikasi mikropartikel kompleks ke dalam matrik polimer yang dilapisi pada substrat yang berbeda, mengkaji pengaruh substrat yang digunakan kemudian dilakukan penelitian terhadap metode yang digunakan (metode represipitasi dan evaporasi dengan metode *in situ*), apakah dapat menghasilkan fluoresensi sesuai dengan ion Ln<sup>3+</sup> yang dikandungnya. Hasil yang diperoleh akan dipelajari karakteristiknya dengan instrumen spektrofluorometer dan *particle size analyzer* (PSA).

### 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan utama penelitian ini adalah untuk mengetahui peningkatan sifat fotopendarcahaya dari ion Eu(III) dalam senyawaannya berdasarkan intensitas fluoresensi dan ukuran partikel yang didapatkan dengan metode represipitasi dan evaporasi. Sementara tujuan lain dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1) Membandingkan karakter mikrokomposit dari dua metode yang dilakukan, yaitu metode represipitasi-evaporasi dan metode *in situ*.

2) Mengetahui pengaruh substrat yang digunakan sebagai media pelapisan terhadap sifat fluoresensi dari mikrokomposit kompleks Europium (III)

### 1.4 Batasan Masalah

Ruang lingkup permasalahan dalam penelitian ini adalah dalam mengkompositkan senyawa Eu-EO3-Pic ke matriks polimer polimetilmetakrilat (PMMA) dan melapisinya pada substrat yang berbeda yaitu substrat kaca, substrat aluminum tanpa di amplas (Al-halus) dan substrat aluminum dengan di amplas (Al-kasar),

Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel dari senyawaan Europium dan Spektrofluorometer untuk mengetahui intensitas fluoresensinya.

### I.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan terdiri atas:

### **BAB I PENDAHULUAN**

berisi pendahuluan yang terdiri atas latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah dan sistematika tulisan.

### BAB II TINJAUAN PUSTAKA

berisi tentang informasi dan teori-teori yang mendukung penelitian.

### BAB III METODOLOGI PENELITIAN

berisi tentang diagram alir penelitian, peralatan, bahan dan prosedur yang digunakan dalam penelitian.

### BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

berisi tentang hasil penelitian dan analisis terhadap hasil penelitian tersebut.

### BAB V KESIMPULAN

berisi tentang kesimpulan penelitian.

### DAFTAR PUSTAKA

### BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Lantanida

Lantanida (Ln) adalah kelompok unsur kimia yang terdiri atas 15 unsur, mulai lanthanum (La) sampai lutetium (Lu) pada tabel periodik, dengan nomor atom 57 sampai 71. Secara kimiawi, jari-jari atom unsur-unsur lantanida dari nomor 57 sampai 71 mengalami penurunan artinya semakin besar nomor atom maka semakin pendek jari-jari atom. Fenomena penurunan jari-jari atom ini sebetulnya terjadi pada semua unsur-unsur kimia dalam satu deret periodik. Secara umum, lantanida dibagi menjadi dua kelompok yaitu lantanida ringan (La-Eu) dan lantanida berat (Gd-Lu). Kelompok ini dibagi berdasarkan kelarutannya dalam sistem pelarut yang selalu digunakan dalam prinsip pemisahan, dimana unsur-unsur ringan lebih mudah terlarut daripada unsur berat.

Struktur kimia dan koordinasi dari trivalent kompleks lantanida (Ln <sup>3+</sup>) dengan donor atom oksigen dari ligan polieter merupakan hal yang sangat menarik untuk dipelajari, karena memiliki karakteristik yang unik, dalam menghasilkan perbedaan geometri yang dapat memberikan peningkatkan perbedaan strukturnya [Bunzli *et al*, 2010]. Satu dari ciri unik yang ditunjukkan oleh ion trivalen unsurunsur Ln ialah pengecilan ukuran jari-jari atom atau jari-jari ion dengan bertambahnya nomor atom unsur dari La<sup>3+</sup> sampai Lu<sup>3+</sup>. Sifat ini dikarenakan pengisian elektron orbital 4f yang terlindung oleh orbital 5s dan 5p. Elektron-elektron orbital f yang tidak lengkap diisi tidak memberi kesan kepada medan ligan dan tidak mengambil bagian dalam pembentukan ikatan seperti elektron-elektron orbital d. Reaktivitas elemen lantanida lebih baik daripada transisi logam alkil dan logam golongan (II) (Cotton, 2006). Sifat fisik dari unsur lantanida dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Sifat Fisik Unsur Lantanida (Cotton, 2006)

Unsur	Simb	Nomor	Berat	Jari-jari	Jari-jari
	ol	atom, Z	atı 6	atom (nm)	ion Ln <sup>3+</sup>
		A			(nm)
Itrium	Y	39	88.91	0.178	0.088
Lantanum	La	57	138.91	0.187	0.106
Serium	Ce	58	140.12	0.182	0.103
Praseodimi	Pr	59	140.91	0.182	0.101
um					
Neodimium	Nd	60	144.24	0.182	0.099
Prometium	Pm	61	(145)		0.098
Samarium	Sm	62	150.36	0.180	0.096
Europium	Eu	63	151.97	0.200	0.095
Gadolinium	Gd	64	157.25	0.180	0.094
Terbium	Tb	65	158.92	0.178	0.092
Disprosium	Dy	66	162.50	0.177	0.091
Holmium	Но	67	164.93	0.177	0.089
Erbium	Er	68	167.26	0.175	0.085
Tulium	Tm	69	168.93	0.174	0.086
Yterbium	Yb	70	173.04	0.194	0.085
Lutetium	Lu	71	174.97	0.173	0.084

### 2.2 Europium

Pada tahun 1890, Boisbaudran mendapatkan fraksi dasar dari konsentrat samarium-gadollinium yang memiliki garis spektrum spark yang bukan samarium atau gadolinium. Garis ini akhirnya diketahui miliki unsur europium. Penemuan europium diatasnamakan Demarcay, yang memisahkan unsur tanah jarang dalam kondisir relatif murni pada tahun 1901. Logam murninya baru bisa diisolasi akhirakhir ini. Europium sekarang dibuat dengan mencampurkan Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan logam

lantanum berlebih 10% dan memanaskan campuran ini dalam cawan tantalum pada kondisi vakum. Unsur ini didapatkan sebagai padatan logam berwarna putih seperti perak pada dinding cawan.

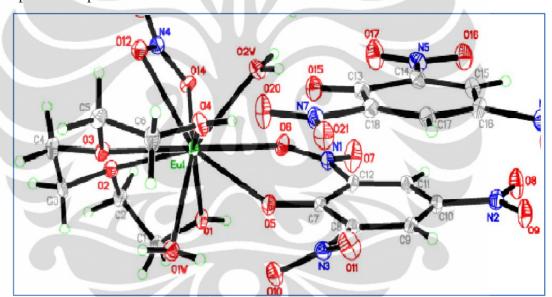
Seperti unsur tanah jarang lainnya, kecuali lanthanum, europium terbakar di udara pada suhu 150°C – 180°C. Europium sekeras timbal dan cukup mudah ditempa. Ia termasuk unsur tanah jarang yang paling reaktif, dan teroksidasi dengan cepat di udara. Menyerupai reaksi kalsium dalam air. Bastnasit dan monazit adalah bijih utama yang mengandung europium. Europium telah dikenali dengan spektroskopi pada matahari dan bintang-bintang tertentu. Ada 1 isotop yang telah dikenali. Isotop europium adalah penyerap neutron yang baik dan sedang dipelajari untuk diterapkan dalam pengendalian nuklir. Oksida europium sekarang digunakan secara luas sebagai aktivator fosfor dan yttrium vanadat-teraktivasi europium digunakan secara komersial sebagai fosfor merah pada tabung televisi berwarna. Plastik yang diberi dopan europium telah digunakan sebagai material laser. Dengan perkembangan teknik pertukaran ion dan proses khusus, harga logam menjadi berkurang dalam beberapa tahun. Adapun Ciri-ciri fisik dari Europium dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Ciri-ciri Fisik dari Europium

Ciri-ciri Fisik					
Fase	Padatan				
Massa Jenis (suhu kamar)	5,264 g/cm <sup>3</sup>				
Massa Jenis cair pada titik lebur	5,13 g/cm <sup>3</sup>				
Titik Lebur	1099 K (826 °C, 1519 °F)				
Titik Didih	1802 K (1529 °C, 2784 °F)				
Kalor Peleburan	9,21 kJ/mol				
Kalor Penguapan	176 kJ/mol				

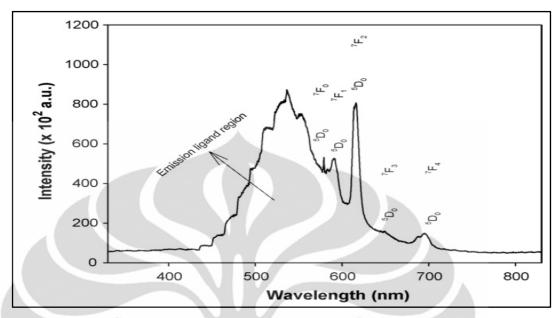
### 2.3 Kompleks Europium

Ion kompleks pada umumnya terbentuk dari kation yang terikat langsung pada beberapa anion atau molekul netral. Ion logam disebut ion pusat, sedangkan anion atau molekul netral yang terikat dengan ion pusat disebut ligan. Dengan kata lain ion kompleks terdiri atas ion pusat dan dikelilingi oleh ligan. Kompleks europium(III)-EO3Pic, [Eu(NO<sub>3</sub>)(Pic)(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(EO3)](Pic)(0.73) H<sub>2</sub>O, memiliki struktur yang unik jika dibandingkan dengan komplek EO3-Ln-Pic lainnya seperti La, Gd, dan Tb. Hal ini dikarenakan satu anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> tetap berkoordinasi dengan ion Eu(III) dan menggantikan satu anion Pic di dalam pusat kompleks, struktur senyawa kompleks dapat dilihat pada Gambar 2.1.



**Gambar 2.1** Struktur kompleks [Eu(NO<sub>3</sub>)(Pic)(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(EO3)](Pic)(0.73) H<sub>2</sub>O dalam padatan pada suhu ruang (Saleh *et al*, 2011)

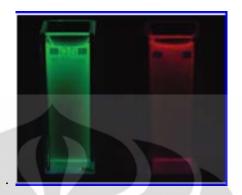
Ion Eu(III) berkoordinasi dengan sepuluh atom oksigen dari satu ligan EO3, satu anion Pic, satu anion nitrat dan dua molekul air. Anion Pic berfungsi sebagai *counter anion* atau penyeimbang muatan. Sintesis kompleks Eu[EO3-Pic] ini sudah dilaporkan sebelumnya (Saleh *et al.*, 2011). Sifat Fotopendarcahaya dari kompleks Eu[EO3-Pic] dalam bentuk padatan memiliki intensitas yang tinggi pada daerah hipersensitif 616,7 nm untuk transisi  ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$ , dapat dilihat pada Gambar 2.2.



**Gambar 2.2** Spektrum Fotopendarcahaya dari kompleks [Eu(NO<sub>3</sub>)(Pic)-(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(EO<sub>3</sub>)](Pic)(0.73) H<sub>2</sub>O dalam padatan pada suhu ruang (Saleh *et al.*, 2011)

Saleh et al (2011) melaporkan bahwa kompleks ini berikatan sangat kuat dengan parameter Judd-Ofelt yaitu 7.59 x 10 $^{-20}$  cm² dengan  $A_{01}$ =50 s<sup>-1</sup> dimana  $A_{01}$  merupakan koefisien Einstein dari emisi spontan diantara  $^5D_0$  dan level stark  $^7F_1$ . Nilai yang relatif tinggi dari intensitas reflek dari parameter  $\Omega_2$  terjadi pada daerah hipersensitif dengan transisi  $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$  dan mengindikasikan bahwa ion Eu(III) berada pada lingkungan kimia dengan kepolaran tinggi. Dalam hal ini, transisi  $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$  mengindikasikan bahwa ion Eu(III) tidak berada dalam kondisi sebagai pusat inversi. Rasio intensitas dari transisi  $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$  ke transisi  $^5D_0 \rightarrow ^7F_1$  digunakan untuk menurunkan koordinasi dan bidang simetri Eu(III). Hal ini dikarenakan, transisi  $^5D_0 \rightarrow ^7F_1$  tidak dipengaruhi oleh lingkungan ligan. Transisi  $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$  dengan intensitas electrik dipole lebih baik daripada transisi magnetik dipole dari  $^5D_0 \rightarrow ^7F_1$ . Intensitas emisi dari transisi  $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$  lebih luas daripada transisi  $^5D_0 \rightarrow ^7F_1$ , yang tetap dengan *non-centrosymmetry* dari ion Eu(III).

Kompleks Eu dalam larutan menghasilkan emisi terang yang berada pada transisi  ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_J$  (J= 0-4, atau 0-6). Salah satu hasil pencahayaan dari kompleks Eu dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Fotograph Kompleks Eu pada radiasi UV dispersi berwarna merah

Intensitas emisi yang terjadi pada seluruh transisi 4f-4f dalam kompleks lebih rendah daripada garam dan oksidanya. Hal ini dikarenakan adanya partisipasi dari kelompok nitro dan anion pikrat di dalam proses *quenching* dan membentuk persamaan degradasi dari energi eksitasi pada transisi senyawa nitro  $\pi^* \rightarrow$ n. Adanya molekul air yang berkoordinasi didalam koordinasi *sphere* akan meningkatkan efisiensi *quencher*. Emisi ligan EO3 dan Pic diperlihatkan pada pada spektrum fotopendarcahaya dari kompleks. Hal ini mengindikasikan bahwa perpindahan energi diantara ligan dan ion Eu(III) tidak sempurna sehingga menyebabkan intensitas emisi dari kompleks  $[Eu(NO_3)(Pic)(H_2O)_2(EO3)](Pic)(0.73)$   $H_2O$  rendah (Saleh, *et al.*, 2011).

### 2.4 Asam Pikrat-Trietilena Glikol

Asam pikrat atau 2,4,6-trinitrofenol (TNP) merupakan senyawa berbentuk padatan berwarna kuning yang bersifat eksplosif. Sifat eksplosif TNP sering digunakan sebagai campuran dalam senjata kemiliteran. TNP merupakan senyawaan fenol yang paling bersifat asam. Struktur kimia dari TNP yaitu suatu senyawa aromatik dengan gugus fungsi dasar senyawa fenol. Pada Gambar 2.4 dapat dilihat struktur kimia dari asam pikrat (TNP).

