

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS NIKEL (II) DENGAN LIGAN 1,10- FENANTROKIN DAN ANION TRIFLUOROMETHANASULFONAT

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS NIKEL(II) DENGAN LIGAN 1,10-FENANTROLIN DAN ANION TRIFLUOROMETHANASULFONAT

Oleh :

Stefani Butet Sitanggung, KH Sugijarto, Ph.D

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

email : sugijarto@uny.ac.id

ABSTRAK

Penelitian sintesis senyawa kompleks Ni(II) dengan ligan 1,10-fenantrolin dan anion trifluoromethanasulfonat ini bertujuan untuk mengetahui metode sintesis, formula senyawa dan karakteristik senyawa kompleks.

Senyawa kompleks ini disintesis dengan cara mencampurkan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam pelarut akuades dan ligan 1,10-fenantrolin dalam pelarut etanol dengan perbandingan mol logam dan mol ligan adalah 1 : 3. Hasil pencampuran larutan tersebut kemudian ditambahkan KCF_3SO_3 dalam pelarut akuades hingga berlebih.

Kadar senyawa kompleks sebesar 5,57 % dan memiliki perbandingan muatan kation/anion 2 : 1. Pada senyawa kompleks terjadi proses dekomposisi yaitu dekomposisi air pada suhu 90- 100° C dan dekomposisi 1,10-fenantrolin pada suhu 400 - 550° C. Dengan demikian, kemungkinan formula senyawa kompleks yang terbentuk adalah $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Perhitungan momen magnetik menunjukkan kompleks bersifat paramagnetik dengan nilai μ_{eff} 3,61 – 3,94 BM. Pada spektrum elektronik senyawa kompleks menunjukkan puncak pita serapan pada panjang gelombang 768 nm ($13.020,83 \text{ cm}^{-1}$) yang merupakan transisi elektronik ${}^3\text{A}_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3\text{T}_{2g}(\text{F})$ dan pada panjang gelombang 516 nm ($19.379,84 \text{ cm}^{-1}$) yang merupakan transisi elektronik ${}^3\text{A}_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3\text{T}_{2g}(\text{F})$. Spektrum IR yang terbentuk menunjukkan serapan khas atom N pada 1,10-fenantrolin dan adanya ion CF_3SO_3^- . Kompleks tris-fenantrolinnikel(II) terdapat dalam sistem kristal monoklinik dan space grup P2/C dengan parameter $a = 43,6184 \text{ \AA}$, $b = 20,8076 \text{ \AA}$, $c = 15,5510 \text{ \AA}$, $\alpha = 90,0000^\circ$, $\beta = 102,4473^\circ$, $\gamma = 90,0000^\circ$, $V = 1378,2322 \text{ \AA}^3$, $R_p = 5,14$ dan $R_{wp} = 10,79$.

Kata Kunci : Sintesis, karakterisasi, kompleks Ni(II), 1,10-fenantrolin, trifluoromethanasulfonat, $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

ABSTRACT

The research of nickel(II) complex with 1,10-phenanthroline ligand and triflate anion was purposed to know the method of synthesis, formula complex and characterization complex.

This complex has been synthesized by mixing $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in aquadest solvent and 1,10-phenanthroline ligand in ethanol solvent in 1 : 3 mole of ratio. The result of solution was added by excess triflate salt in aquadest.

The resulted complex Ni(II) was 5,57% and the charge ratio of cation/anion, was 2 : 1. This complex showed process decomposition, the first decomposition of water (H_2O) in 90- 100° C and the last decomposition of 1,10-phenanthroline in 400 - 550° C. Thus, the possibility of complex compounds formed is $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. The calculation of magnetic moment showed that this complex was paramagnetic with the value of μ_{eff} 3,61 – 3,94. The electronic spectrum showed two absorption bands concentrated at wave number of 768 nm ($13.020,83 \text{ cm}^{-1}$) correspond to the transition of ${}^3\text{A}_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3\text{T}_{2g}(\text{F})$, and at wave number of 516 nm ($19.379,84 \text{ cm}^{-1}$) correspond to transition of ${}^3\text{A}_{2g}(\text{F}) \rightarrow {}^3\text{T}_{1g}(\text{F})$. The FTIR spectrum showed absorption bands of 1,10-phenanthroline ligand and triflate anion. That tris-phenanthroline nickel(II) complex has monoclinic crystal with space group was P2/C and value of $a = 43,6184 \text{ \AA}$, $b = 20,8076 \text{ \AA}$, $c = 15,5510 \text{ \AA}$, $\alpha = 90,0000^\circ$, $\beta = 102,4473^\circ$, $\gamma = 90,0000^\circ$, $V = 1378,2322 \text{ \AA}^3$, $R_p = 5,14$ and $R_{wp} = 10,79$.

