

Pengaruh Konsentrasi Larutan Terhadap Laju Pertumbuhan Kristal Tunggal Garam Rochelle ($\text{KNaC}_6\text{H}_6\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

Ernie Ermaningsih* dan Frida U. Ermawati†
Jurusan Fisika, Universitas Negeri Surabaya 60231 Indonesia
Surabaya 60231 INDONESIA

Intisari

Laju penumbuhan kristal dipengaruhi beberapa hal antara lain sifat zat itu sendiri, suhu (larutan dan lingkungan), dan gangguan mekanik. Makalah ini berisi hasil kerja penelitian tentang pengaruh konsentrasi larutan terhadap laju pertumbuhan kristal tunggal garam Rochelle. Konsentrasi larutan yang digunakan adalah 4,25 M, 4,60 M dan 4,96 M suhu penumbuhan yang digunakan 30° . Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Slow Cooling*. Hasil dari penelitian ini yaitu pada suhu 4,60 M mempunyai laju pertumbuhan yang paling optimum artinya pada konsentrasi tersebut kristal tunggal garam Rochelle dapat tumbuh dengan ukuran yang besar, dan bentuk yang paling sempurna pada waktu yang telah ditentukan (60 jam). Hasil difraksi sinar-X menunjukkan bahwa bahan serbuk dan kristal tunggal garam Rochelle yang ditumbuhkan mempunyai parameter kisi monoklinik, hal ini diketahui setelah nilai d dan 2 dari database dicocokkan dengan data pengukuran dan data perhitungan yang menggunakan rumus parameter kisi monoklinik ($a=11,87\text{\AA}$, $b=14,32\text{\AA}$, dan $c=6,23\text{\AA}$, $\beta = 89,4333^\circ$).

KATA KUNCI: konsentrasi larutan, laju pertumbuhan, garam Rochelle

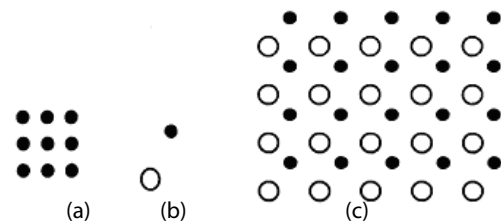
I. PENDAHULUAN

Boyle [1] menyebutkan ada tiga faktor yang mempengaruhi laju penumbuhan kristal, yaitu tingkat kejenuhan, suhu penumbuhan, gangguan mekanik. Dari 3 faktor pokok tersebut di atas, peneliti hanya memfokuskan pada faktor pertama saja, yaitu bagaimana tingkat kejenuhan larutan berpengaruh terhadap laju penumbuhan kristal tunggal garam Rochelle. Dipilih garam Rochelle (GR) sebagai bahan penelitian karena studi literatur menunjukkan bahwa GR relatif aman dipakai dalam penelitian dan kristal tunggal GR dapat ditumbuhkan dengan baik dari larutannya. Metode menumbuhkan menggunakan metode *Slow Cooling*.

II. DASAR TEORI

Kristal adalah padatan yang tersusun atas atom-atom yang berulang dalam 3 dimensi [2]. Hamparan atom-atom yang berhingga tersebut membentuk *lattice*/kisi yang berisi basis. Tiap titik kisi yang berisi basis disebut struktur kristal. Jadi kristal terbentuk dari pengulangan yang tak hingga banyaknya dari struktur kristal-struktur kristal. Gambar 1 adalah ilustrasi hamparan struktur kristal dalam 2 dimensi.

Jumlah ion, atom atau molekul yang menempati tiap titik kisi mempengaruhi struktur kristal. Semakin sedikit atom, ion



Gambar 1: (a) kisi dalam 2 dimensi, (b) Sebuah basis yang terdiri dari 2 atom yang berbeda (c) Struktur kristal = kisi + basis, [2]

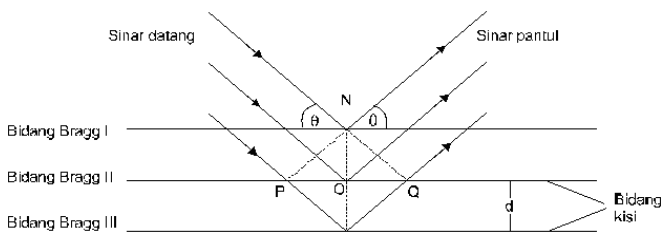
atau molekul yang menempati titik kisi, semakin sederhana struktur kristal tersebut. Kristal sederhana adalah kristal yang memiliki 1 atom tiap basis, sedangkan kristal kompleks terdiri atas beberapa atom, ion atau molekul.