Gambar 2.4 Struktur Kimia Asam Pikrat

Dalam berbagai penelitian, penambahan anion pikrat dimaksudkan agar dapat menentukan struktur kompleks dengan efek sterik yang kuat. Asam pikrat digunakan untuk menggeser koordinasi dari molekul air serta meningkatkan kekakuan molekul menjadi lebih baik sehingga mencapai sifat efisiensi pendarcahaya yang tinggi [Kusrini *et al*, 2009]. Asam pikrat sering kali dijadikan sebagai aditif agar suatu senyawa kimia memiliki warna sehingga mudah untuk dikarakterisasi.

Trietilen glikol atau EO3 merupakan salah satu jenis polietilen glikol dengan rantai paling pendek. EO3 ini merupakan ligan tetradentat. Ligan tetradentat adalah ligan yang memberikan empat atom donor kepada unsur yang memiliki pasangan elektron bebas atau atom yang terikat melalui ikatan π-konjugasi. Polietilena glikol (PEG) merupakan polieter asiklik yang mengandung gugus alkohol (OH) pada kedua ujungnya. Rumus molekul PEG adalah [HO(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)nH] disingkatkan sebagai EOn yang berbentuk rantai poliasiklik dapat dilihat pada Gambar 2.5.

**Gambar 2.5** Struktur Polietilen Glikol (Peg), dimana n=1,2,3,.. (n=2 untuk Trietilen Glikol (EO3))

Walaupun gugus OH bukan atom yang stabil tetapi gugus ini mampu membentuk ikatan koordinatan dengan ion logam dan menghasilkan kompleks yang stabil. Kumpulan OH ini memiliki fungsi ganda seperti molekul air karena dapat menstabilkan dengan saling berinteraksi, yaitu (i) dengan kation secara berkoordinatan dan (ii) dengan anion melalui ikatan hidrogen sehingga bersifat nukleofilik. Adanya reaksi ini menghalang anion berinteraksi terlalu kuat dengan ion logam sehingga PEG disebut ligan fungsi berganda. Jenis rantai panjang PEG yang biasa dikenal ialah trietilena glikol (EO3) sampai heptaetilena glikol (EO7). Perubahan panjang rantai ligan PEG, ion Ln<sup>3+</sup> dan ion pasangan dalam pembentukan kompleks mempengaruhi bilangan koordinasi. Semakin panjang rantai ligan PEG semakin sedikit jumlah ligan yang diperlukan untuk berikatan dengan ion Ln<sup>3+</sup> karena halangan sterik dalam pengkompleksan menurun.

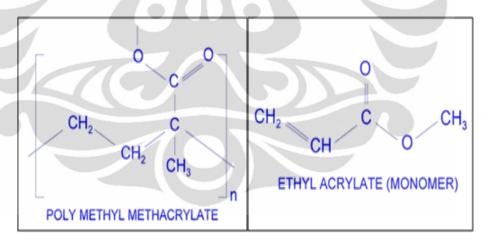
### Sifat Pendarcahaya

Kusrini et al (2009) telah melaporkan tentang studi sifat pendarcahaya dan struktur kompleks yttrium dan lantanida pikrat dengan pentaetilen glikol, dimana ditunjukan kemampuan dari ligan EO5 dan pikrat yang menghasilkan ikatan koordinasi yang memuaskan dari ion Ln(III) sebagai ion pusat dengan bilangan koordinasi yang tinggi. Spektrum pendarcahaya dari ligan HPic menghasilkan emisi dengan peak bergelombang (broad) dengan puncak pada 537 nm (18622 cm<sup>-1</sup>) dengan filter D2. Ikatan yang lemah ditunjukkan dengan adanya kelompok nitro pada transisi  $n \rightarrow \pi^*$  dengan campuran dari intra ligan charge transfer (ILCT) yang diperlihatkan pada daerah 350-425 nm. Pada saat eksitasi, di dalam transisi dari anion aromatik dan dalam panjang gelombang yang pendek, transisi Ln(III) menunjukkan penyerapan energi yang ditransfer untuk daerah eksitasi dari kelompok nitro. Eksitasi secara langsung dari gugus  $NO_2$  diperlihatkan oleh transisi n $\rightarrow \pi^*$ . Energi eksitasi menghasilkan pola yang berbeda, berpindahnya ligan pada level triplet, dimana ligan tersebut merupakan ligan berfluoresensi dan pendarcahaya Ln(III). Perbedaan energi eksitasi pada daerah eksitasi pada gugus  $NO_2^-$  dari anion pic di wilayah transisi n $\rightarrow \pi^*$ terjadi dengan adanya partisipasi dari ILCT didalam kompleks Tb.

### 2.5 Polimetilmetakrilat (PMMA)

Polimetilmetakrilat (PMMA) merupakan polimer yang sudah sering digunakan lebih dari 30 tahun. Polimer ini digunakan untuk berbagai macam produk seperti pesawat, mobil, perangkat elektronik, perhiasan dan sebagainya. PMMA juga digunakan sebagai perangkat medis, bahan tambahan untuk lensa, sistem penyaringan darah, dan sebagainya (Kondyurin dan Bilek, 2011). Kebanyakan plasma dan ion beam memodifikasi fotosesisten PMMA yang tipis yang biasa digunakan dalam mikroelektronik dengan proses microchip.

Polimetil Metakrilat (PMMA) atau polimetil-2-metil propanoate adalah senyawa polimer dengan dasar molekul atau monomer Metil Metakrilat (MMA). Monomer MMA memiliki rumus kimia  $C_5H_8O_2$  dimana terdapat satu ikatan rangkap dari dua atom karbon. Ikatan rangkap ini pada saat polimerisasi akan terputus dan akan mengikat atom karbon dari monomer MMA lain sehingga terbentuklah PMMA. Struktur kimia dari PMMA dan monomernya dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Struktur Polimetil Methacrilat (PMMA) dan Monomer

PMMA dikenal sebagai polimer yang cukup kuat dan memiliki berat material yang ringan. Polimer ini digunakan sebagai alternatif dari polimer Policarbonat (PC). Densitas dari polimer ini adalah 1,17 – 1,20 g/cm. PMMA mudah larut dalam berbagai macam pelarut organik.

Salah satu kegunaan dari PMMA adalah sebagai bahan tambahan dalam pelapisan / coating atau bahan tambahan dalam senyawaan untuk meningkatkan nilai absopsi pada rentang 300 – 400 nm. Menurut Ajayan (2003), nanokomposit polimer merupakan polimer yang memiliki dimensi lebih kecil dari 100 nm, dimana dalam bentuk spotlight di industri dan penelitian laboratorium. Polimer ini umumnya lebih menarik karena merupakan gabungan komposit polimer yang memiliki sifat baru yang lebih baik dari sebelumnya, seperti konduktifitas listrik dari bahan nanostruktur yang disarankan sebagai nanokomposit untuk termoplastik. PMMA sebagai dasar nanokomposit polimer sudah pernah diteliti oleh Prosycevas (2007), dimana struktur polimer PMMA-PET (polietilen tereptalat) digunakan untuk menginvestigasi dan memproduksi nanokomposit polimer silver berdasarkan electron beam evaporation, sistem dispersi yang homogen dapat menghasilkan transmisi cahaya tampak yang baik.

### 2.6 Nanopartikel

Nanopartikel menarik perhatian dibidang ilmiah, karena peranannya sebagai jembatan antara material "bulk" dan struktur atomik (molekular). Nanopartikel didefinisikan sebagai partikel padatan yang terdispersi dengan rentang ukuran 10-1000nm (Mohanraj, 2006). Sintesis material dengan proses aerosol dan koloid dapat dilakukan untuk menghasilkan nanopartikel (dengan diameter kurang dari 100 nm) dari kemurnian yang tinggi dengan sifat fisik dan kimia yang spesifik (Okuyama, 2007). Nanopartikel merupakan partikel dengan ukuran lebih kecil dari 100 nm. Dengan mensintesis nanopartikel, kita dapat memproduksi partikel yang ukurannya lebih kecil dari 100 nm yang dapat merubah sifat dan fungsinya (Dortmund, 2005). Adapun sifat dasar yang dapat berubah antara lain:

- Merubah mekanika kuantum yang berhubungan dengan warna, kekerasan, konduktifitas magnetic dan konduktifitas elektrik
- 2. Luar permukaan menjadi lebih besar sehingga berpengaruh pada perubahan titik leleh, titik didih, reaktifitas, dan efek katalitik

3. Perubahan molekular dapat digabungkan dengan meningkatnya kemampuan dari molekul tersebut sehingga berguna untuk aplikasi baru (Dormund, 2005).

### 2.7 Sintesis Mikropartikel Kompleks

Beberapa laporan tentang metode fabrikasi untuk membuat nanopartikel dan mikrokristal pada senyawa organik dan anorganik, salah satunya metode represipitasi (pengendapan kembali) yang didasarkan pada besar kecilnya kelarutan senyawa organik dalam pelarut yang berbeda. Salah satu metode yang mudah dan murah adalah dispersi pelarut. Metode ini terdiri atas dua klasifikasi, yaitu metode evaporasi pelarut dan metode emulsifikasi spontan atau difusi pelarut. Metode difusi pelarut merupakan modifikasi dari metode evaporasi pelarut. Pada metode difusi pelarut ini akan dicampurkan pelarut kompleks dengan pelarut organik *immiscible* dari pelarut kompleks. Hal ini akan membuat kedua pelarut tersebut berdifusi secara spontan. Selama difusi spontan tersebut akan membentuk pergerakan turbulensi diantara dua fasa tersebut sehingga akan dapat membentuk formasi partikel yang kecil. Pada metode ini diketahui dengan memperbesar konsentrasi dari pelarut kompleks yang digunakan akan memperkecil ukuran dari partikel yang akan dihasilkan.

Semakin besar konsentrasi pelarut kompleks yang digunakan maka ukuran partikel yang dihasilkan menjadi semakin kecil. Penambahan surfaktan dan penggunaan variasi suhu pada metode ini dimaksudkan untuk mengembangkan dan memperkirakan kemungkinan dalam mengontrol ukuran kristal dari PDA tersebut. Komponen akan dilarutkan dalam pelarut yang melarutkan lalu larutan komponen tersebut diinjeksikan menggunakan mikropipet sampai komponen mengendap dan didapatkan mikrokristal dalam larutan yang mengandung pelarut yang tidak melarutkan.

### 2.8 Fotosensor

Secara umum, sensor adalah suatu peralatan yang berfungsi untuk mendeteksi gejala – gejala atau sinyal – sinyal yang berasal dari perubahan suatu energi seperti energi listrik, energi fisika, energi kimia, energi biologi, energi mekanik dan

sebagainya. Suatu peralatan yang memberitahukan kepada sistem kontrol tentang apa yang sebenarnya terjadi dinamakan sensor atau juga dikenal sebagai transduser. Kebanyakan sensor bekerja dengan mengubah beberapa parameter fisik seperti temparatur atau posisi ke dalam sinyal listrik. Oleh karenanya sensor juga dikenal sebagai transduser yaitu suatu peralatan yang mengubah energi dari satu bentuk ke bentuk yang lain. Sedangkan fotosensor adalah peralatan yang berfungsi untuk mendeteksi gejala – gejala atau sinyal – sinyal yang berasal dari sumber cahaya.

Pada penelitian ini, fotosensor diartikan sebagai sensitif terhadap sumber cahaya tertentu pada kondisi yang sesuai, sehingga dengan kata lain suatu material dinyatakan sebagai material yang baik untuk aplikasi fotosensor jika material tersebut yang dapat memberikan fotoluminesensi (fotopendarcahaya) sesuai dengan fotoluminesensi dari ion yang dikandungnya (Hasegawa et al, 2002). Karakterisasi sifat fotosensor yang paling penting adalah mikroskopik fluoresensi, karena karakterisasi dengan fluoresensi menghasilkan selektifitas tinggi dan hanya menyajikan komponen dari ion yang berfluoresensi. Sifat fluoresensi ini berguna untuk mengidentifikasi ada tidaknya kemiripan sifat fotopendarcahaya dari mikropartikel dan komposit yang telah disiapkan dengan kristal besarnya (bulk crystal). Selanjutnya, ukuran molekul yang kecil lebih mudah digunakan karena memiliki lifespan yang panjang.

Sifat fotofisikal menunjukkan bahwa mikropartikel memiliki fitur-fitur pada fase mesoskopik antara satu molekul dan *bulk* kristal, menarik untuk basis ilmiah dan aplikasi mendasar. Materi fisik dan sifat kimia nanopartikel dan mikrokristal sangat menarik, karena ada banyak efek resonansi karena pembentukan permukaan plasmon, yang tidak bisa diamati dalam satu molekul dan bulk kristal (Oikawa, *et al.*, 2000). Oleh karenanya untuk mengetahui ukuran partikel dilakukan karakterisasi dengan menggunakan PSA (*Particle Size Analizer*).

### a. Uji Fluoresensi

Fluoresensi merupakan salah satu tipe *luminescence* yang dipengaruhi oleh panjang gelombang eksitasi elektromagnetik. Artinya, fluoresensi dihasilkan ketika

suatu substansi menyerap (*absorbs*) cahaya pada panjang gelombang yang rendah (dengan energi yang tinggi) dan kemudian mengeluarkan energi pada panjang gelombang yang tinggi (dengan energi rendah). Rentang waktu antara absorpsi dan emisi biasanya relatif dekat, seringkali antara  $10^{-9}$  menjadi  $10^{-8}$  detik. Fluoresensi hanya terjadi pada senyawa aromatik, senyawa heterosiklik dan molekul dengan system konjugasi. Senyawa dengan transisi elektronik  $\pi$ -- $\pi$ \*, mempunyai kemungkinan yang lebih besar untuk berfluoresensi daripada transisi n-- $\pi$ \*.

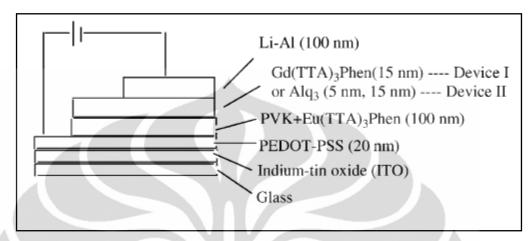
### b. Uji PSA

PSA (*particle Size Analyze*) merupakan alat untuk mengetahui ukuran partikel berdasarkan distribusi volum. Partikel dalam suspense koloid atau emulsi biasanya memiliki ukuran yang sama dan memiliki variasi bentuk. Emulsi dapat diasumsikan seperti bentuk *spherical*. Untuk partikel padatan, bentuknya seperti *spheroidal*. Ukuran partikel berada pada rentang yang lebar.