Keywords : Synthesis, characterization, Ni(II) complex, 1,10-phenanthroline, triflate, $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

PENDAHULUAN

Pentingnya material magnetik dalam memenuhi kebutuhan bidang elektronik mengakibatkan banyak penelitian untuk merancang material baru dengan sifat yang lebih baik. Material dengan sifat yang lebih unggul dapat digunakan untuk display, memory dan saklar molekuler[1].

Sifat-sifat senyawa kompleks yang meliputi sifat magnetik dan warna senyawa kompleks banyak dipelajari dan diteliti melalui suatu mekanisme reaksi dengan menggunakan ion-ion logam serta ligan yang berbeda-beda.

Senyawa kompleks yang disintesis harus memiliki kestabilan tinggi. Salah satu senyawa kompleks yang stabil adalah senyawa kompleks *khelat*. Senyawa kompleks ini dibentuk dari ligan *khelat*, yaitu ligan yang mempunyai lebih dari 1 atom donor pasangan elektron. Ligan 1,10-fenantrolin merupakan ligan bidentat yang dapat membentuk kompleks *khelat* sangat stabil dengan unsur transisi deret pertama (3d).

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui metode sintesis, formula dan karakteristik senyawa kompleks yang terbentuk.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa kompleks nikel(II)

dengan ligan 1,10-fenantrolin dan anion yang digunakan adalah CF_3SO_3^- atau *trifluoromethanasulfonat* yang juga dikenal dengan triflat. Senyawa kompleks ini kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan berbagai instrumen yakni Spektrofotometer Serapan Atom, Spektrofotometer FTIR, Spektrofotometer UV-Vis, Konduktometer, TGA-DTA, MSB (Magnetic Susceptibility Balance) dan X-Ray Diffraction(XRD).

METODE PENELITIAN

Bahan

$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (p.a, E Merck), 1,10-fenantrolin (p.a, SIGMA ALDRICH), pottasium Trifluoromethanasulfonat KCF_3SO_3 (p.a, SIGMA ALDRICH), KCL, NH_4Cl , CaCl_2 , AlCl_3 aquadest, ethanol.

Alat

Magnetic Susceptibility Balance (MSB) Auto Sherwood Scientific 10169, Konduktometer HI 8733, TGA-DTA, AAS Shimadzu AA-6650, Spektrofotometer Infra Merah Shimadzu Prestige 21 ($400-4000 \text{ cm}^{-1}$), Spektrofotometer UV-Vis Pharmaspec UV 1700 (200-800 nm), XRD Rigaku Miniflex Benchtop 2θ (5-90°).

Sintesis Senyawa Kompleks Ni(II) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin dan Anion Triflat.

Sebanyak 0,4362 gram (1,5 mmol) $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam 10 ml aquades dalam erlenmeyer. Sebanyak 0,8109 gram (4,5 mmol) 1,10-fenantrolin dalam 10 ml etanol ditambahkan ke dalamnya disertai pengadukan selama 2 jam. Ke dalam campuran tersebut ditambahkan secara berlebih KCF_3SO_3 sebanyak 0,7526 gram (4 mmol) yang dilarutkan dalam 10 ml aquades. Campuran diaduk dengan menggunakan *magnetik stirer* selama 3 jam dan tanpa dilakukan pemanasan, endapan yang berwarna merah muda didiamkan selama 24 jam. Endapan yang sudah didiamkan disaring menggunakan penyaring kaca pasir serta dilakukan pencucian dengan aquadest dingin. Endapan yang disaring dikeringkan dalam desikator selama ± 1 bulan. Sampel senyawa kompleks yang telah kering kemudian dikarakterisasi.