Kristal tunggal (*single crystal*) merupakan kristal yang tersusun teratur dan berulang secara sempurna, membentang tanpa ada gangguan (*interruption*), selain itu kristal tunggal juga memiliki sifat meneruskan cahaya (*light transmitted properties*) karena permukaannya yang tembus pandang (*transparent*). Pada polycrystal, terdiri atas gabungan kristal-kristal kecil (*grain*), tidak dapat meneruskan cahaya karena permukaannya tidak tembus cahaya (*opaque*) dan buram (*translucent*).

Kristal yang terbentuk tidaklah selalu sempurna, mesti terdapat penyimpangan atau ketidakteraturan susunan ion atau atom penyusunnya. Penyimpangan dan ketidakteraturan susunan ion dalam menyusun kristal disebut cacat kristal. Cacat kristal terdiri dari : cacat titik, garis dan permukaan.

*E-MAIL: e_ermaningsih@yahoo.com

†E-MAIL: Frida.dua@yahoo.com



Gambar 2: Hamburan sinar-X pada bidang kristal

Potassium Sodium tetrates Tetrahydrate pertama kali dibuat pada tahun 1675 oleh seorang apoteker bernama Pierre Seignette dikota Rochelle Negara Perancis, *Potassium Sodium tetrates Tetrahydrate* disebut juga *Rochelle* atau *Seignette Salt*. Selain itu garam Rochelle mempunyai nama lain yaitu 2,3-dihydroxy-[R-(R*,R*)]-butanedionic acid, *monopotassium monosodium salt tetrahydrate*. [3]

Garam ini mempunyai rasa asin, dingin dan menimbulkan rasa gatal apabila terkena kulit. Mempunyai warna putih kebiru-biruan. Sistem kristalnya adalah monoklinik dengan sumbu $a \neq b \neq c$ yaitu $a = 11.87 \text{ \AA}$, $b = 14.32 \text{ \AA}$, $c = 6.32 \text{ \AA}$, dengan sudut $\beta = 89.26^\circ - 89.4333^\circ$.

Garam ini mudah sekali larut dalam air pada suhu 20°C , daya larutnya rendah apabila didalam alkohol. Kerapatannya 1,79 dan memiliki titik lebur $70 - 80^\circ\text{C}$ dan titik didih 220°C . Dalam bidang kedokteran, garam ini digunakan sebagai pencemar ringan untuk pasien yang akan operasi.

Larutan merupakan campuran homogen yaitu campuran yang mempunyai sifat dan komposisi yang sama antara satu bagian dengan bagian lain didekatnya (homogen)[4]. Kebanyakan larutan mempunyai salah satu komponen yang besar jumlahnya. Sifat larutan sedikit menyimpang dari sifat pelarut, karena adanya zat terlarut. Komponen yang besar itu disebut pelarut (*solvent*) dan yang lain disebut zat terlarut (*solute*). Penyimpangan itu makin besar apabila komposisi zat terlarut ditambah. Konsentrasi menyatakan komposisi larutan secara kuantitatif. Konsentrasi adalah istilah umum untuk menyatakan bagian zat terlarut dan pelarut yang terdapat dalam larutan. Konsentrasi dapat dinyatakan secara kualitatif, dengan istilah pekat (*concentrated*) dan encer (*dilute*) yang menyatakan bagian relatif zat terlarut dan pelarut didalam larutan Larutan pekat berarti jumlah zat terlarut relatif besar sedangkan larutan encer berarti jumlah zat yang terlarut relatif sedikit. Istilah pekat dan encer digunakan untuk membandingkan konsentrasi dapat dinyatakan sebagai persen massa, fraksimol, molaritas, molalitas dan normalitas

Sinar-X adalah suatu radiasi Elektromagnet dengan panjang gelombang $\lambda = 0.1 \text{ nm}$ yang lebih pendek dibandingkan dengan panjang gelombang cahaya tampak ($\lambda = 400-800 \text{ nm}$). Difraksi adalah peristiwa khusus dari hamburan/ scattering. Terjadi apabila dua atau lebih berkas sinar-X diatas mengenai bidang kristal seperti pada ilustrasi Gambar 2. Jadi difraksi terjadi pada sinar-X saja.