### 2.9 Europium(III) dan Aplikasinya

Keuntungan utama menggunakan Eu³+ sebagai material pendarcahaya untuk dipelajari kompositnya pada bidang koordinasi pertama adalah *non-degeneracy* dari level ⁵D₀ dan ⁻F₀. Energi yang didapat dari kompleks Eu³+ merupakan transfer dari ligan triplet untuk level ⁵D₀ yang berada pada transisi dari wilayah ground state ¬F₃ ( J = 0-4 ), menunjukkan didalam wilayah spektrum merah. Sistem pendarcahaya dengan dasar lantanida yang dilapisi ke dalam matriks polimer telah banyak diteliti, antara lain disajikan dalam Tabel 2.3 dan menjadi sangat menarik dikarenakan adanya kombinasi sifat spektroskopi yang unik dari kompleks lantanida dengan sifat intrinsik fisika dan kimia dari polimer. Hal ini menjadi sangat potensial didalam mengaplikasikan kompleks lantanida sebagai material pendarcahaya untuk label fluoresensi, *organic light emitting diode* (OLED), *biological imaging*, dan *sensor device* (Forster, *et al.*, 2009).

Adapun bentuk OLED tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.7.



**Gambar 2.7.** Konfigurasi dari device untuk OLED (Zhong *et al.*, 2002)

Gambar 2.7 menunjukkan komponen penyusun (*organic light emitting* diode) OLED yang salah satu material penyusunnya adalah komplek europium yang dikompositkan dalam matrik polimer. Dalan penelitian ini akan dibuat material yang bersifat sebagai fotosensor. Material tersebut adalah Eu[EO3-Pic]/PMMA, diharapkan dapat menghasilkan intensitas fluoresensi yang lebih baik dari PVK+Eu(TTA)<sub>3</sub>Phen (100nm) (Zhong *et al.*, 2002).

Tabel 2.3 Penelitian tentang Europium-Polimer dan metodenya

Peneliti	Judul	Logam/Ligan	Polimer	Cara	Hasil
Oikawa <i>et al</i> . (2000)	Fabrikasi mikrokristal polidiasetilen dalam berbagai tipe dengan teknik represipitasi dan beberapa aplikasi	1,6-di(N-carbazoly)-2-4-hexadiyne (DCHD) / -	Polidiasetilen (PDA)	Metode Represipitasi	Diperoleh mikrokristal dari poly(DCHD)
Li et al. (2001)	Pendarcahaya dari komplek Eu(III) dan Tb(III) dalam matrik Polyvinilpirolin-don	Eu(Hphth) <sub>3</sub> dan Tb(Hphth) <sub>3</sub>	Polivinilpirolidon (PVP)	Mixing	Diperoleh intensitas pendarcahaya yang kuat dari ion Eu <sup>3+</sup> dan Tb <sup>3+</sup> sebagai ion pusat
Peng et al. (2002)	Elektropendarca-haya merah dari kompleks europium yang terdispersi didalam polivinilkarbazol	Eu(DBM) <sub>3</sub> (ph en)	Polivinil-karbazole (PVK)	Spin-coating	

 Tabel 2.3 Penelitian tentang
 Europium-Polimer dan metodenya (Lanjutan)

Hasegawa et al. (2003)	Pendarcahaya polimer yang mengandung komplek Eu(III) mempunyai radiasi yang cepat dan quantum yield yang tinggi	Eu(III)/-(hfa- D) <sub>3</sub> (TPPO) <sub>2</sub>	Polimetil- metakrilat (PMMA) dalam Dimetilsulfooksida (DMSO)	Represipitasi	Diperoleh quantum yield dari pendarcahaya polimer (78±6%) dan kecepatan emisi (1.2 x 10 <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> )
Rosendo <i>et al.</i> (2003)	Sintesis, karakterisasi dan sifat pendarcahaya dari Tb <sup>3+</sup> dan Eu <sup>3+</sup> yang dilapisi pada Polyakrilik	Tb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dan Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Asam Poliakrilik (PAA)		Ion Tb <sup>3+</sup> dapat meningkatkan intensitas emisi dari Eu <sup>3+</sup> , karena adanya transfer energi
Katagiri <i>et al</i> (2006)	Perpindahan energi yang bergantung pada suhu didalam pendarcahaya dari photo-sensitized kompleks lantanida	Tb(III)/ hexafluoroase tilaseton (HFA) dan Tripenil- fospin oksida (TPPO)	Polimetil- metakrilat (PMMA) dalam aseton	Metode Spray- coat	Diperoleh film tipis yang mengandung kompleks Tb dengan sensitifitas termal 13,5%/°C

 Tabel 2.3 Penelitian tentang
 Europium-Polimer dan metodenya (Lanjutan)

Jiu et al. (2006)	Peningkatan fluoresensi dari kompleks europium yang dilapisi dengan kompleks terbium didalam matrik PMMA	Eu(DBM) <sub>3</sub> Ph en dan Tb(DBM) <sub>3</sub> Ph en	Polimetil- metakrilat (PMMA)	Mixing dengan spin-coated	Intensitas fluoresensi dari Eu(DBM) <sub>3</sub> Phen/PMM A dari intramoleku-lar dan intermoleku-lar meningkat dengan adanya transfer energi
Guo et al. (2006)	Sifat Fotopendar-cahaya dan elektropendarcahaya yang baru dari Kompleks Europium	Eu-(BSA) <sub>3</sub> Phen	Polivinilkarbazole (PVK)	Termal evapora-tion method	PVK digunakan untuk membentuk film dan hole-transporting dari komplek Eu.
Ray et al. (2007)	Nanostruktur alumunium film sebagai substrat untuk meningkatkan fluoresensi didalam daerah UV-blue spektral				Alumunium dapat memberikan interaksi elektromagnetik sehingga dapat meningkatkan fluoresensi.

 Tabel 2.3 Penelitian tentang
 Europium-Polimer dan metodenya (Lanjutan)

Forster <i>et al</i> (2009)	Investigasi kalorimetri dari pendarcahaya film polikarbonat yang dilapisi dengan kompleks Eu(TTA) <sub>3</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub>	Eu(III)/ (TTA) <sub>3</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub>	Polikarbonat (PC) dalam aseton		intensitas emisi meningkat dengan meningkatnya konsentrasi dari lantanida di dalam matriks polimer, akan stabil dengan menurunkan suhu.
Saleh <i>et al</i> . (2011)	Fabrikasi dan kajian sifat structural dari kompleks Eu(III)	Eu(III)/EO3Pi			Intensitas fluoresensi yang dihasilkan kompleks tinggi dan merah murni sesuai dengan ion Eu(III) pada daerah hipersensitif 616,7 nm
Virleenda MS	Peningkatan sifat	Eu(III)/EO3-	PMMA	Metode	Intensitas emisi
(present)	Fluoresensi dari Komposit	Pic		Represipitasi-	komposit (substrat Al-
	Europium			evaporasi	kasar) tinggi

### **BAB 3**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

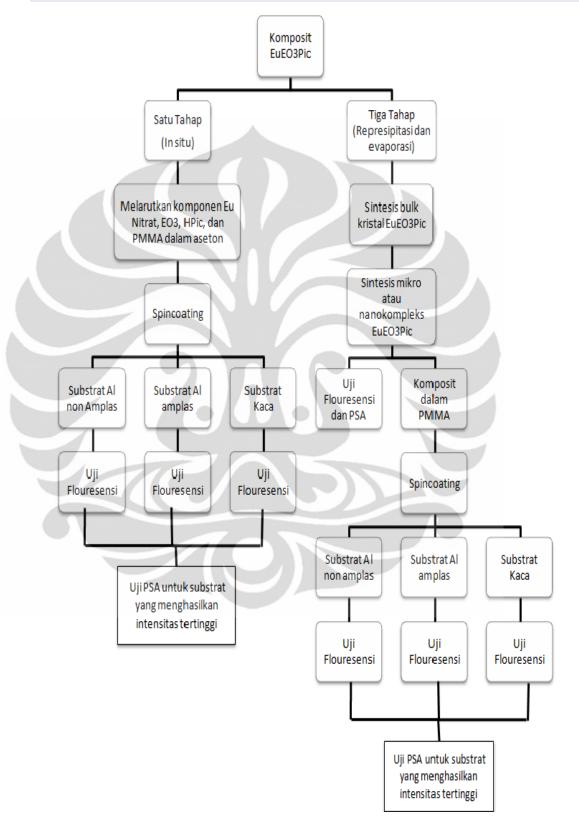
### 3.1. Tahapan Penelitian

Secara garis besar prosedur penelitian yang dilakukan terdiri atas beberapa tahapan..:

- Mensintesis mikropartikel kompleks europium(III)-EO3Pic. (Kristal besar kompleks Eu[EO3-Pic] sudah disintesis dan tersedia dari penelitian sebelumnya)
- 2. Mengkompositkan mikropartikel kompleks Eu[EO3-Pic] ke dalam polimer PMMA
- 3. Memfabrikasi komposit Eu[EO3-Pic] /PMMA dengan metode satu tahap (komponen penyusun kompleks dicampurkan dalam waktu yang bersamaan ke dalam pelarutnya)
- 4. Melapisi substrat kaca, substrat Al dan substrat Al amplas dengan larutan komposit Eu[EO3-Pic] /PMMA baik dari metode tiga tahap maupun metode satu tahap.
- 5. Mengkarakterisasi Mikrokompleks Eu[EO3-Pic] dan komposit mikrokompleks Eu[EO3-Pic] dalam PMMA pada seluruh substrat dengan Spektrofluorometer
- Mengkarakterisasi mikrokompleks Eu[EO3-Pic] dan komposit Eu[EO3-Pic] /PMMA (pada substrat dengan intensitas tertinggi) dengan PSA.

24

## Adapun tahapan penelitian ini dapat di lihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram Alir Tahapan Kerja Penelitian

#### 3.2. Alat dan Bahan

## Adapun alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- 1. Timbangan analitik
- 2. Hotplate
- 3. Mikropipet
- 4. Alat Vortex
- 5. Termometer
- 6. Ultrasonic cleaner
- 7. Spektrofluorometer HITACHI F-2000 (lihat Lampiran 1)
- 8. Particle Size Analyzer (PSA) Malvern Instruments Zetasizer Nano series Nano S (Red Badge) ZEN1600 (Lihat Lampiran 1)
- 9. Photoluminescence Jobin Yvon HR800UV system
- 10. Alat-alat gelas
- 11. Spin Coater

## Bahan-bahan yang digunakan antara lain :

1. Garam Eu  $(NO_3)_3.6$  H<sub>2</sub>O, (grade 99,9% Johnson Matthey Electronics

Milwauke, USA)

- 2. Trietilen glikol (EO3), (99,5% Acros New Jersey, USA)
- 3. Asam Pikrat (HPic), ((NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O, >98% BDH poole, Inggris)
- 4. Bulk kristal [Eu(NO<sub>3</sub>)(Pic)(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>(EO<sub>3</sub>)](Pic)(0.73) H<sub>2</sub>O.
- 5. Pelarut antara lain: Asetonitril, Aseton, Metanol, Kloroform, Aquabides

(Pure analysis Merck)

- 6. Alumunium Foil
- 7. Polimetil Metakrilat (PMMA)
- 8. Substrat: Kaca, Alumunium amplas (kasar), dan Alumunium non amplas

(halus)

#### 3.3. Prosedur Penelitian

Secara garis besar penelitian terdiri atas dua metode yaitu metode reprecipitasi dan evaporasi dengan metode in situ.

## 3.3.1 Metode In Situ

- 1. Melarutkan komponen secara langsung
- 2. Karakterisasi komposit dengan spektrofloresensi
- 3. Karakterisasi dengan PSA

## 3.3.2 Metode Represipitasi dan Evaporasi

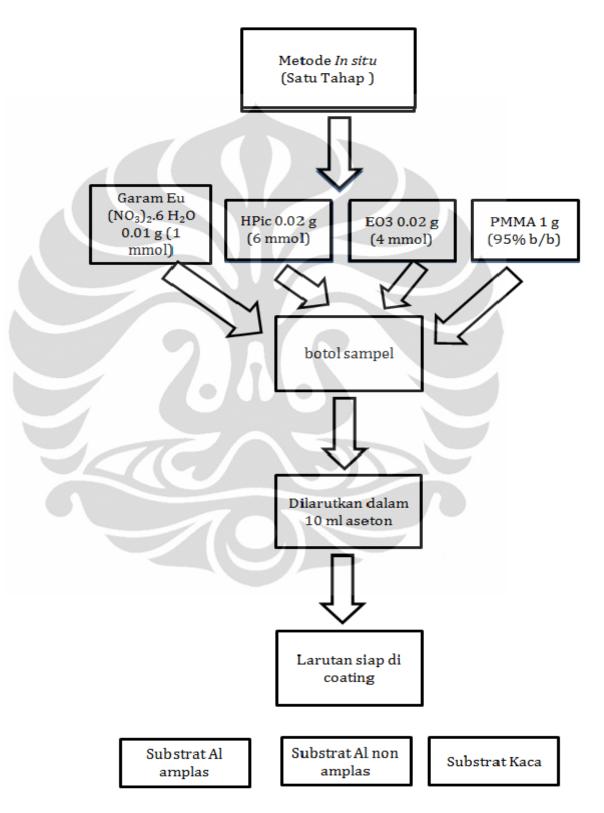
- 1. Sintesis Kompleks Eu[EO3Pic]
- 2. Sintesis mikro atau nanokompleks Eu[EO3Pic]).
- 3. Mengkompositkan kompleks Eu[EO3Pic] ke dalam PMMA.
- 4. Karakterisasi kompleks Eu[EO3Pic] dan komposit Eu[EO3Pic] /PMMA dengan Spektroflourometer dan PSA

Berikut penjabarkan secara lebih lengkap mengenai langkah kerja dari kedua metode penelitian yang dilakukan:

#### 3.3.1 Metode In Situ

- 3.3.1.1 Melarutkan komponen secara langsung
  - Ditimbang Eu(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O seberat 0,01 g, HPic seberat 0,02 g, EO3 seberat 0.02 g, PMMA seberat 0.95 g dimasukkan dalam gelas kimia
  - 2. Dilarutkan dengan 10 ml aseton lalu sampel di aduk hingga larut sempurna
  - Larutan komposit Eu-EO3-Pic/PMMA siap dicoatingkan pada substrat kaca, alumunium amplas dan alumunium non amplas dengan kecepatan 100 rpm selama 2 menit
  - 4. Substrat siap untuk dikarakterisasi

Adapun bagan prosedur kerja untuk metode *in situ* ini dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram Alir Metode In Situ