Karakterisasi Senyawa Kompleks Ni(II) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin dan Anion Triflat.

Formula senyawa kompleks ditentukan dengan hasil dari AAS dan nilai konduktivitas. Sedangkan karakterisasi yang lain di analisis berupa sifat magnetik senyawa kompleks,

spektrum UV-Vis, TGA-DTA, serapan IR dan data difraktogram XRD.

HASIL DAN DISKUSI

Sintesis Senyawa Kompleks Ni(II) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin dan Anion Triflat.

Pembentukan senyawa kompleks ditandai dengan perubahan warna larutan dari larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ menjadi warna merah muda dengan rendemen hasil 68,99 – 92,25 %. Data hasil sintesis ditunjukkan oleh Tabel 1.

Tabel 1. Data Preparasi Sampel
 $[\text{Ni}(\text{phen})_x](\text{CF}_3\text{SO}_3)_y \cdot n\text{H}_2\text{O}$

Penentuan Formula Senyawa Kompleks

Penentuan formula senyawa kompleks berdasarkan pengukuran kadar nikel(II) dan daya hantar listrik larutan kompleks. Hasil pengukuran

No	Berat Hasil	Warna	Bentuk
1	0,828	Merah muda	Serbuk kasar
2	0,350	Merah muda	Serbuk kasar
3	0,865	Merah muda	Serbuk kasar

kadar nikel(II) dalam senyawa kompleks hasil sintesis dengan instrumen AAS sebesar 5,57%, sehingga apabila dibandingkan dengan hasil perhitungan secara teoritisnya, formula senyawa kompleks yang memungkinkan adalah $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Hasil pengukuran daya hantar listrik larutan senyawa pembanding dan sampel

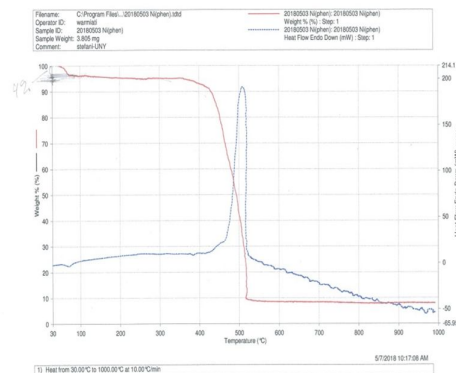
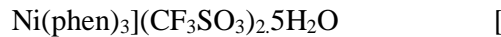
senyawa kompleks yang telah dilarutkan dalam akuades ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengukuran konduktivitas berbagai larutan yang diuji.

Senyawa Kompleks	(Λ_m) Scm^2 mol^{-1}	Jumlah Ion
NH_4Cl	61,05	2
CaCl_2	115,43	3
$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$	113,64	3
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	224,02	4
$[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	130,28	3

Hasil pengukuran daya hantar ekuivalen larutan senyawa kompleks dibandingkan dengan daya hantar larutan pembanding yang telah diketahui jumlah dan muatan ionnya, sehingga dapat terlihat bahwa kompleks $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ mempunyai perbandingan muatan kation/anion 2 : 1. Hal ini menunjukkan bahwa kedua molekul CF_3SO_3^- tidak berkoordinasi pada atom pusat Ni^{2+} tetapi bertindak sebagai anion, sedangkan ketiga molekul 1,10-fenantrolin terikat pada atom pusat Ni^{2+} sebagai ligan. Hasil pengujian TGA-DTA diperoleh kurva, ditunjukkan oleh Gambar 1.

Gambar 1. Kurva senyawa kompleks



Melalui kurva tersebut diperkirakan sebesar 4% senyawa hilang yaitu tepatnya 4,7 %.

Karakterisasi Senyawa Kompleks

Hasil pengukuran momen magnetik senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ pada suhu 298°K ditunjukkan oleh Tabel 3.

