

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS KOBALT(II)
DENGAN LIGAN 1,10-FENANTROLIN DAN ANION
TRIFLUOROMETANASULFONAT**

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF COBALT(II) COMPLEX
WITH 1,10-PHENANTHROLINE LIGAND AND
TRIFLUOROMETHANESULFONATE ANION**

Maulidia Fa'izzah dan Kristian H. Sugiyarto

*Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta e-mail:
sugiyarto@uny.ac.id*

ABSTRAK:

Penelitian sintesis senyawa kompleks Co(II) dengan ligan 1,10-fenantrolin dan anion trifluorometanasulfonat ini bertujuan untuk mengetahui metode sintesis, formula, konduktivitas senyawa kompleks, sifat magnetik, spektrum elektronik, spektrum IR, dan difraktogram XRD senyawa kompleks.

Senyawa kompleks ini disintesis dengan cara mencampurkan $\text{Co}(\text{BF}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam pelarut akuades dan ligan 1,10-fenantrolin dalam pelarut etanol, dengan perbandingan mol 1 : 3. Hasil pencampuran larutan tersebut kemudian ditambahkan KCF_3SO_3 dalam pelarut akuades hingga berlebih. Terbentuknya senyawa kompleks ditandai dengan terjadinya perubahan warna larutan dan adanya pergeseran panjang gelombang maksimum spektrum UV-VIS.

Hasil pengukuran AAS menunjukkan kadar kobalt sebesar 5,38 % dan pengukuran daya hantar listrik menggunakan konduktometer menunjukkan perbandingan muatan kation/anion, 2 : 1. Dengan demikian, kemungkinan formula senyawa kompleks yang terbentuk adalah $[\text{Co}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$. Perhitungan momen magnetik menunjukkan kompleks bersifat paramagnetik dengan nilai μ_{eff} 4,60 - 4,68 BM. Harga momen magnetik ini lebih besar daripada harga momen magnetik teoritis untuk ion Co^{2+} dengan tiga elektron tak berpasangan pada kompleks oktahedral yaitu sebesar 3,87 BM disebabkan oleh adanya kontribusi orbital dalam geometri oktahedral. Pengukuran spektrum UV-VIS menunjukkan dua puncak pita serapan pada panjang gelombang 491 nm ($20366,6 \text{ cm}^{-1}$) yang merupakan transisi elektronik ${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4A_{2g}$ dan pada panjang gelombang 471 nm ($21231,4 \text{ cm}^{-1}$) yang merupakan transisi elektronik ${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}$. Spektrum IR yang terbentuk menunjukkan serapan khas atom N pada 1,10-fenantrolin dan adanya ion CF_3SO_3^- . Hasil analisis XRD menyarankan bahwa kompleks tris-fenantrolinkobalt(II) terdapat dalam sistem kristal triklinik dan space

grup P1 dengan parameter $a = 12,5948 \text{ \AA}$, $b = 13,3523 \text{ \AA}$, $c = 14,1971 \text{ \AA}$, $\alpha = 75,758^\circ$, $\beta = 66,552^\circ$, $\gamma = 71,205^\circ$, $V = 2054,424 \text{ \AA}^3$, $R_p = 3,61$ dan $R_{wp} = 7,16$.

Kata kunci: Sintesis, karakterisasi, kompleks Co(II), 1,10-fenantrolin, trifluorometanasulfonat, $[\text{Co}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$

ABSTRACT

The research of cobalt(II) complex with 1,10-phenanthroline ligand and triflate anion was purposed to know the method of synthesis, formula, conductivity of complex compound, to know magnetic properties, electronic spectrum, infrared spectrum, and XRD diffractogram.

This complex has been synthesized by mixing $\text{Co}(\text{BF}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in aquadest and 1,10-phenanthroline ligand in ethanol in 1 : 3 mole of ratio. The result of solution was added by exceed triflate salt in aquadest. The formation of compelx was indicated by changing of solution colour and shifting of the UV-Vis spectrum.