## 3.3.2 Metode Represipitasi dan Evaporasi

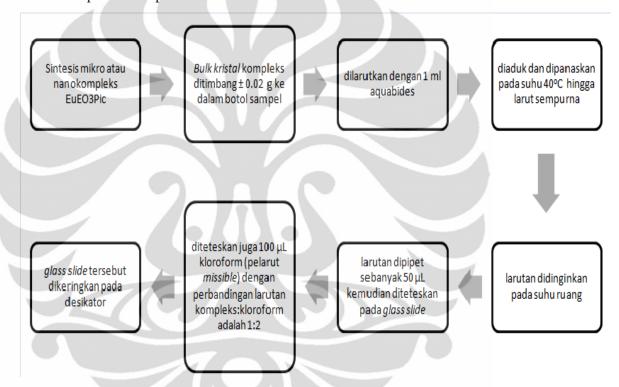
- 3.3.2.1. Tahap pertama: Sintesis Kristal Besar Kompleks Eu[EO3Pic]
  - 1. Ditimbang EO3 seberat 0,454 g (3,0 mmol).
  - 2. Ditimbang HPic seberat 0,917 g (4,0 mmol)
  - 3. Ditimbang  $Eu(NO_3)_3.6H_2O$  seberat 0,434 g (1,0 mmol)
  - 4. Seluruh komponen 1, 2 dan 3 dilarutkan ke dalam 10 mL asetonitril:metanol:air (3:1:1, v/v)
  - 5. Diaduk campuran ini dengan stirer magnetik selama 10 menit dan pada suhu kamar
  - 6. Larutan tersebut didiamkan selama 1-5 hari
  - 7. Selama penyimpanan, larutan tersebut ditutup dengan menggunakan foil alumunium agar penguapan secara lambat berlangsung pada suhu kamar
  - 8. Setelah padatan kristal kompleks terbentuk kemudian disaring dan disimpan dalam botol tertutup untuk karakterisasi berikutnya

Sintesis kristal besar dari kompleks Eu[EO3]Pic telah dilaporkan oleh Saleh (2011)

- 3.3.2.2. Tahap kedua: Sintesis Mikro atau Nanokompleks Eu[EO3]Pic
  - Ditimbang padatan kristal sebanyak ± 0.02 gram kedalam tabung reaksi
  - 2. Dilarutkan padatan kristal ke dalam 1 mL aquabides
  - Diaduk selama 30 menit sampai seluruh padatan kompleks Eu-EO3-Pic larut sempurna kemudian dilanjutkan dengan panaskan larutan pada suhu 40°C
  - 4. Larutan tersebut kemudian didinginkan hingga kembali mencapai suhu kamar
  - Larutan dipipet sebanyak 50 μL dari larutan kompleks Eu-EO3-Pic dengan menggunakan mikropipet, kemudian diteteskan pada glass slide yang telah disterilkan sebelumnya dengan menggunakan alat ultrasonic cleaner

- 6. Setelah diteteskan pada glass slide, diteteskan juga 100 μL kloroform (pelarut *missible*) dengan perbandingan larutan kompleks:kloroform adalah 1:2 sehingga larutan kompleks Eu-EO3-Pic dalam aquabides terdispersi secara merata di *glass slide*.
- 7. Setelah itu *glass slide* tersebut dikeringkan pada desikator.

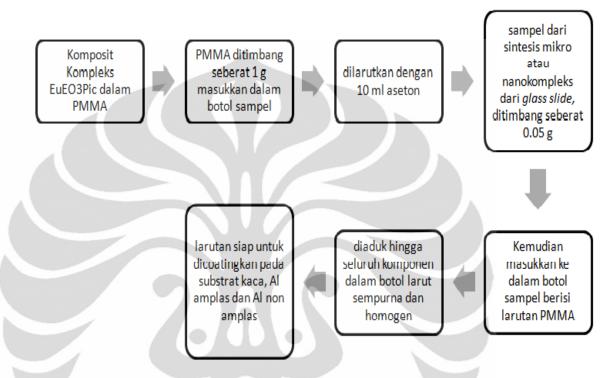
Adapun diagram alir sintesis mikro atau nanokompleks Eu[EO3-Pic] dapat dilihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Diagram Alir Sintesis mikro atau nanokompleks Eu[EO3-Pic]

- 3.3.2.3. Tahap ketiga: Komposit Mikro atau Nanokompleks Eu[EO3-Pic] ke dalam Polimer PMMA
  - 1. Ditimbang PMMA seberat 1 g masukkan kedalam botol sampel
  - 2. Larutkan PMMA dalam aseton 10 ml
  - 3. Ditimbang mikro atau nanokompleks EuEO3Pic seberat 0.05 g kemudian masukkkan kedalam botol sampel berisi larutan PMMA
  - Aduk hingga larut sempurna dan larutan siap dicoatingkan pada substrat kaca, Al amplas dan Al non amplas dengan kecepatan 100 rpm

Diagram alir komposit mikropartikel kompleks Eu[EO3-Pic] dalam PMMA dapat dilihat pada Gambar 3.4 :



Gambar 3.4 Diagram Alir Komposit Kompleks Eu[EO3-Pic] /PMMA

Setelah didapatkan sampel yang sudah dicoating dalam tiga substrat tersebut, maka seluruh sampel baik dari metode satu tahap maupun tiga tahap kemudian dipreparasi untuk selanjutnya dikarakterisasi dengan spektroflouresensi dan PSA. Adapun langkah preparasi sampel untuk uji flouresensi adalah sebagai berikut:

## 3.3.3 Preparasi Substrat sebagai Media Pelapisan

- 1. Substrat yang akan digunakan dibuat dengan ukuran 100 x 100 mm,
- 2. Substrat dibersihkan dengan aseton teknis dalam alat *ultrasonic cleaner* selama 20 menit,
- Setelah itu substrat dibilas dengan aquabides hingga bersih dan dikeringkan dalam oven untuk menghilangkan kandungan air yang tersisa,

4. Substrat siap untuk dilapisi dengan teknik *spin-coating* (Gambar alat *spin-coater* dapat dilihat pada Gambar 3.5).

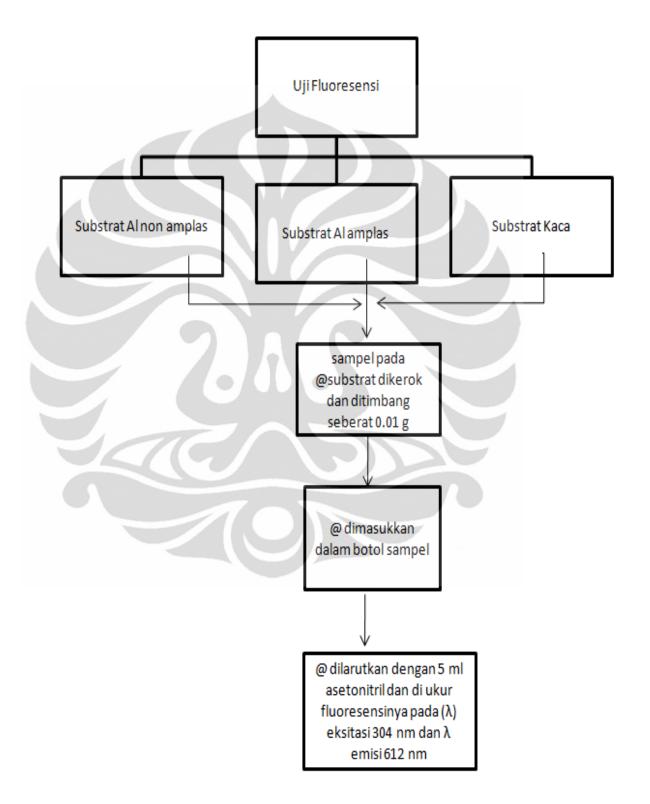
Adapun gambar dari alat spin-coating dapat dilihat pada Lampiran 1

## 3.3.4 Preparasi Sampel untuk Uji Fluoresensi

- 1. Setiap sampel uji ditimbang seberat 0.01 g ke dalam botol sampel
- 2. Sampel tersebut dilarutkan dalam 5 ml asetonitril
- 3. Masing-masing di uji fluoresensinya dengan spektroflourometer HITACHI F-2000 (Gambar 3.7) pada panjang gelombang ( $\lambda$ ) eksitasi 304 nm dan  $\lambda$  emisi 612 nm
- 4. Lakukan perbandingan intensitas fluoresensi
- 5. Sampel dengan intensitas fluoresensi tertinggi kemudian di lanjutkan untuk dilakukan karakterisas dengan PSA

Adapun gambar dari alat spektrofluorometer dapat dilihat pada Lampiran 1

Adapun diagram alir untuk uji fluoresensi untuk metode *in situ* dan represipitasi dan penguapan secara perlahan, dapat dilihat Gambar 3.5.

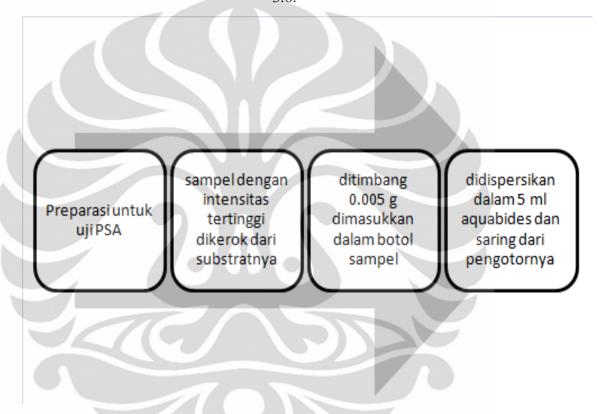


Gambar 3.5 Diagram Alir Preparasi Sampel untuk Uji Fluoresensi

## 3.3.5 Preparasi Sampel untuk Uji PSA

- 1. Sampel ditimbang seberat 0.005 g ke dalam botol sampel
- 2. Disuspensikan dalam 5 ml aquabides
- 3. Larutan siap untuk dikarakterisasi dengan PSA

Adapun diagram alir preparasi sampel untuk uji PSA dapat dilihat pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Diagram Alir Preparasi Sampel untuk Uji PSA

## BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

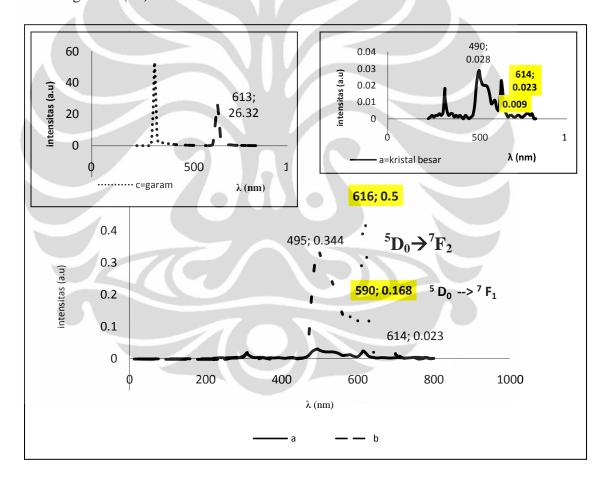
Pada bab ini akan disajikan data-data hasil penelitian beserta pembahasannya yang meliputi hasil uji fluoresensi dari ion Eu(III) dalam bentuk garam, kristal besar, setelah di sintesis ke dalam mikropartikel kompleks Eu[EO3-Pic] dan dalam komposit polimer PMMA. Selain itu juga dibahas pengaruh perbedaan substrat sebagai media dan ukuran partikel dalam kompleks terhadap intensitas fluoresensi Eu[EO3-Pic]. Pengkajian terhadap intensitas fluoresensi juga dilihat berdasarkan metode yang berbeda yaitu metode represipitasi dan evaporasi (secara tiga tahap) dengan metode *in situ* (pencampuran langsung secara satu tahap).

## 4.1 Fluoresensi ion Eu(III) dalam garam, kristal besar dan mikropartikel

Ion trivalent lantanida memiliki sifat fotofisika yang menarik sehingga banyak penelitian yang mempelajarinya dengan membuatnya dalam bentuk kompleks, mikrokristal, atau kristalin padat (Bunzli *et al.*, 2010). Pada penelitian ini, ion Eu(III) telah disiapkan dalam bentuk kristal besar (*bulk* crystal) dari penelitian sebelumnya (Saleh *et al.*, 2011), kompleks dalam bentuk kristal besar (*bulk crystal*) ini lalu disintesis dalam ukuran mikro dengan metode represipitasi dan evaporasi, kemudian mikrokomplek ini dikompositkan ke dalam polimer PMMA dengan teknik *spin-coating*.

Sintesis kompleks Eu(III) dengan ligan polietilen glikol (PEG) sebagai kandidat yang potensial untuk pusat emisi aktif telah dilaporkan dalam penelitian struktural (Saleh *et al.*, 2011). Sintesis kompleks Eu[EO3-Pic], menjadi kristal besar [Eu(NO<sub>3</sub>)(Pic)(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub> (EO3)](Pic)(0.73) H<sub>2</sub>O dilakukan dengan mereaksikan garam Eu(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>6H<sub>2</sub>O dengan ligan pengkompleks berupa trietilen glikol (EO3) dan asam pikrat (HPic). Trietilen glikol (EO3) merupakan ligan asiklik yang memiliki kemampuan untuk berkoordinasi dengan ion Eu(III), dimana Eu(III) merupakan ion logam pusatnya. Hal ini merupakan kriteria penting dalam mendesain *organic light emitting diodes* (OLEDs) dengan kualitas tinggi.

Dalam penelitian ini, sifat pendarcahaya dilihat berdasarkan spektrum fluoresensi yang dihasilkan dari ion Eu(III) dalam bentuk garam, kristal besar, dan mikrokompleks.Sebelumnya, masing-masing sampel dilarutkan dalam asetonitril dengan konsentrasi 0,002 M. Karakterisasi senyawa murni dilakukan untuk mengetahui besarnya fluoresensi dari logam Eu(III) tanpa adanya pengaruh ligan pengkompleks EO3 maupun HPic serta untuk mengetahui wilayah serapan maksimal dari logam Eu(III).



Gambar 4.1 Spektrum Fluoresensi Ion Eu(III) dalam kristal besar (a), mikropartikel (b), dan garam (c)

Berdasarkan *auto-detecting* pada alat dapat diperoleh wilayah serapan maksimal dari Eu(III). Menurut Bunzli dan Choppin (1989), wilayah hipersensitif

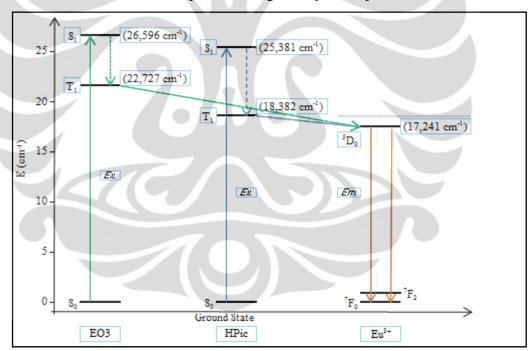
dari Eu(III) berada pada range 610-625 nm yang menunjukkan bahwa ion tidak sebagai pusat inversi, sedangkan pada range 585-600 nm intensitasnya tidak dipengaruhi oleh lingkungan dan menghasilkan sifat optik yang kuat. Untuk data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam garam, kristal besar maupun mikropartikel kompleks berturut-turut dapat dilihat pada Lampiran 2, 3 dan 4. Spektrum fluoresensi yang dihasilkan dari ion Eu(III) dapat dilihat pada Gambar 4.1.