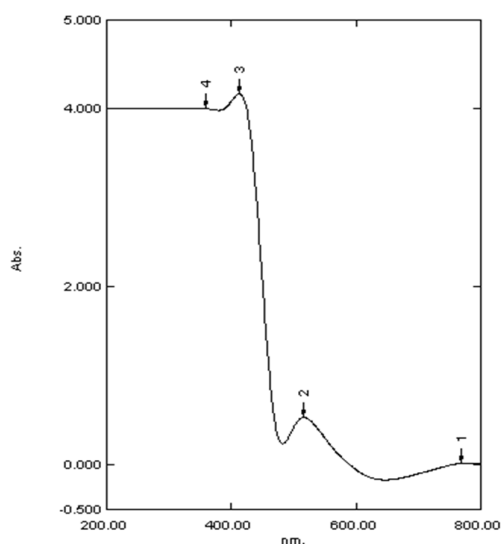
Tabel 3. Hasil pengukuran Harga Momen Magnetik Senyawa Kompleks $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Sampel	T(K)	$\chi_g \times 10^{-6}$ (cgs)	Momen Magnet (BM)
1	298	5,984	3,94
2	298	4,967	3,61
3	298	5,788	3,87

Perhitungan momen magnetik menunjukkan kompleks bersifat paramagnetik dengan nilai μ_{eff} 3,61 – 3,94 BM, sesuai dengan 3 elektron tak berpasangan dalam konfigurasi

elektroniknya. Spektrum elektronik kompleks $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ memiliki 3 pita serapan yaitu pada $13020,8 \text{ cm}^{-1}$ (ν_1), $19379,8 \text{ cm}^{-1}$ (ν_2), dan $24213,1 \text{ cm}^{-1}$ (ν_3), yang merupakan transisi elektronik ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{2g}$ dan ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{1g}$. Hasil pengujian UV-Vis dapat ditunjukkan pada Gambar 2

Gambar 2. Pita serapan senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$



Adanya pergeseran panjang gelombang yang melebar dalam senyawa kompleks Ni^{2+} menunjukkan bahwa telah terbentuk senyawa kompleks nikel(II) yang baru dimana ligan H_2O digantikan oleh ligan 1,10-fenantrolin yang merupakan ligan lebih kuat dari H_2O sehingga memungkinkan terjadinya pembentukan *khelat* nikel(II) yang bersifat stabil.

Spektrum IR yang terbentuk menunjukkan adanya serapan khas

tertentu dalam senyawa kompleks yang dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data Serapan FTIR $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

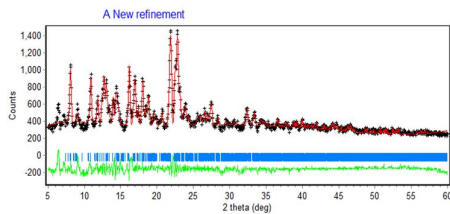
Gugus Fungsi	Frekuensi (cm^{-1}) referensi	Frekuensi (cm^{-1}) percobaan
O-H <i>stretching</i>	3410,15 [2]	3487,30
C-H <i>stretching</i>	3036,97 [3]	3070,68
C=C <i>aromatik</i>	1475-1600 [4]	1427,32 dan 1519,91
S=O	1150 [6]	1157,29
S-O	650 [6]	640,37
Ni-N	331,76 [7]	339,47
C-F	1250 [6]	1265,30
C-N	1250-600 [5]	1033,85

Data difraktogram XRD diolah menggunakan program Rietica dengan metode Le Bail. Difraktogram hasil program Rietica senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat pada Gambar 3.

Berdasarkan hasil refinement menggunakan program Rietica, dapat diketahui bahwa kompleks $[\text{Ni}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ terdapat dalam sistem kristal monoklinik dan space grup $\text{P}2/\text{C}$

dengan parameter nilai $a = 43,6184 \text{ \AA}$, $b = 20,8076 \text{ \AA}$, $c = 15,5510 \text{ \AA}$, $\alpha =$

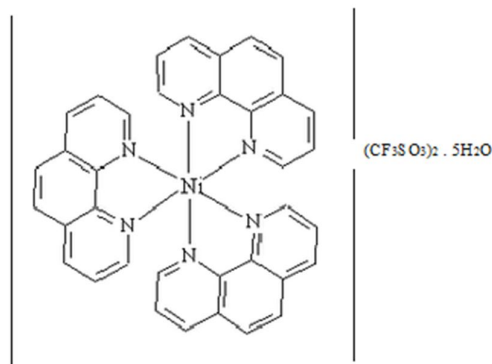
$90,0000^\circ$, $\beta = 102,4473^\circ$, $\gamma = 90,0000^\circ$ dan $V = 1378,2322 \text{ \AA}^3$.