The resulted complex was measured with AAS and the Co(II) was 5.38%. The measurement of electrical conductivity using conductometer showed the charge ratio of cation/anion, was 2 : 1. Thus, the possibility of complex compounds formed is $[\text{Co}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$. The calculation of magnetic moment showed that this complex was paramagnetic with value of $\mu_{\text{eff}} = 4.60 - 4.68$. The value of this magnetic moment is greater than the value of theoretical magnetic momen (μ_s) for ion Co^{2+} with 3 unpaired electrons in an octahedral complex in the amount of 3.87 BM, due to their orbital contribution in octahedral geometry. The UV-Vis spectrum showed two absorbtion bands concentrated at wave number of 491 nm ($20366,6 \text{ cm}^{-1}$) corresponding to the transition of ${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4A_{2g}$ and at wave number of 471 nm ($21231,4 \text{ cm}^{-1}$) corresponding to the transition of ${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}$. The FTIR spectrum showed absorbtion bands of 1,10-phenanthroline ligand and triflate anion. The result of X-Ray Diffraction analysis suggests that tris-phenanthrolinecobalt(II) complex has triclinic crystal with space group was P1 and value of $a = 12,5948 \text{ \AA}$, $b = 13,3523 \text{ \AA}$, $c = 14,1971 \text{ \AA}$, $\alpha = 75,758^\circ$, $\beta = 66,552^\circ$, $\gamma = 71,205^\circ$, $V = 2054,424 \text{ \AA}^3$, $R_p = 3,61$ and $R_{wp} = 7,16$.

Keywords: Synthesis, characterization, Co(II) complex, 1,10-phenanthroline, triflate, $[\text{Co}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$

PENDAHULUAN

Senyawa kompleks memegang peranan penting dalam kehidupan

manusia karena aplikasinya dalam berbagai bidang seperti dalam bidang kesehatan, famasi, industri dan

lingkungan. Salah satunya adalah kompleks logam kobalt, yang diketahui telah banyak digunakan sebagai katalis, agen penghambat pertumbuhan kanker dalam tubuh, dan lain sebagainya. Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat [1].

Senyawa kompleks dapat disintesis dengan cara pencampuran larutan ion logam dan ligan dalam pelarut tertentu yang dapat melarutkan ion logam dan ligan, baik disertai pemanasan maupun tanpa pemanasan pada suhu tertentu.

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

Sintesis senyawa kompleks $[\text{Co}(\text{phen})_3]^{2+}$ dengan berbagai anion telah banyak disintesis dan dikarakterisasi. Seperti senyawa kompleks $[\text{Co}(\text{phen})_3](\text{I}_3)_2$ [2] dan $[\text{Co}(\text{phen})_3](\text{C}_2\text{Cl}_3\text{O}_2)_2$. [3] Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa kompleks kobalt(II) dengan ligan fenantrolin dan anion CF_3SO_3^-

atau trifluorometanasulfonat dan juga dikenal dengan triflat. Hasil sintesis ini kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui formula dan karakteristik senyawa kompleks yang meliputi sifat magnetik, spektrum FTIR, spektrum elektronik UV-Vis, AAS, dan XRD.

METODE PENELITIAN

Bahan

$\text{Co}(\text{BF}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (p.a, Sigma Aldrich), 1,10-fenantrolin (p.a, Sigma Aldrich), KCF_3SO_3 (p.a, Sigma Aldrich), KCl , NH_4Cl , CaCl_2 , AlCl_3 , etanol dan akuades.

Alat

Spektrofotometer	FTIR
Shimadzu Prestige	21,
Spektrofotometer	UV-Vis
Pharmaspec UV	1700,
Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 2400 PC Series,	Konduktometer HI 8733, <i>Magnetic susceptibility balance Auto Sherwood Scientific</i> 10169, <i>X-ray diffraction spektrofotometer</i> Rigaku Miniflex Benchtop dan Spektrofotometer serapan atom (SSA) Shimadzu AA-6650.