Berdasarkan Gambar 4.1 garis (a), puncak tertinggi terjadi pada panjang gelombang ( $\lambda$ ) 614 nm dengan intensitas 0.023 nm sedangkan pada garis (b) puncak tertinggi terjadi pada  $\lambda$ = 616 nm dengan intensitas 0.5 a.u. Hal ini menunjukkan bahwa Eu(III) dalam bentuk kristal besar maupun mikropartikel didalam kompleks tersebut tidak sebagai pusat inversi dan berada pada transisi hipersensitif  ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$ . Intensitas yang dihasilkan dalam bentuk mikropartikel kompleks lebih tinggi daripada dalam bentuk kristal besar. Hal ini dikarenakan dalam bentuk kristal besar pendarcahaya berada pada wilayah eksitasi orbitasl s (*s-exiton state*) yang jauh lebih stabil daripada orbital f (f-*exiton state*). Menurut Kasai *et al.* (1996), kurva potensial orbital f dan orbital s di dalam mikrokristal menunjukkan perubahan energi yang relatif lebih tinggi dibandingkan kristal besarnya, tetapi perubahan untuk orbital s jauh lebih luas dibandingkan dengan orbital f. Sehingga, perbedaan energi diantara orbital f dan orbital s menjadi lebih kecil dibandingkan pada kristal besar. Hal inilah yang menyebabkan sifat pendarcahaya dari orbital f menjadi lebih kuat.

Pada Gambar 4.1 garis (a) dan (b) menunjukkan adanya *board* peak yang muncul pada wilayah 490 nm dan 495 nm. Hal ini menunjukkan transfer energi yang tidak sempurna dari ligan dan ion Eu(III). Ketidaksempurnaan dari transfer energi ini dikarenakan intensitas emisi yang dihasilkan oleh kompleks Eu[EO3-Pic] rendah. Rendahnya intensitas emisi dari kompleks Eu[EO3-Pic] dan mikrokompleks Eu[EO3-Pic], disebabkan adanya kontribusi gugus nitro dari anion pikrat didalam larutan dan membentuk persamaan degradasi energi eksitasi pada transisi  $\pi^* \to n$  dari senyawa nitro. Selain itu, molekul air dibidang koordinasi dalam juga dapat menghambat terjadinya transfer energi dari ligan dan ion Eu(III) menjadi tidak sempurna. Oleh karena itu, Eu(III) dalam garam yang diperlihatkan oleh garis (c) menghasilkan

intensitas yang lebih besar yaitu 26,32 a.u pada  $\lambda$ = 613 nm. Tingginya intensitas yang dihasilkan Eu(III) dalam garam dikarenakan tidak adanya pengaruh dari anion pikrat. Fenomena ini bersesuaian dengan penelitian yang telah dilaporkan oleh Saleh *et al.* (2011), dimana sifat pendarcahaya dari padatan kristal besar komplek Eu<sup>3+</sup> itu lebih rendah daripada dalam garamnya. Gambar 4.1 garis (a) dan (b), puncak juga muncul pada  $\lambda$ =580 nm dan 590 nm dengan intensitas berturut-turut 0,011 a.u dan 0,168 a.u, rentang panjang gelombang 585-600 nm pada Eu(III) memiliki transisi  $^5D_0 \rightarrow ^{7F}_1$ . Transisi ni menunjukkan bahwa ion Eu(III) memiliki karakter dipole magnetik yang murni dan aktifitas optik yang kuat [Bunzli dan Chopiin, 1989].

Mekanisme transfer energi yang menyebabkan nilai intensitas dari kompleks Eu[EO3-Pic] lebih rendah daripada dalam garamnya ditunjukkan oleh Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Mekanisme Transfer Energi Ligan EO3 dan HPic dengan ion Eu(III)

Sebelumnya ligan EO3 dan HPic juga telah dilakukan karakterisasi fluoresensi dan diperoleh eksitasi maksimal pada 376 nm untuk EO3 dan 544 nm untuk HPic. Dari data tersebut dapat diketahui energi level terendah *triplet-state* untuk EO3 adalah pada 22727 cm<sup>-1</sup> dan 18382 cm<sup>-1</sup> untuk HPic. Untuk fluoresensi mikropartikel

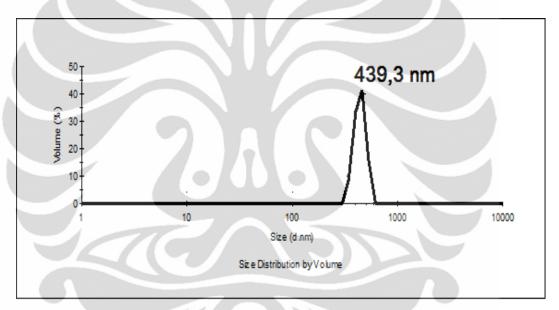
Eu[EO3-Pic] telah diketahui memiliki transisi hipersensitif pada  $\lambda$ =612 nm. Dari data ini dapat dihitung bahwa energi level Eu(III) adalah sebesar 17241 cm<sup>-1</sup>. Perpindahan energi balik dari ion Eu(III) yang terjadi adalah dengan ligan HPic, dimana selisih antara *triplet-state* (T<sub>1</sub>) energi level HPic dengan fluoresensi state ion Eu(III) kurang dari 2000 cm<sup>-1</sup>, sedangkan selisih *triplet-state* (T<sub>1</sub>) energi level EO3 dengan ion Eu(III) cukup besar, yaitu 5486 cm<sup>-1</sup>. Hal inilah yang menyebabkan fluoresensi dari mikropartikel Eu[EO3-Pic] cukup berbeda jauh dari fluoresensi senyawa murni Eu(III).

## 4.2. Fluoresensi ion Eu(III) berdasarkan ukuran partikel

Kompleks monomerik lantanida memiliki intensitas pendarcahaya yang menarik dan sangat potensial untuk digunakan sebagai material fotooptik dan *devices* (Daiguebonne, *et al.*, 2007). Menurut Oikawa (2000), mikrokristal atau nanopartikel, yang fase mesokopiknya berada diantara satu molekul dan satu kristal besar merupakan suatu terobosan baru dalam aplikasi optik dan elektronik. Dalam penelitian ini, kristal besar dari Eu[EO3-Pic] yang terbentuk difabrikasi dalam ukuran mikro dengan metode represipitasi dan evaporasi. Pada prinsipnya metode represipitasi dan evaporasi, yaitu melarutkan kompleks ke dalam pelarut yang tepat dan kemudian mencampurkan larutan ke dalam *missible* pelarut, diikuti oleh penguapan dispersi pada substrat sehingga kompleks akan terbentuk.

Menurut Saleh *et al* (2011), komponen kompleks [Eu(NO<sub>3</sub>)(Pic)(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub> (EO3)](Pic)(0.73) H<sub>2</sub>O larut dalam dimetil sulfoksida (DMSO), dan aseton, sedikit larut dalam air dan methanol. Komponen ini tidak larut dalam kloroform, etilasetat dan toluene. Pemilihan pelarut yang tepat merupakan hal yang harus diperhatikan, karena dapat berpengaruh pada keberhasilan. Oleh karena itu pada penelitian ini, kompleks Eu[EO3-Pic] dilarutkan dalam aquabides dan dipanaskan pada suhu 40°C sampai larut sempurna. Setelah larut sempurna akan dihasilkan warna larutan kuning jernih. Selanjutnya larutan ini diteteskan pada substrat kaca (media) dan mendispersikannya dengan pelarut *immisible*-nya yaitu kloroform. Perbandingan larutan kompleks dengan pendispersi adalah 1:2 (Hasyim, 2011).

Walaupun kompleks lantanida sedikit larut dalam air (aquabides) namun dalam penelitian ini, aquabides tetap digunakan sebagai pelarut *missible* dari kompleks Eu[EO3-Pic] karena ikatan koordinasi molekul air bersifat *reversible* dan tidak merusak struktur kristal dari senyawa yang mengandung ion Eu (III) (Daiguebonne, 2007). Proses hidrolisis dengan larutan netral (pH=7), akan menyebabkan konsentrasi yang hampir sama dari ion Eu(III) dan monohidroksi Eu(OH)<sup>2+</sup>, sedangkan pada larutan dengan konsetrasi tinggi (pH>7), akan terbentuk koloid dan akhirnya akan mengendap (Bunzli and Choppin, 1989).



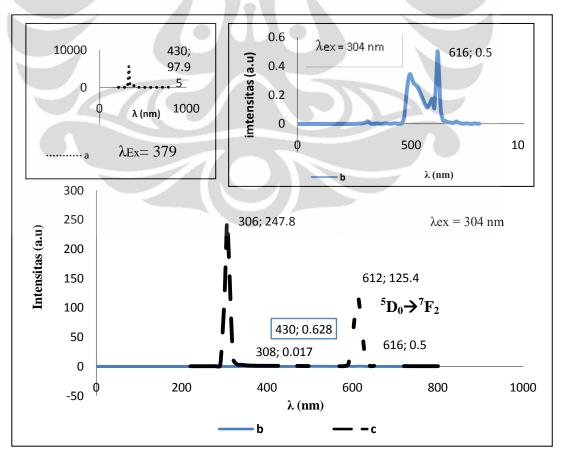
Gambar 4.3. Ukuran Distribusi Mikrokompleks Eu[EO3-Pic] berdasarkan Sebaran Volum

Metode dispersi pelarut dapat dilakukan dengan cara evaporasi dan difusi pelarut. Difusi pelarut akan mengakibatkan terjadinya pergerakan yang turbulen didalam dua fasa pelarut sehingga akan membentuk partikel yang lebih kecil. Komponen yang dilarutkan dalam pelarut yang melarutkan akan mengendap sehingga dihasilkan mikrokristal dalam larutan yang mengandung pelarut yang tidak melarutkan dengan ukuran yang lebih kecil (Okuyama *et al.*, 2007). Pada penelitian ini, hasil fabrikasi mikropartikel kompleks diperlihatkan berdasarkan distribusi volum dari kompleks Eu[EO3-Pic]. Gambar 4.3. menunjukkan sebaran volume dari kompleks Eu[EO3-Pic] berada pada ukuran mikro yaitu sebesar 439,3 nm. Semakin

kecil ukuran suatu partikel maka sifat pendarcahayanya akan meningkat. Oleh karenanya intensitas emisi yang dihasilkan pada kompleks Eu[EO3-Pic] dalam ukuran mikro menjadi lebih tinggi daripada dalam bentuk kristal besar.

## 4.3 Fluoresensi ion Eu(III) dalam matrik Polimetilmetakrilat (PMMA)

Peningkatan sifat fotopendarcahaya dari komposit ion Eu(III) dan Tb(III) ke dalam matrik polimer *polyacrylic acid* (PAA) dengan kalium persulfat sebagai inisiator telah dilaporkan (Rosendo, *et al.*, 2002). Metode yang digunakan dalam preparasi menjadi suatu hal yang menarik untuk bisa meningkatkan sifat optik dari material komposit. Sifat optik dari material komposit juga dapat diubah berdasarkan ukuran partikel, ukuran distribusi dan bentuk partikel (Prosycevas *et al.*, 2007).



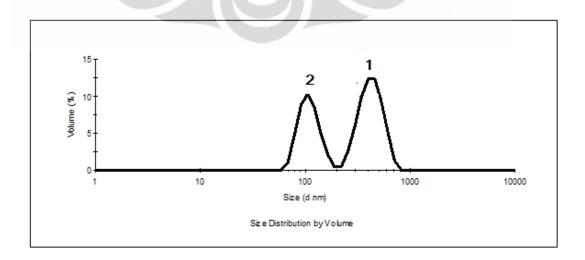
Gambar 4.4 Spektrum Fluoresensi Ion Eu(III) dalam PMMA murni (a), mikrokompleks (b) dan mikrokomposit (c)

Dalam penelitian ini, 5% (b/b) mikrokompleks Eu[EO3-Pic] dikompositkan dalam 95% (b/b) matriks polimer polimetilmetakrilat (PMMA) dengan pelarut aseton dan dilapisi pada substrat dengan *spin-coating* agar didapatkan campuran yang homogen (Peng *et al.*, 2001; Katagiri *et al.*, 2006). Selanjutnya komposit ini disebut sebagai mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA. Karakteristik fotosensornya diketahui dengan fluoresensi, dimana merupakan karakteristik yang sensitif untuk mendeteksi kestabilan sifat fotofisika secara umum dari suatu sampel. Pada penelitian ini, dilakukan perbandingan intensitas fluoresensi dari ion Eu(III) dalam mikropartikel kompleks Eu[EO3-Pic] dan mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA . Mikrokompleks maupun mikrokomposit ini dilarutkan dalam asetonitril dengan konsentrasi 2% (b/v), karakteristik fotopendarcahayanya dapat dilihat pad Gambar 4.4.

Gambar 4.4 (a), menunjukkan emisi dari PMMA yang berada pada wilayah 430 nm sedangkan Gambar 4.4, (b) dan (c) menunjukkan bahwa di dalam mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA terdapat ion Eu(III). Intensitas yang dihasilkan oleh PMMA setelah dikompositkan dalam kompleks europium akan menurun dari keadaan murninya. Hal ini ditunjukkan dengan menurunnya intensitas fluoresensi PMMA murni (a) 97,95 a.u menjadi 0,628 a.u (c) setelah dikompositkan dalam kompleks europium, sehingga didalam komposit tersebut spektrum emisi dari PMMA tidak terlihat. Gambar 4.4 (b) menunjukkan intensitas fluoresensi ion Eu dalam mikropartikel sebesar 0,5 a.u pada daerah hipersensitif 616 nm sedangkan Gambar 4.4 (c), menunjukkan spektrum fluoresensi dari ion Eu(III) dalam mikrokompositnya dengan puncak pada 612 nm sebesar 125,4 nm. Meningkatnya intensitas fluoresensi ion Eu(III) dalam polimer dikarenakan adanya transfer energi yang efisien dari PMMA kepada Eu(III). Puncak dari Eu(III) pada wilayah 612 nm menunjukkan transisi energi dari <sup>5</sup>D<sub>0</sub> menuju <sup>7</sup>F<sub>2</sub>. Artinya, transfer energi dari PMMA ke Eu (III) merupakan mekanisme emisi-reabsorpsi. Intensitas PMMA dalam mikrokomposit menjadi lebih rendah daripada dalam keadaan murninya dikarenakan energinya berpidah kepada ion Eu(III). Dengan kata lain, intensitas fluoresensi dari ion Eu(III) akan meningkat dengan adanya polimer.