Sinar-X (1,2 dan 3) mengenai bidang kristal (bidang Bragg) I,II dan III. Masing-masing sinar datang tersebut membentuk sudut sebesar (θ) dengan bidang Bragg. Sudut θ selanjutnya

disebut sebagai sudut Bragg, d menyatakan jarak antar bidang Bragg. Sinar 1 mengenai atom N pada bidang Bragg I seperti terlihat pada Gambar 2. dan sinar 2 mengenai atom O pada bidang Bragg II. Sinar 2 mempunyai lintasan lebih panjang dibandingkan sinar 1 dan panjang lintasan yang ditempuh oleh sinar 1 dan 2 berbeda sejauh,

$$OR + PR = d\sin\theta + d\sin\theta = 2d\sin\theta \quad (1)$$

Agar terjadi peristiwa difraksi, maka kedua sinar tersebut (1 dan 2) harus sefase dan saling memperkuat satu sama lain dan seperti ditunjukkan pada persamaan 2.6 maka beda lintasan tersebut harus sama dengan kelipatan bulat dari panjang gelombang berkas sinar-x monokromatik yang dipakai.

Jadi Persamaan 1 menjadi :

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

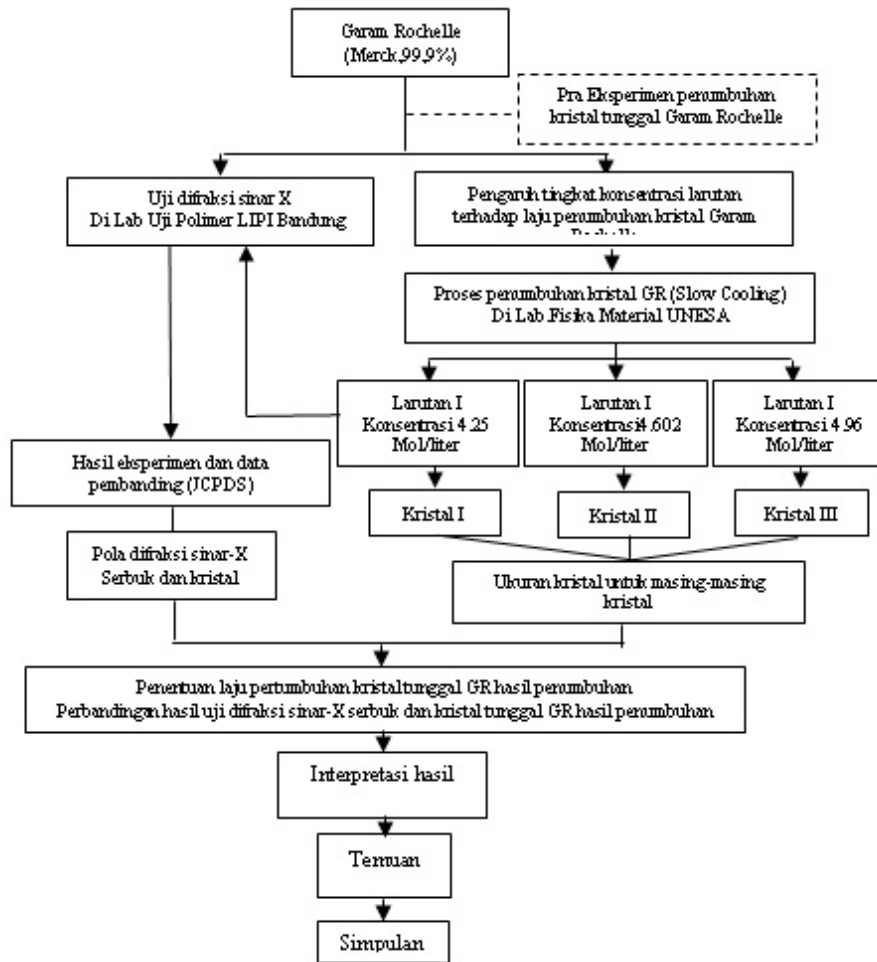
dengan n menyatakan orde difraksi. $n = 1$ apabila difraksi berasal dari 2 bidang kristal yang berurutan. $n = 2$ apabila difraksi berasal dari bidang kristal yang berselang satu, $n = 3$ apabila bidang-bidang kristal berselang 2 dan seterusnya.