Gambar 3. Difraktogram Hasil Program Rietica Senyawa Kompleks

Perkiraan Struktur Kompleks

Berdasarkan Hasil penentuan formula kompleks dan karakterisasi yang dilakukan struktur senyawa kompleks yang mungkin adalah $[\text{Ni}(\text{phen})_3] (\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ seperti ditunjukkan Gambar 4.



Gambar 4. Perkiraan Struktur Kompleks

SIMPULAN

1. Metode sintesis senyawa kompleks nikel(II) dengan ligan fenatrolin dan anion CF_3SO_3^- adalah metode pendesakan langsung.
2. Karakteristik senyawa kompleks nikel(II) dengan ligan fenantrolin dan

anion CF_3SO_3^- adalah berwarna merah muda dan berbentuk kasar.

3. Senyawa kompleks Ni(II) telah berhasil disintesis dengan formula $[\text{Ni}(\text{phen})_3] (\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dalam pelarut akuades terion dengan perbandingan muatan kation/anion 2 : 1 dan mempunyai daya hantar ekuivalen sebesar $130,28 \text{ Scm}^2\text{mol}^{-1}$ yang sebanding dengan daya hantar dari larutan pembanding CaCl_2 dan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$.
4. Melalui pengujian TGA-DTA menunjukkan adanya tiga proses dekomposisi yaitu dekomposisi air pada suhu $90-100^\circ \text{C}$ dan dekomposisi 1,10-fenantrolin pada suhu $400-550^\circ \text{C}$.
5. Senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{phen})_3] (\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ bersifat paramagnetik dengan momen magnet berkisar antara $3,61 - 3,94 \text{ BM}$. Hasil spektrum elektronik senyawa kompleks $[\text{Ni}(\text{phen})_3] (\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ menunjukkan adanya dua pita

tumpang tindih yang dimungkinkan oleh sebab transisi elektronik ${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{2g}(F)$ dan ${}^3A_{2g}(F) \rightarrow {}^3T_{2g}(F)$. Spektrum FTIR pada serapan kompleks menunjukkan berbagai vibrasi yang khas untuk ligan fenatrolin maupun anion triflat. Senyawa kompleks $[Ni(phen)_3(CF_3SO_3)_2 \cdot 5H_2O]$ memiliki sistem kristal monoklinik dengan space grup $P2/C$ dan nilai $a = 43,6184 \text{ \AA}$, $b = 20,8076 \text{ \AA}$, $c = 15,5510 \text{ \AA}$, $\alpha = 90,0000^\circ$, $\beta = 102,4473^\circ$, $\gamma = 90,0000^\circ$ dan $V = 1378,2322 \text{ \AA}^3$.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Onggo, D. Dan Hamzah F. (1999). Penggunaan Differential Thermal Analysis (DTA) pada Penentuan Aktivitas dan Reaktivitas Katalis $Fe_2O_3, Co_3O_4, NiO, CuO$, dan $LaMO_3$ untuk Oksidasi CO menjadi CO_2 .
- [2] Illiya, Wahida dan Martak, Fahimah. (2010). Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Logam Kobalt(II) dengan 2-Feniletilamin. *Skripsi*. Surabaya: ITS.
- [3] Male, Yusthinus T. (2013). Synthesis of Binuclear Complex Compound of $\{[Fe(L)(NCS)_2]_2 \text{ oks}\}$ *Indian Journal of Chemistry*, Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences Pattimura University. 1:15-22.
- [4] Sastrohamidjojo, H. (2001). *Spektroskopi*, Yogyakarta: Liberty.
- [5] Pavia, L., Lampman G., and George, S.K (2001). Introduction to Spectroscopy : a Guide for Student or Organic Chemistry. Philadelphia : Harcourt College.
- [6] Abdelhak, Jawher., Cherni, S.N., and Zid, M.B. (2014) Synthesis Characterization and crystal Structure of New Cobalt(III) Compex. *Mediterranean Journal of Chemistry*, 3(1):738-74.
- [7] Nur, Farida Triyani, Suhartana, dan Sriatun. (2013). Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-Sulfanilamid. *Skripsi*. Semarang:UNDIP.