Meningkatnya intensitas fluoresensi yang dihasilkan oleh komposit tersebut dikarenakan polimer dapat meminimalisir terjadinya gangguan dari lingkungan sekitar kompleks sehingga intensitas fluoresensi akan menjadi lebih tinggi (Li *et al.*, 2001). Selain itu polimer juga menyebabkan intensitas transisi *electric dipole* pada daerah hipersensitif Eu(III) <sup>5</sup>D<sub>0</sub>→<sup>7</sup>D<sub>2</sub> menjadi lebih kuat. Hal ini membuktikan bahwa PMMA merupakan kandidat substrat yang baik untuk aplikasi optik (Prosycevas *et al.*, 2007) dan jika PMMA dijadikan sebagai suatu *host* material dalam desain OLED maka ia akan berfungsi sebagai emitting layer yang dapat meningkatkan intensitas fotopendarcahaya dari kompleknya, sebagaimana yang telah dilaporkan oleh Peng, et. al.(2001). Nilai intensitas ini juga membuktikan bahwa sifat pendarcahaya dari ion Eu(III) akan meningkat jika disiapkan dalam bentuk komposit dengan polimer tertentu (Foster, *et al.*, 2008).

Ukuran partikel dari komposit Eu[EO3-Pic]/PMMA berdasarkan distribusi volum dari partikelnya ditunjukkan dengan Gambar 4.5 dan dirangkumkan dalam Tabel 4.1. Gambar 4.5 menampilkan dua puncak dengan ukuran partikel yang berbeda. Pada Tabel 4.1, puncak pertama (1) menunjukkan ukuran partikel sebesar 426,8 nm dengan sebaran volum 59,7 % sedangkan puncak kedua (2) menunjukkan ukuran partikel sebesar 110,3 nm dengan sebaran volum 40,3 %.



**Gambar 4.5** Ukuran Distribusi Mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA berdasarkan Sebaran Volum pada Metode Represipitasi dan Evaporasi

Partikel dalam komposit Eu[EO3-Pic]/PMMA ini jauh lebih kecil jika dibandingkan dengan ukuran partikel sebelum dikompositkan dengan PMMA (Gambar 4.3). Hal ini menunjukkan bahwa komposit terdispersi secara sempurna di dalam aquabides namun kurang homogen sehingga menghasilkan dua puncak dengan ukuran partikel yang berbeda. Metode represipitasi-evaporasi cukup efektif untuk memperkecil ukuran dari partikel dalam komposit tersebut.

**Tabel 4.1** Ukuran Partikel Mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA berdasarkan Sebaran Volum pada Metode Represipitasi dan Evaporasi

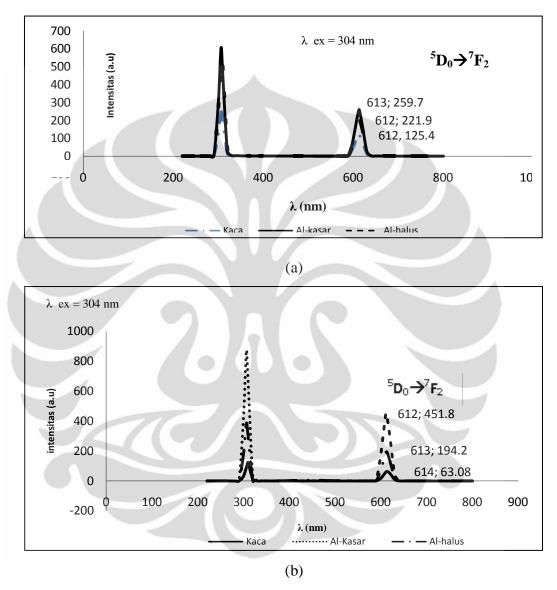
Puncak	Ukuran partikel (nm)	% Volum	Lebar (nm)
1	426.8	59.7	108.4
2	110.3	40.3	24.65

Partikel dalam komposit ini memiliki ukuran diatas 100 nm maka partikel ini termasuk dalam partikel berukuran mikron. Selanjutnya, untuk membuat partikel dalam komposit menjadi lebih kecil dengan ukuran yang sama maka perlu dilakukan variasi perlakuan terhadap suhu, pelarut dan konsentrasi. Berikutnya tinggi rendahnya intensitas fluoresensi yang dihasilkan dalam komposit juga dikaji berdasarkan perbedaan substrat (media).

# 4.4 Fluoresensi ion Eu(III) pada mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA dalam substrat yang berbeda

Dalam penelitian ini, digunakan substrat yang berbeda sebagai media pelapisan antara lain adalah (substrat) tersebut antara lain adalah kaca, alumunium dengan permukaan halus (Al-halus) dan alumunium dengan permukaan kasar atau

pengamplasan (Al-kasar). Berikut adalah perbandingan spektrum fluoresensi berdasarkan metode represipitasi dan evaporasi dengan metode insitu.



**Gambar 4.6** Spektrum fluoresensi mikrokompleks Eu[EO3-Pic]/PMMA dengan substrat berbeda pada (a) Metode Represipitasi dan Evaporasi serta (b) metode in situ

Berdasarkan Gambar 4.6, terlihat bahwa spektrum emisi dari mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA yang dilapiskan pada substrat yang berbeda menghasilkan puncak pada wilayah hipersensitif dari ion Eu(III). Hal ini menunjukkan transfer

energi yang maksimal dari PMMA kepada kompleks Eu[EO3-Pic], baik yang dicoatingkan pada substrat kaca, Al-halus maupun Al-kasar.

Intensitas fluoresensi yang dihasilkan ion Eu dalam mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA pada panjang gelombang eksitasi 304 nm (a) metode represipitasi dan evaporasi antara lain: untuk substrat kaca, substrat al-halus dan substrat al-kasar berturut-turut adalah 125,4 a.u, 221,9 a.u, dan 259,7 a.u, sedangkan (b) metode in situ antara lain: untuk substrat kaca sebesar 63.08 a.u, substrat al-halus sebesar 194.2 a.u dan substrat al-kasar sebesar 451.8 a.u. Berdasarkan data ini, dapat diketahui bahwa intensitas fluoresensi yang dihasilkan ion Eu dalam mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA pada kedua metode memberikan kecenderungan yang sama yaitu akan lebih tinggi jika dilapiskan pada substrat (media) alumunium.

Pada substrat kaca menghasilkan intensitas yang lebih rendah dibandingkan dengan dua substrat lainnya karena substrat kaca cenderung mereduksi fluoresensi dan lebih meningkatkan fotostabilitas dari *fluorophores* dengan panjang gelombang eksitasi dan emisi pada daerah visible (Ray et al., 2007). Lain halnya dengan substrat al-halus dan al-kasar, intensitas fluoresensi ion Eu(III) dalam mikrokompositnya pada substrat alumunium cenderung lebih tinggi dari substrat kaca. Hal ini bersesuaian dengan pernyataan Ray et al (2007) yang mengatakan bahwa alumunium sebagai substrat dapat meningkatkan intensitas fluoresensi. Perbedaan nilai intensitas dari dua substrat ini dipengaruhi oleh kondisi permukaan substrat.

Substrat al-halus memiliki struktur permukaan yang lebih halus daripada substrat al-kasar. Proses pengamplasan pada al-kasar ini menyebabkan alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dalam substrat tersebut menjadi hilang atau dengan kata lain didalam substrat tersebut sudah tidak mengandung alumina lagi. Hal ini mengakibatkan terjadinya ikatan yang kuat antara ligan dengan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Kekasaran permukaan dari substrat juga memberikan pengaruh terhadap fluoresensi yang dihasilkan (Ray *et al.*, 2007).

Kekasaran lapisan atau *surface roughness* memberikan jalan untuk terjadinya tabrakan cahaya (*plane waves*) pada lapisan yang membuat radiasi pencahayaan sehingga fluoresensi mikrokomposit Eu[EO3-Pic] meningkat. Mekanisme peningkatan fluoresensi pada logam (MEF), ditunjukkan dengan adanya

interaksi elektromagnetik. Interaksi senyawa kompleks dengan partikel logam / metal dari aluminum yang dapat menghasilkan pencahayaan (*plasmons*) yang menyebabkan fluoresensi dapat meningkat pada wilayah serapan maksimalnya. Hal ini dikenal dengan mekanisme *metal-enhanced fluorescence* (MEF). Interaksi elektromagnetik alami yang terjadi antara partikel logam / metal dengan senyawa kompleks lebih dominan dibandingkan dengan interaksi kimiawinya yang menyebabkan mekanisme MEF dapat terjadi. Sejauh ini mekanisme MEF telah dilaporkan untuk lapisan silver dan emas. Substrat aluminum termasuk ke dalam material silver yang harganya lebih murah dibandingkan silver ataupun emas (Ray *et al.*, 2007).

## 4.5 Mengkaji sifat fluoresensi dalam metode yang berbeda

. Dalam pembahasan ini, sifat fluoresensi dikaji dengan membandingkan intensitas yang dihasilkan oleh ion Eu(III) dalam mikrokomposit Eu[EO3Pic]/PMMA berdasarkan substrat yang sama. Perbandingan spektrum fluoresensi dari kedua metode dalam substrat kaca, substrat al-halus dan substrat al-kasar dapat dilihat pada Gambar 4.6, sedangkan ringkasan datanya dapat dilihat pada Tabel 4.2.

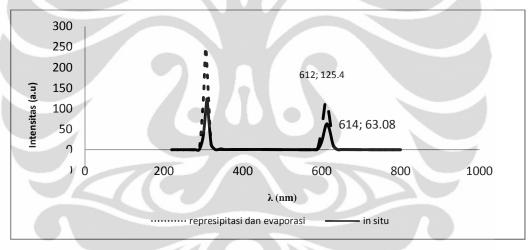
Tabel 4.2. Perbandingan Intensitas Emisi Ion Eu(III) pada Substrat dan Metode berbeda

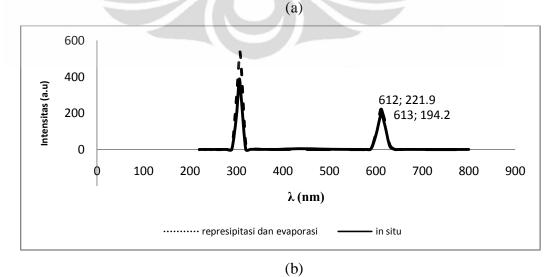
	Intensitas Emisi pada puncak hipersensitif ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$		
G 1	(λ eksitasi) 304 nm		
Substrat	(a.u)		
	Metode Represipitasi dan Evaporasi	Metode In Situ	
Kaca	125,4	63,08	
Al-halus	221,9	194,2	
Al-Kasar	259,7	451.8	

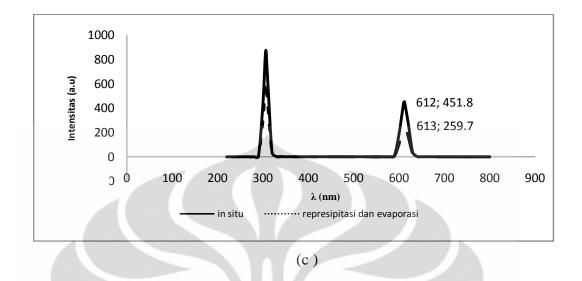
Berdasarkan Gambar 4.6 (dalam pembahasan sebelumnya),baik pada metode represipitasi dan evaporasi maupun pada metode in situ, intensitas fluoresensi ion Eu(III) memberikan hasil yang lebih tinggi jika dicoatingkan pada substrat

alumunium dengan permukaan kasar (Al-kasar). Namun jika intensitas fluoresensi dalam komposit ini dibandingkan berdasarkan substrat yang sama dengan metode yang berbeda maka didapatkan kecenderungan yang berbeda.

Perbandingan metode ini dimaksudkan untuk mengkaji kecenderungan dari pengaruh penggunaan metode yang berbeda terhadap ketiga substrat yang digunakan. Metode in situ dilakukan dengan mencampurkan keseluruhan komponen *raw material* dari mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA yaitu garam europium (Eu(NO<sub>3</sub>)<sub>3.6</sub>H<sub>2</sub>O) 1 mmol, trietilen glikol (EO3) 6 mmol, asam pikrat (HPic) 4 mmol dan polimer polimetilmetakrilat (PMMA) 95%(b/v) yang dilarutkan dalam aseton (Katagiri *et al.*,2006). PMMA dan europium juga lebih mudah larut dalam aseton dibandingkan dalam methanol, air atau pelarut organik lainnya.







**Gambar 4.7** Spektrum fluoresensi mikrokomposit Eu[EO3Pic]/PMMA dengan metode berbeda pada substrat yang sama (a)kaca, (b)al-halus, dan (c) al-kasar

Berdasarkan Tabel 4.2 dan Gambar 4.7, dapat diketahui bahwa intensitas fluoresensi dari mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA yang dilapiskan pada substrat yang sama jika dibandingkan dengan metode yang berbeda akan memberikan hasil yang berbeda. Data pada Tabel 4.2, menunjukkan bahwa dalam substrat kaca intensitas fluoresensi dari mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA lebih tinggi jika prosesnya dilakukan dengan metode represipitasi dan evaporasi, hal ini memiliki kecenderungan yang sama dengan substrat Al-halus. Sedangkan untuk substrat Al-kasar, intensitas fluoresensi dari mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA akan meningkat jika dilakukan dengan metode *in situ*.

Tingginya intensitas yang dihasilkan dari mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA yang dicoatingkan pada substrat Al-kasar dengan metode *in situ* dikarenakan adanya pengaruh anion nitrat yang terkandung di dalam garam europium, Eu(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.6 H<sub>2</sub>O, anion nitrat dapat meningkatkan fluoresensi (Saleh, *et al.*, 2011; Bunzli and Choppin, 1989). Atau dengan kata lain dapat dikatakan bahwa fluoresensi akan meningkat dengan adanya gugus nitro dalam system pengkompleks (Saleh *et al.*, 2011) dan adanya PMMA akan meminimalisir terjadinya gangguan dari lingkungan didalam bidang koordinasi komposit. Hasil analisa memperkirakan,

meningkatnya intensitas ion Eu(III) dalam komposit Eu[EO3-Pic]/PMMA pada substrat al-kasar ini terjadi karena adanya ikatan yang kuat antara ligan dengan ion logam dan anion nitrat. Pengaruh anion nitrat dalam komposit diketahui dari intensitas yang dihasilkan oleh senyawaan Eu yang tidak mengandung pikrat, Eu[EO3]PMMA, yang dicoatingkan pada ketiga substrat. Adapun hasilnya dapat dilihat pada Tabel 4.3.