III. METODOLOGI PENELITIAN

Penumbuhan kristal tunggal garam Rochelle dilakukan di Laboratorium Fisika Material UNESA pada bulan Desember 2006 sampai bulan Januari 2007. Setelah kristal tunggal ditumbuhkan, maka uji difraksi sinar-x oleh bahan garam Rochelle baik yang berupa serbuk powder maupun kristal tunggal dilakukan di Lab. Uji Polimer LIPI Bandung. Uji difraksi sinar-x atas kedua macam bentuk bahan garam Rochelle tersebut dilakukan dengan maksud untuk mengetahui apakah pola-pola difraksi dari kedua macam bahan tersebut sama/ berbeda, mengingat kristal tunggal garam Rochelle ditumbuhkan dari powder garam Rochelle dengan menambah *aquades*.

Variabel kontrol dalam penelitian ini adalah suhu penumbuhan, garam Rochelle, mikroskop *Stereo* (merk *Cenco 62090-2*) dengan perbesaran 30X, web camera (merk *Logitech*), dan mesin difraksi (merk *Rigaku*) yang berada di Lab. Uji polimer LIPI Bandung, digunakan untuk menguji keteraturan internal bahan garam Rochelle. Tahap pra eksperimen suatu tahap untuk mencari konsentrasi yang tepat untuk menumbuhkan kristal tunggal garam Rochelle yang sempurna mencoba resep yang sesuai dengan literatur yaitu : (100 ml *aquades* : 60 gr garam Rochelle) dan (100 ml *aquades* : 130 gr garam Rochelle). Tahap eksperimen adalah tahap penumbuhan kristal dengan konsentrasi 4,25 M, 4,602 M dan 4,96 M. Uji difraksi bertujuan untuk mengetahui struktur internal dari bahan dan kristal

Tahapan-tahapan kerja dapat dilihat pada diagram alur Gambar 3.



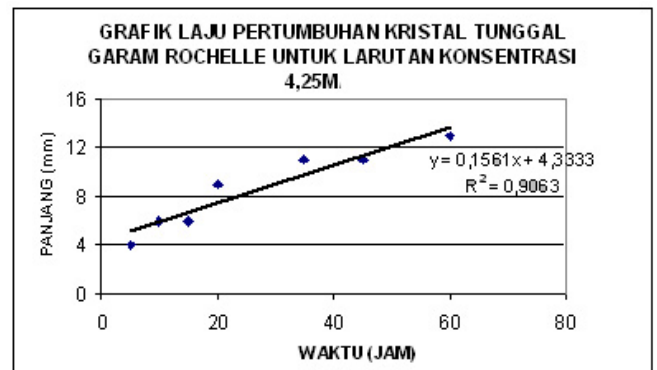
Gambar 3: Diagram alir penelitian

TABEL I: Data waktu dan panjang kristal pada konsentrasi 4,25 M dan 4,602 M

| Waktu(jam) | Panjang | |
|------------|---------|---------|
| | 4,25 M | 4,602 M |
| 5 | 4 | 7 |
| 10 | 6 | 9 |
| 15 | 6 | 11 |
| 20 | 9 | 12 |
| 35 | 11 | 18 |
| 45 | 11 | 19 |
| 60 | 13 | 20 |

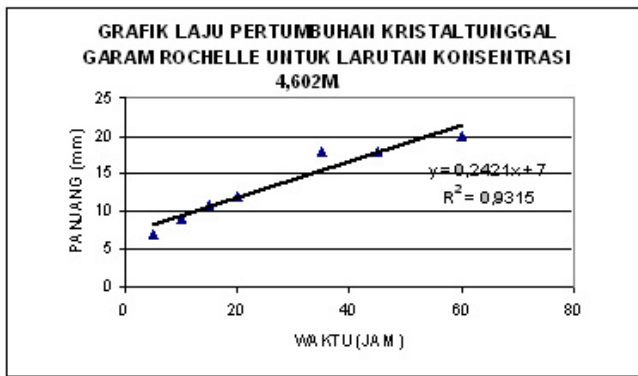
IV. HASIL DAN DISKUSI

Dari grafik Gambar 4 dapat diketahui bahwa laju pertumbuhan kristal yang terbentuk dari larutan pertama (konsentrasi 4,25 M) adalah 0.1561 mm/jam, sedangkan untuk larutan kedua (konsentrasi 4,602 M) memiliki laju pertumbuhan 0.2421 mm/jam (lihat grafik Gambar 5). Dengan membandingkan bahwa grafik untuk larutan ke-1 dan ke-2 (lihat grafik Gam-

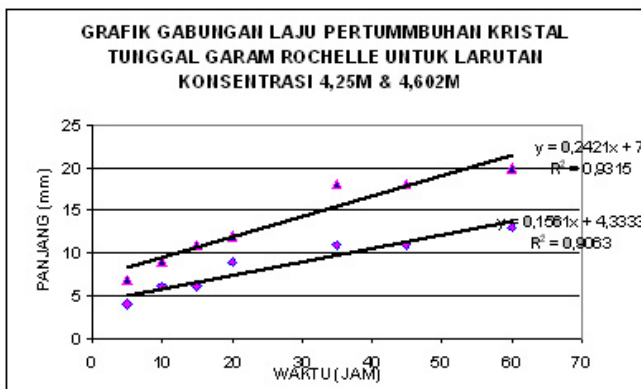


Gambar 4: Grafik laju pertumbuhan kristal tunggal GR konsentrasi 4,25 M

bar 6) maka terlihat bahwa untuk larutan dengan konsentrasi yang lebih tinggi ternyata pertumbuhan kristal sehingga semakin cepat. Hal tersebut dapat dipahami sebab makin be-



Gambar 5: Grafik laju pertumbuhan kristal tunggal GR konsentrasi 4,25 M



Gambar 6: Grafik laju pertumbuhan gabungan kristal tunggal GR konsentrasi 4,25 M dan 4,60 M

sar tingkat kejenuhan larutan makin cepat kristal terbentuk, asalkan larutan tidak menjadi superjenuh. Laju pertumbuhan ini didapatkan dari gradien grafik. Sementara itu, laju pertumbuhan kristal dari larutan ke-3 tidak dapat dikuantitasikan dalam bentuk grafik dengan alasan-alasan seperti telah disebutkan pada pembahasan di muka.

Seperti telah diketahui bahwa larutan ini mempunyai konsentrasi yang paling besar dibandingkan dengan konsentrasi dari kedua larutan lainnya. Jika konsentrasi larutan diperbesar maka akan mempercepat terjadinya reaksi [4, 5]. Pada larutan dengan konsentrasi tinggi, tingkat kerapatannya bertambah sebab jumlah molekulnya juga bertambah banyak dan hal tersebut memperbanyak kemungkinan terjadinya tumbukan sehingga mempercepat laju reaksi. Oleh sebab itu proses terjadinya nukleasi sangat cepat pada larutan ini seperti telah disebutkan bahwa kristal berdempetan dan tidak bisa dipetik. Hal ini disebabkan karena kerapatan yang tinggi, maka frekuensi terjadinya tumbukan sangat besar sehingga molekul yang bertumbukan tidak ada kesempatan untuk terpental sudah terjadi tumbukan lagi dan terjadi tumpang tindih. Akibat tumbukan yang terjadi begitu bertubi-tubi, maka sebelum molekul-molekul sempat terpental, sudah mengalami

tumbukan lagi. Hal tersebut terjadi terus-menerus sehingga molekul saling tumpang tindih. Dikatakan, larutan menjadi superjenuh.