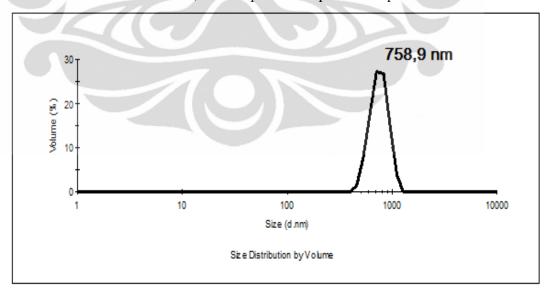
Tabel 4.3 menunjukkan peranan anion pikrat yang bersifat sebagai *quencher* yang dapat mereduksi intensitas fluoresensi. Hal ini tampak dari rendahnya intensitas fluoresensi yang dihasilkan oleh senyawaan europium yang mengandung anion pikrat yang dicoatingkan pada substrat kaca maupun substrat alumunium dengan permukaan halus (Al-halus). Namun pada substrat alumunium dengan permukaan yang kasar (Al-kasar), anion pikrat tidak bersifat sebagai *quencher*, hal ini terlihat dari tingginya intensitas fluoresensi yang dihasilkan ketika komposit mengandung anion pikrat. Kemungkinan dalam substrat al-kasar, kehadiran gugus nitro dari anion pikrat akan menyebabkan sensitifitas dari kompleks Eu[EO3-Pic]/PMMA meningkat karena terbentuknya ikatan koordinasi yang jenuh dengan ion logam Al<sup>3+</sup>, transfer energi dari ion logam Al<sup>3+</sup> (*metal enhanced Fluorescence*) dari substrat Al-kasar ke ion Eu(III) pada senyawaan europium menjadi cukup efisien sehingga didapatkan *quantum yield* yang tinggi dan intensitas fluoresensinya meningkat.

Tabel 4.3 Perbandingan Intensitas Fluoresensi Senyawaan Eu(III) dengan dan tanpa Anion Pikrat

	Intensitas Emisi pada puncak hipersensitif ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$					
	(λ eksitasi) 304 nm					
Substrat	(a.u)					
	Dengan	Anion	Pikrat,	Tanpa	Anion	Pikrat,
	Eu[EO3Pi	c]/PMMA		Eu[EO3	3]/PMMA	
Kaca	63,08		164,2			
Al-halus	194,2			201,2		
Al-Kasar	451.8			441,6		

Quantum yield bergantung pada ligan atau ion logamnya, karena sensitifitas dari ion Eu(III) terjadi dengan adanya perpindahan energi. Efisiensi dari proses perpindahan energi bergantung pada daerah transisi energi dari partikelnya. Interaksi senyawa kompleks dengan partikel logam / metal dari aluminum yang dapat menghasilkan pencahayaan (plasmons) yang menyebabkan fluoresensi dapat meningkat pada wilayah serapan maksimalnya. Hal ini dikenal dengan mekanisme metal-enhanced fluorescence (MEF). Interaksi elektromagnetik alami yang terjadi antara partikel logam / metal dengan senyawa kompleks lebih dominan dibandingkan dengan interaksi kimiawinya yang menyebabkan mekanisme MEF dapat terjadi. Adapun tiga faktor yang dapat meningkatkan sensitifitas dan intensitas pendarcahaya dari kompleks lantanida antara lain ikatan koordinasi yang jenuh, lingkungan yang rigid dan terlindungi, serta adanya orbital elektron yang memadai (sesuai) (Kusrini et al., 2010).

Pengkajian sifat fluoresensi dari metode *in situ* juga dilihat berdasarkan ukuran partikel yang terbentuk dari mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA. Berdasarkan distribusi volume, ukuran partikel dapat dilihat pada Gambar 4.8.



**Gambar 4.8** Ukuran Distribusi Mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA berdasarkan Sebaran Volum pada Metode In situ

Gambar 4.8, menunjukkan bahwa partikel dari komposit Eu{EO3-Pic]/PMMA memiliki ukuran 758,9 nm. Ukuran partikel ini jauh lebih besar jika dibandingkan dengan ukuran partikel yang didapatkan berdasarkan metode represipitasi dan evaporasi (Lihat Gambar 4.5). Perbedaan ukuran ini menunjukkan bahwa pada metode in situ, partikel didalam larutan terbentuk banyak agregat sehingga partikel yang terukur dalam sebaran volumenya menjadi lebih besar. Adapun secara garis besar perbedaan dari metode represipitasi dan evaporasi dengan metode in situ dirangkum dalam Tabel 4.3.

Tabel 4.4 Perbedaan Metode Represipitasi dan Evaporasi dengan Metode In Situ

Kekurangan/Kelebihan	Metode Represipitasi	Metode In Situ
	dan Evaporasi	
Waktu	Lebih lama	Lebih cepat
Media coating terbaik	Kaca dan Al-halus	Al-kasar
dari dua metode		

Tabel 4.4 Perbedaan Metode Represipitasi dan Evaporasi dengan Metode In Situ (Lanjutan)

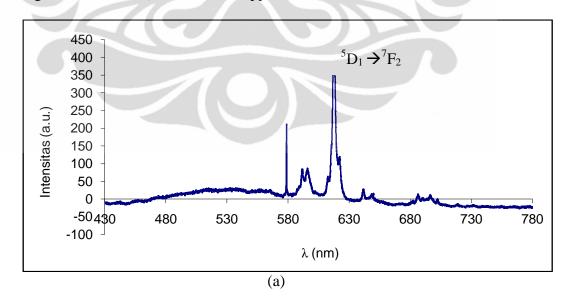
Kekurangan/Kelebihan	Metode Represipitasi	Metode In Situ	
	dan Evaporasi		
Intensitas Fluoresensi	Pada Substrat Al-kasar	Pada Substrat Al-kasar	
tertinggi			
Ukuran partikel komposit	Lebih kecil sekitar 625,5	Lebih besar sekitar 831,4	
yang terbentuk	nm	nm	
Preparasi	Terdiri dari tiga tahap	Hanya satu langkah yaitu	
	yaitu:	mencampurkan	
	Sintesis kristal besar,	komponen penyusun	
	sintesis mikropartikel	senyawaan secara	

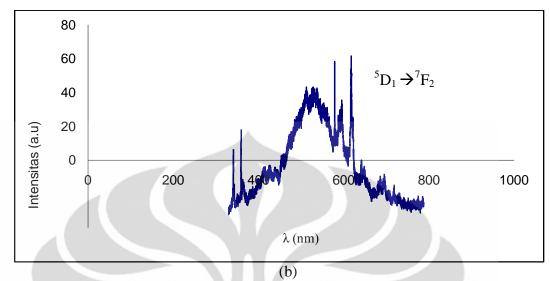
kompleks kemudian	langsung dari raw	
komposit dengan polimer	<i>material</i> nya.	

## 4.6 Fotopendarcahaya dalam keadaan padatan (solid state)

Dalam penelitian ini, sifat fotopendarcahaya dari komposit Eu[EO3-Pic]/PMMA dalam bentuk padatan yang difabrikasi dengan metode represipitasi-evaporasi dan metode in situ, juga dikarakterisasi berdasarkan spektrum fotopendarcahaya. Hasil pengolahan data dari pembacaan alat dapat idlihat pada Gambar 4.9. Berdasarkan Gambar 4.9 baik pada metode represipitasi-evaporasi (a) dan metode in situ (b), spektrum emisi dari ligan EO3 dam Pikrat didalam komposit tersebut dapat diamati dari peak yang tidak lancip (*board*). Hal ini menunjukkan bahwa transfer energi antara ligan dan ion Eu(IIIO tidak sempurna jika komposit Eu[EO3-Pic]/PMMA dalam bentuk padatan (*solid state*). Ketidaksempurnaan transfer energi ini dikarenakan intensitas emisi yang rendah dari kompleks Eu[EO3-Pic].

Gambar 4.9 (a) dan (b) menunjukkan bahwa intensitas fotopendarcahaya berada diantara energi gap T1(L) dan level emisi dari ion Eu(III), namun puncak hipersensitif dari ion Eu(III) tidak tampak secara signifikan. Fotopendarcahaya dari ion Eu(III) dalam mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA dalam padatan lebih sulit diamati jika dibandingkan dalam keadaan larutan (Gambar.4.6.). Hal ini dikarenakan transfer energi dari PMMA ke ion Eu(III) menjadi lebih sempurna dengan adanya anhydrous solution yaitu asetonitril. Asetonitril dalam komposit dapat mengisolasi dan menyimpan atau menyebabkan reaksi koordinasi antara ligan menjadi sangat lemah sehingga dapat keluar lebih cepat setelah terbentuknya kompleks dari reaksi dengan derivat nitro (Bunzli dan Choppin, 1989).





**Gambar 4.9.** Spektrum Fotopendarcahaya mikrokomposit Eu[EO3-Pic]/PMMA berdasarkan (a) metode Represipitasi-Evaporasi dan (b) metode in situ

Berdasarkan Gambar 4.9. (a) dan (b) memberikan spektrum fotopendar-cahaya yang memiliki kecenderungan yang sama. Dalam hal ini transisi  ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$  menunjukkan bahwa ion Eu(III) tidak dalam kondisi sebagai pusat inversi.Transisi  ${}^5D_1 \rightarrow {}^7F_2$  merupakan daerah sensitif dari ion Eu(III). Pada kedua metode puncak hipersensitif dari ion Eu(III) tampak dengan jelas, namun ada penurunan intensitas emisi dari  ${}^5D_0$  menuju  ${}^7F_{0\_4}$  menunjukkan bahwa senyawa Eu berada dalam kelompok triklinik ( $C_1$  dan  $C_2$ ) (Saleh, *et al.*, 2011).

#### **BAB 5**

## **KESIMPULAN DAN SARAN**

## A. Kesimpulan

Dari penelitian tentang Peningkatan Fluoresensi pada Komposit Kompleks Europium Trietilen Glikol Pikrat/PMMA untuk Aplikasi Fotosensor didapatkan kesimpulan sebagai berikut :

- Fabrikasi kompleks Eu[EO3-Pic] dengan metode represipitasi dan evaporasi berhasil dilakukan dengan diperoleh partikel dalam ukuran mikro sebesar 439,3 nm.
- 2. Komposit mikrokompleks Eu[EO3Pic] ke dalam matrik polimer PMMA telah berhasil dilakukan dan didapatkan ukuran rata-rata 268,5 nm dengan metode represipitasi dan evaporasi dan 758,9 nm dengan metode in situ.
- 3. Intensitas Fluoresensi yang dihasilkan dari ion Eu(III) dalam bentuk komposit lebih tinggi daripada dalam bentuk mikrokompleks, kristal besar ataupun garamnya. Dalam bentuk komposit sifat pendarcahaya dari ion Eu(III) untuk aplikasi fotosensor baik jika disiapkan dengan metode represipitasi dan evaporasi.
- 4. Intensitas Fluoresensi yang dihasilkan juga dipengaruhi oleh media pelapisan. Permukaan lapisan yang kasar dan mengandung logam dapat meningkatkan intensitas fluoresensi karena berikatan kuat dengan ligan dari kompleks Eu. Untuk aplikasi fotosensor sebaiknya komposit dicoatingkan pada substrat al-kasar karena menghasilkan intensitas fluoresensi yang lebih tinggi dibandingkan dua substrat lainnya.
- 5. Sifat fluoresensi dari ion Eu(III) pada dasarnya akan meningkat jika disiapkan dalam ukuran partikel yang lebih kecil.
- 6. Sifat fotopendarcahaya dari ion Eu(III) pada komposit dalam keadaan padatan menghasilkan puncak lancip pada daerah hipersensitif  ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_2$  Hal ini mengindikasikan bahwa ion Eu tidak sebagai pusat inversi dan dipengaruhi oleh lingkungan.

#### B. Saran

Pada penelitian selanjutnya, disarankan dilakukan dengan menggunakan variasi polimer, pelarut dengan konsentrasi yang berbeda

sehingga didapatkan material yang memiliki sifat fotopendarcahaya yang lebih baik untuk aplikasi fotosensor.



#### DAFTAR REFERENSI

- Bunzli, J-C.G.,& Choppin, G.R. (1989). Lanthanide Probes in Life Chemical and Earth Science Theory and Practice. Tokyo: Elsevier. 234-270
- Canzler, T.W., Kido, J. 2005. Ecxiton Quenchingin Highly Efficient Europium Complex Based Organic Light-Emitting Diodes. Science Direct. Organik Electronics 7: 29-37
- Chen Fangfang, Bian Zuqiang., & Huang Chunhui. (2009). Progresses in electroluminescence based on europium (III) complexes. *Journal of rare earths*, 27, 345.
- Cotton, S. (2006). *Lanthanide and Actinide Chemistry*. John Wiley & Sons. Ltd. Inorganic Chemistry. 61-83
- Daiguebonne, C., Kerbellec, N., Guillou, O., Bunzli, J-C., Gumy, F., Catala, L., Mallah, T., Audebrand, N., Gerault, Y., Bernol, K.,& Calvez, G. (2008). Structural and luminescent Properties of Micro and Nanosized Particles of Lanthanide Terephthalate Coordination Polymers. *Inorganic Chemistry*. 47: 3700-3708
- Dong Guo, Zhenbo Deng, Chunjun Liang, Peng Lin, Yong Li, & Yizhuang Xu. (2007). The photoluminescent and electroluminescent properties of a new Europium complex. Beijing. ScienceDirect. *Journal of luminescence*, 122-123, 683-686.
- Dormund, iku Gmbh. *Synthetic Nanoparticles*. 2005. Behalf of the Federal Environtment Agency.
- Hasegawa, Y., Yamamuro, M., Wada, Y., Kanesiha, N., Kai, Y., & Yanagida, S. 2003. Luminescent Polymer Containing the Eu(III) Complex Having Fast Radiation Rate and High Emission Quantum Efficiency. Journal of Physical Chemistry. 107: 1697-1702
- Jiu, H., Ding, J., Sun,Y., Bao, J., Gao,C.,& Zhang, Q. 2006. Fluorescence enhancement of europium complex co-doped with terbium complex in a poly(methyl methacrylate) matrix. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 352. 197-202.
- Kasai, H., Kamatani, H., Okada, S., Oikawa, H., & Matsuda., H. 1996. Size dependent colors and luminescences of organic microcrystals. *Journal of Application Physical*. 35: 221-223

- Katagiri, S., Hasegawa, Y., Wada, Y., Kazunori, K., & Yanagida, S. 2006. Temperature-dependent energy transfer in photo-sensitized luminescence of rare earth complexes. *Journal of alloys and compounds*. 408-412: 809-812
- Kondyurin, A., & Bilek., M. 2011. Etching and structure changes in PMMA coating under argon plasma immersion ion implantation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. 269: 1361-1369
- Kusrini, E., Saleh,M.I. 2009. Luminescence and structural studies of yttrium and heavier lanthanide-picrate complexes with pentaethylene glycol, *Inorganic Chimica Acta*, 362, 4025.
- Kusrini, E., Saleh, M.I. Usman., A. 2011. Monomeric and Dimeric Erbium(III) Complexes: Crystal Structure and Photoluminescence Studies. *Journal of Chemical Crystallograph*. 41: 87-97
- Kusrini, E., Saleh, M.I., Yulizar, Y., Za'aba, N.K., Majid, W.H.A. 2011. Samarium (III) picrate tetraethylene glycol complex: Photoluminescence study and active material in monolayer electroluminescent. *Journal of Luminescence*. Article in press.
- Mohanraj, VJ., & Chen, Y. (2006). Nanoparticles-A Review. Nigeria. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 5(1):561-573
- Oikawa, H., Oshikiri, T., Kasai, H., Okada, S., Tripathy, S.K., & Nakanishi, H. 2000. Various Types of Polydiacetylene Microcrystals Fabricate by Reprecipitation Techique and some Applications. *Polymeric Advanced Technology*. 11: 783-790
- Okuyama, K., Wang, W.N.,& Iskandar, F. 2007. Technology Innovation in the Nanoparticle Project Synthesis of Nanoparticles and Nanocomposites. Hiroshima University.237-243.
- Peng, J., Takada, N., Minami, N. 2002. Red electroluminescence of europium complex dispersed in poly(N-vinylcarbazole. *Thin Solid Films*, 405: 224-227
- Prajzler, V., Jerabek, V., Lyutakov, O., Huttel, I., Spirkova, J., Machovic, V., Oswald, J., Chovostova, & D., Zavadil, J. 2008. Optical Properties of Erbium and Erbium/Ytterbium Doped Polymethylmethacrylate. *Acta Polytechica*, Vol. 48 No. 5. 14-21.
- Prajzler, V., Lyutakov, O., Huttel,I., Oswald, J., & Jerabek, V. 2010. Optical and Spectroscopic Properties of Polymer Layer Doped with Rare Earth Ions. Prague. Advanced in Lasers and Electro Optics Book.