Sementara itu, larutan kedua (konsentrasi 4,602 M) merupakan larutan jenuh dan larutan tersebut dibuat sesuai dengan resep yang sudah ada untuk membuat kristal tunggal garam rochelle. Terjadinya nukleasi pada pengamatan jam ke1, jauh lebih lambat dibandingkan dengan larutan ketiga dengan konsentrasi 4,96 M. Sedangkan pada larutan pertama (konsentrasi 4,25 M) nukleasi terjadinya pada jam ke3 yakni lebih lambat dibandingkan dengan terjadinya nukleasi pada larutan dengan konsentrasi 4,602 M. Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi lebih rendah, jumlah molekul lebih sedikit dan kesempatan terjadinya tumbukan juga lebih sedikit. Oleh karena itu, maka laju reaksi atau proses terjadinya nukleasi yaitu (munculnya benih-benih kristal) menjadi lebih lambat. Namun demikian, kristal mulai terbentuk di kedua larutan tersebut sejak 1-2 jam pertama. Kristal terbentuk dan dapat diukur sampai akhirnya dapat dipetik. Apabila dibandingkan dibandingkan dengan larutan ketiga (konsentrasi 4,96 M), dimana larutan menjadi superjenuh, tumbukan yang terjadi sangat besar. Pada kedua larutan pertama tumbukan yang terjadi lebih sedikit sebab jumlah molekul juga lebih sedikit. Dengan lebih sedikitnya frekuensi terjadinya tumbukan, maka hal tersebut akan memberi kesempatan kepada molekul untuk terpental setelah bertumbukan sehingga terjadi reaksi dan terbentuk kristal tunggal yang terbentuk tidak tumpang tindih.

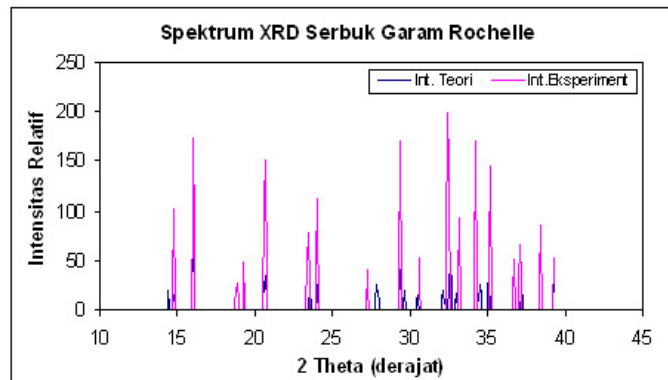
Hasil uji difraksi sinar-x atas powder dan kristal tunggal garam Rochelle diperoleh gambar seperti ditunjukkan Gambar 7, 8.

Berdasarkan literatur[6] menyebutkan bahwa kristal yang ditumbuhkan pada suhu di bawah 255K (-18°C) dan pada suhu di atas 297K (+24°C) mempunyai parameter kisi monoklinik. Hal ini dikarenakan kristal yang ditumbuhkan pada suhu tersebut mengalami perubahan parameter kisi kristal. Pada penumbuhan kristal garam Rochelle pada suhu ruang (32°C) terjadi *inversi simetri breaking* dari parameter kisi orthorombik menjadi monoklinik. Dari hasil difraksi sinar-X dapat diketahui nilai d dan 2θ pada serbuk dan kristal tunggal garam Rochelle, kemudian dipilih nilai d dan 2θ yang sesuai dengan database. Didapatkan hasil bahwa 18 nilai d dan 18 nilai 2 pada database garam Rochelle sesuai dengan nilai d dan 2θ yang telah dipilih dari data pengukuran serbuk dan kristal tunggal garam Rochelle.

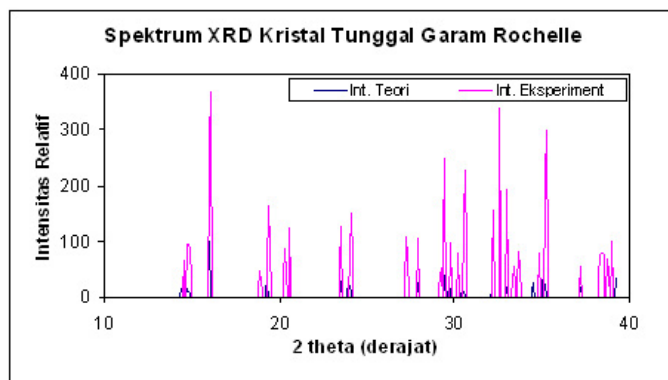
Dari hasil analisis database, data perhitungan, dan data pengukuran untuk serbuk dan kristal tunggal garam Rochelle kemudian dicocokkan nilai d dan 2θ dengan indeks Miller hkl sehingga didapatkan data indeks Miller untuk masing-masing nilai d dan 2θ .

V. SIMPULAN

Bidang hkl (struktur kristal) uji Difraksi sinar-X pada kristal garam Rochelle sesuai dengan bidang hkl serbuk garam Rochelle dan laju pertumbuhan kristal garam Rochelle paling optimum pada saat suhu pertumbuhannya 30°C. Parameter kisi garam Rochelle pada suhu diatas 297K (+24°C) adalah



Gambar 7: Grafik Hubungan antara sudut 2θ dan Intensitas dari hasil analisis XRD serbuk garam Rochelle



Gambar 8: Grafik Hubungan antara sudut 2θ dan Intensitas dari hasil analisis XRD kristal garam Rochelle

monoklinik.

- [1] <http://www.Xray.ncsu.edu>.Boyle. P. D. *Growing Crystal That Will Make Your Crystallographer Happy*. (tanggal akses : 19 juni 2006)
- [2] Rajendran, V.; Mariakni, A. , *Material Science*, Tata McGraw. Hill, New Delhi(2004)
- [3] <http://www.answer.com>., *Potassium Sodium Tartrate*. (tanggal akses 5 oktober 2005)

- [4] Syukri. , *Kimia Dasar*, ITS, Syukri (1999)
- [5] Sukardjo, Prof. Dr. , *Kimia Anorganik*, Rineka Cipta, Jakarta(1990).
- [6] www.Rochellesalt.com/ chemical institute of Canada Crystal Growing Competition.(tanggal akses 5 oktober 2005)

TABEL II: Perbandingan nilai d dan 2θ hasil pengukuran difraksi sinar-X serbuk dan kristal tunggal GR

| No | d | | Δd | 2θ | | $\Delta 2\theta$ | hkl |
|----|-----------|--------------------|------------|-----------|--------------------|------------------|-------|
| | Serbuk GR | Kristal tunggal GR | | Serbuk GR | Kristal tunggal GR | | |
| 1 | 5.514 | 5.521 | -0.007 | 16.060 | 16.040 | 0.02 | 1 0 1 |
| 2 | 2.749 | 2.774 | -0.025 | 32.540 | 32.240 | 0.3 | 4 2 0 |
| 3 | 3.034 | 3.030 | 0.004 | 29.420 | 29.460 | -0.04 | 3 2 1 |
| 4 | 2.546 | 2.545 | 0.001 | 35.220 | 35.240 | -0.02 | 1 3 2 |
| 5 | 4.304 | 4.300 | 0.004 | 20.620 | 20.640 | -0.02 | 2 0 1 |
| 6 | 2.286 | 2.285 | 0.001 | 39.380 | 39.400 | -0.02 | 4 4 0 |
| 7 | 4.591 | 4.567 | 0.024 | 19.320 | 19.420 | -0.1 | 2 2 0 |
| 8 | 3.792 | 3.770 | 0.022 | 23.440 | 23.580 | -0.14 | 0 3 1 |
| 9 | 3.696 | 3.684 | 0.012 | 24.060 | 24.140 | -0.081 | 2 2 1 |
| 10 | 3.195 | 3.191 | 0.004 | 27.900 | 27.940 | -0.04 | 2 3 1 |
| 11 | 2.609 | 2.608 | 0.001 | 34.340 | 34.360 | -0.02 | 0 5 1 |
| 12 | | 6.087 | | | 14.540 | | 1 2 0 |
| 13 | | 2.996 | | | 29.800 | | 1 4 1 |
| 14 | | 2.774 | | | 32.240 | | 1 2 2 |
| 15 | 2.690 | 2.711 | -0.021 | 33.280 | 33.020 | 0.26 | 2 1 2 |
| 16 | 2.418 | 2.415 | 0.003 | 37.160 | 37.200 | -0.04 | 3 2 1 |
| 17 | 5.973 | 5.949 | 0.024 | 14.820 | 14.880 | -0.06 | 2 0 0 |
| 18 | 2.912 | 2.912 | 0 | 30.680 | 30.680 | 0 | 4 1 0 |