- Prosycevas, I., Puiso, J., Guobiene, A., Tamulevicius, S.,& Naujokaitis, R. 2007. "Investigation of Silver Polymer Nanocomposites". *Material Sciences*. Vol. 13, No. 3. 188-192.
- Ray, Krishanu, Mustafa, H., Chowdhury, Lakowicz, & Joseph R. 2007. "Aluminum Nanostructured films as substrate for enhanced fluorescence in the ultraviolet-Blue Spectral Region". *Anaytical Chemistry*, 79, 6480-6487
- Rosendo, A. Flores, M. Cordoba, G., Rodriguez, R., & Arroyo, R. 2003. Synthesis, characterization and luminescence properties of Tb<sup>3+</sup> and Eu<sup>3+</sup> dopes poly(acrylic acid). *Material Letters* 57, 2885-2893
- Saleh, M.I., Kusrini, E. Fun, H.K., & Yamin, B.M. 2008. "Structural and selectivity of 18-crown-6 ligand in lanthanide-picrate complexes", *Journal of Organometry*. Chemstry, 693, 2561.
- Saleh, M.I. Kusrini, E., Saada, Bahruddin., Funb, Hoong-Kun., M. Yaminc, & Bohari. 2009. Coordination of trivalent lanthanum with polyethylene glycol in the presence of picrate anion: Spectroscopic and X-ray structural studies, *Journal of alloys and compounds*, 474, 428-440
- Saleh, M.I., Kusrini, E., Mohd Sarjidan, M.A., Majid,& W.H. Abd. 2011. Study and Fabrication of Europium Picrate Triethylene Glycol Complex. *Spetrochimica Acta Part A*, 78, 52-58.
- Zhong, G., Kim, K.,& Jin, J. 2002. Intermolecular energy transfer in photo-and electroluminescence properties of a europium(III) complex dispersed in poly(vinylcarbazole). *Synthetic Metals* . 129, 193-198.

## LAMPIRAN 1

SPEKSIFIKASI ALAT:

1. Name: SPEKTROFOTOMETER FLUORESENSI

Merk: HITACHI Tipe: F-2000

Analisa: Untuk menganalisa kualitatif dan kuantitatif senyawa yang

berflouresensi





Keterangan Gambar:

(a) Spektrofluorometer dalam kondisi tertutup

(b) Spektrofluorometer dalam kondisi terbuka

Tempat untuk meletakkan kuvet berisi sampel yang akan di uji fluooresensinya

2. Nama alat: PSA

Merk: Malvern Instruments, Zetasizer Nano Series,  $Nano\ S\ (Red$ 

badge)

Tipe : *ZEN1600* 

3. Nama alat : Spin-coater





LAMPIRAN 2

Data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam garamnya Eu( $NO_3$ )<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O ( $\lambda$ =304 nm):

λ (nm)	Intensitas
	(a.u)
220	0.01
230	0.009
240	0.006
250	0.008
260	0.01
270	0.014
280	0.024
290	0.265
300	24.2
306	52.77
310	42.27
320	3.905
330	2.13
336	2.52
340	2.343
350	1.619
360	1.481
370	1.313
380	1.189
390	1.003
400	0.812
410	0.711
420	0.613
430	0.532
440	0.465
450	0.404
460	0.347
470	0.295
480	0.248
490	0.211
500	0.182
510	0.151

λ (nm)	Intensitas
λ (IIII)	(a.u)
520	0.128
530	0.12
534	0.127
540	0.108
550	0.082
560	0.071
570	0.065
580	0.134
590	0.981
600	10.48
610	25.14
613	26.32
620	17.86
630	2.976
640	0.491
650	0.418
660	0.522
669	0.581
670	0.575
680	0.505
690	0.354
700	0.269
710	0.221
720	0.192
730	0.172
740	0.149
750	0.126
760	0.108
770	0.09
780	0.073
790	0.062
800	0.054

LAMPIRAN 3

Data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam bentuk kompleks Eu[EO3-Pic] ( $\lambda$ =304 nm):

2 ()	Intensitas
λ (nm)	(a.u)
220	-0.008
230	0.001
240	-0.002
250	-0.001
260	0.002
270	-0.002
280	-0.003
290	0.002
300	0.004
309	0.018
310	0.013
320	0.005
330	0.002
340	-0.003
350	-0.003
360	0.001
370	0.002
380	-0.001
390	-0.002
400	0.001
410	0
420	-0.002
430	-0.001
440	0
450	0.001
460	0.002
470	0.008
480	0.021
490	0.028
495	0.029
500	0.025

λ (nm)	Intensitas
` ′	(a.u)
510	0.021
520	0.02
530	0.02
540	0.019
550	0.015
560	0.009
570	0.01
580	0.011
590	0.006
600	0.005
610	0.016
614	0.023
620	0.018
630	0.006
640	0.003
650	0.001
660	-0.002
670	-0.002
680	-0.001
690	-0.001
700	0.002
710	0.002
720	0.001
730	0.001
740	-0.002
750	-0.003
760	-0.003
770	-0.002
780	-0.003
790	0
800	0

## LAMPIRAN 4

Data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam bentuk mikrokompleks dengan metode represipitasi dan evaporasi ( $\lambda$ =304 nm):

λ	Intensitas
(nm)	(a.u)
220	-0.003
230	-0.001
240	-0.002
250	-0.003
260	-0.001
270	0.001
280	0.001
290	0.003
300	0.008
308	0.017
310	0.015
320	0.002
330	-0.001
336	0
340	-0.001
350	0.002
360	0
370	-0.002
380	0
390	0.002
400	0
410	-0.001
420	0.001
430	0.003

λ	Intensitas
(nm)	(a.u)
440	-0.001
450	0
460	0.004
470	0.051
480	0.215
490	0.328
495	0.344
500	0.33
510	0.284
520	0.268
530	0.248
540	0.214
550	0.177
560	0.138
570	0.111
572	0.114
580	0.13
590	0.168
593	0.171
600	0.118
602	0.106
610	0.292
616	0.5
620	0.438

λ	Intensitas
(nm)	(a.u)
630	0.104
640	0.022
650	0.019
660	0.011
670	0.008
680	0.007
681	0.004
690	0.007
699	0.015
700	0.011
710	0.007
720	0.001
730	-0.001
740	0.002
742	0.002
750	0.002
760	-0.002
770	-0.001
780	0.002
790	-0.001
800	0

LAMPIRAN 5

Data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam bentuk mikrokomposit pada substrat kaca dengan metode represipitasi dan evaporasi:

EX	304 nm
nm	Ι
220	-0.007
230	0.022
240	0.026
250	0.03
260	0.045
270	0.072
280	0.13
290	1.31
300	119.2
306	247.8
310	190.7
320	12.96
330	2.916
340	2.487
350	1.573
360	1.14
370	0.897
380	0.764
390	0.727
400	0.723

410	0.704
420	0.663
430	0.628
440	0.604
450	0.582
460	0.558
470	0.495
480	0.413
490	0.351
500	0.295
510	0.246
520	0.216
530	0.189
540	0.163
550	0.147
560	0.139
563	0.137
570	0.154
580	0.256
590	3.829
600	51.36
610	121.5

612	125.4
620	79.02
630	12.08
640	0.732
650	0.723
660	0.649
670	0.513
680	0.513
690	0.356
700	0.268
710	0.194
720	0.149
730	0.122
740	0.101
750	0.087
760	0.076
700	
770	0.068
	4
770	0.068
770 780	0.068 0.063

LAMPIRAN 6

Data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam bentuk mikrokomposit pada substrat Al-halus dengan metode represipitasi dan evaporasi:

EX	304 nm
nm	I
220	-0.013
230	0.022
240	0.033
250	0.045
260	0.068
270	0.107
280	0.209
290	2.791
300	285.9
307	536.6
310	469.9
320	30.8
330	3.686
340	3.274
350	2.239
360	1.62
370	1.196
380	0.976
390	0.854
400	0.823
410	0.765

420	0.712
430	0.666
440	0.635
446	0.616
450	0.631
455	0.703
460	0.621
470	0.531
480	0.472
490	0.398
500	0.329
510	0.278
520	0.263
530	0.238
540	0.222
550	0.205
560	0.185
562	0.182
570	0.219
580	0.351
590	6.653
600	90.22
610	218.3

612	221.9
620	151.2
630	26.99
640	2.086
650	0.878
660	0.861
670	0.788
680	0.642
690	0.468
700	0.346
710	0.253
720	0.191
730	0.149
740	0.121
750	0.101
760	0.081
770	0.071
780	0.06
790	0.054
800	0.049
800	0.049

LAMPIRAN 7

Data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam bentuk mikrokomposit pada substrat Al-kasar dengan metode represipitasi dan evaporasi:

EX	304 nm
nm	I
220	0.041
230	0.053
240	0.061
250	0.075
260	0.103
270	0.179
280	0.261
290	2.704
300	302.6
306	605.2
310	443
320	28.24
330	3.585
340	3.011
350	2.048
360	1.551
370	1.28
380	1.126
385	1.095
390	1.099
400	1.134
403	1.139

410	1.117
420	1.071
430	1.011
440	0.967
450	0.92
460	0.865
470	0.801
480	0.676
490	0.557
500	0.48
551	0.259
555	0.273
559	0.259
510	0.41
520	0.361
530	0.324
540	0.288
550	0.262
560	0.255
570	0.29
580	0.388
590	6.388
600	103.8
610	239.5

613	259.7
620	168.4
630	26.11
640	1.965
650	0.9
651	0.894
656	0.937
660	0.897
670	0.783
680	0.624
690	0.451
700	0.34
710	0.266
720	0.213
730	0.178
740	0.15
750	0.132
760	0.115
770	0.107
780	0.101
	0.000
790	0.099
790 800	0.099

## LAMPIRAN 8

Data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam bentuk mikrokomposit dalam substrat kaca metode  $in\ situ$ :

EX	304 nm
NM	Ι
220	0.015
230	0.009
240	0.011
250	0.015
260	0.021
270	0.027
280	0.047
290	0.406
300	34.12
309	123.9
310	121.2
320	13.33
330	0.588
340	0.535
350	0.39
360	0.345
370	0.331
380	0.312
390	0.32
400	0.396

	410	0.467
	420	0.474
1	430	0.525
	440	0.538
	450	0.536
	457	0.545
	460	0.539
	470	0.48
	480	0.379
	490	0.305
У	500	0.244
	510	0.197
	520	0.162
	530	0.131
7	540	0.107
A	550	0.088
	560	0.077
	570	0.077
	580	0.112
	590	1.294
	600	19.03
4	610	57.81
	300	III TOO TOO

614	63.08
620	49.08
630	8.862
640	0.486
650	0.158
660	0.157
670	0.156
680	0.131
690	0.101
700	0.079
710	0.059
720	0.051
730	0.047
740	0.043
750	0.036
760	0.033
770	0.033
780	0.031
790	0.028
800	0.032

LAMPIRAN 9

Data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam bentuk mikrokomposit dalam substrat Al-halus metode *in situ*.

Ex	304 nm
nm	I
220	0.044
230	0.04
240	0.035
250	0.044
260	0.059
270	0.089
280	0.161
290	1.936
300	186.7
306	386
310	291.4
320	0.01576
330	0.833
340	0.58
350	0.382
360	0.334
370	0.308
380	0.297
390	0.502
400	1.755

410	2.813
420	3.161
430	4.094
434	4.244
440	4.15
450	3.951
460	3.922
470	3.22
480	2.316
490	1.773
500	1.288
510	0.903
520	0.647
530	0.476
540	0.356
550	0.267
560	0.219
570	0.213
580	0.303
590	4.996
600	77.2
610	186.9

613	194.2
620	127
630	18.07
640	1.133
650	0.294
660	0.263
670	0.214
680	0.159
690	0.114
700	0.091
710	0.062
720	0.053
730	0.046
740	0.043
750	0.041
760	0.039
770	0.038
780	0.04
790	0.054
800	0.09

**LAMPIRAN 10** 

Data pengukuran yang diperoleh untuk ion Eu(III) dalam bentuk mikrokomposit dalam substrat Al-kasar metode  $in\ situ$ .

EX	304 nm
NM	I
220	0
230	0.074
240	0.09
250	0.113
260	0.153
270	0.228
280	0.409
290	5.08
300	442.6
306	871.6
310	651.8
320	35.48
330	1.411
340	0.824
350	0.613
360	0.493
370	0.42
380	0.353
390	0.347
400	0.426
410	0.478
420	0.515
430	0.597
440	0.649
450	0.779
460	0.932
468	1.006
470	1.003
480	0.869
490	0.789
500	0.695
510	0.6
520	0.611
530	0.586

540	0.556
550	0.517
560	0.493
570	0.522
580	0.736
590	12.47
600	188.1
610	441.1
612	451.8
620	281.4
630	38.74
640	2.399
650	0.603
660	0.494
670	0.359
680	0.26
690	0.204
700	0.165
710	0.119
720	0.098
730	0.088
740	0.085
750	0.08
760	0.077
770	0.075
780	0.073
790	0.075
800	0.077