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

Sebanyak 0,341 gram (1 mmol) $\text{Co}(\text{BF}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan kedalam 15 ml akuades dalam *erlenmeyer*, 1,10-fenantrolin sebanyak 0,542 gram (3 mmol) yang telah dilarutkan dalam 10 ml etanol ditambahkan ke dalamnya selama 30 menit. Ke dalam campuran tersebut ditambahkan KCF_3SO_3 berlebih sebanyak 0,753 gram (4 mmol) yang telah dilarutkan dalam 10 ml akuades. Campuran diaduk dan dipanaskan dengan *magnetic stirrer hot plate* selama 2,5 jam. Larutan kemudian didinginkan menggunakan es batu untuk mempercepat pembentukan endapan. Selanjutnya, larutan didiamkan selama 18 jam dengan ditutup *aluminium foil*. Endapan disaring dengan corong buchner dan dicuci dengan akuades dingin kemudian dikeringkan dalam desikator untuk mengurangi kadar air. Sampel senyawa kompleks yang telah kering kemudian dikarakterisasi.

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

Formula senyawa kompleks ditentukan dari hasil analisis AAS dan nilai konduktivitas. Sedangkan karakteristik lain yang dianalisis berupa sifat magnetik senyawa kompleks, spektrum UV-Vis, serapan IR, dan data difraktogram XRD.

HASIL DAN DISKUSI

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

Pembentukan senyawa kompleks ditandai dengan terjadinya perubahan warna larutan, dari larutan $\text{Co}(\text{BF}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang berwarna pink menjadi berwarna oranye, dengan rendemen hasil 69,176-95,243%. Data hasil sintesis ditunjukkan oleh Tabel 1.

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

No	Berat (gram)	Bentuk	Warna
1	0,855	Serbuk kasar	Kuning
2	0,828	Serbuk kasar	Kuning
3	0,310	Serbuk kasar	Kuning

Penentuan Formula Senyawa Kompleks

Penentuan formula senyawa kompleks berdasarkan pengukuran kadar kobalt(II) dan daya hantar listrik larutan kompleks. Hasil pengukuran kadar kobalt(II) dalam senyawa kompleks hasil sintesis dengan instrument AAS yaitu sebesar 5,38%, sehingga apabila dibandingkan dengan hasil perhitungan secara teoritisnya, formula kompleks yang memungkinkan adalah $[\text{Co}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}]$.

Hasil pengukuran daya hantar listrik larutan senyawa pembanding dan sampel senyawa kompleks yang telah dilarutkan dalam akuades ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Pengukuran Konduktivitas Berbagai Larutan Uji

Senyawa Kompleks	(Λ_m) $\text{Scm}^2 \text{mol}^{-1}$	Jumlah Ion
NH_4Cl	65,20	2
CaCl_2	122,14	3
$\text{Co}(\text{BF}_4)_2$	123,13	3
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	195,51	4
$[\text{Co}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}]$	139,62	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 $[\text{Co}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}]$ mempunyai perbandingan muatan kation/anion 2:1. Hal ini menunjukkan bahwa kedua molekul CF_3SO_3^- tidak terkoordinasi pada atom pusat Co^{2+} tetapi bertindak sebagai anion, sedangkan ketiga molekul 1,10-fenantrolin terikat pada atom pusat Co^{2+} sebagai ligan.

Karakterisasi Senyawa Kompleks

Hasil pengukuran momen magnetik senyawa kompleks $[\text{Co}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}]$ pada suhu 298^0K ditunjukkan oleh Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Pengukuran Momen Magnetik Kompleks $[\text{Co}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}]$

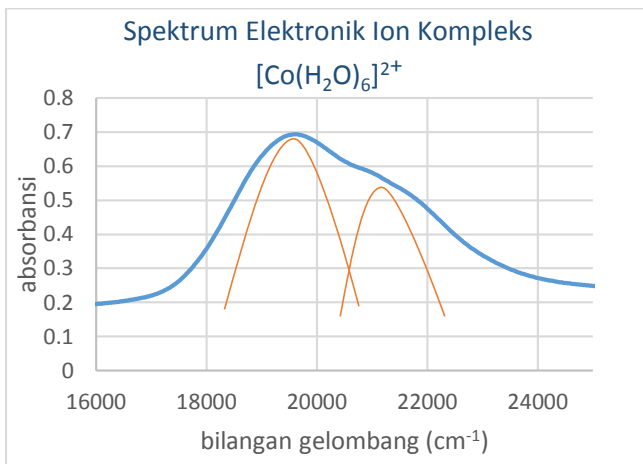
Sampel	$\chi_g \times 10^{-6}$ (cgs)	Momen Magnetik (BM)
1	7,887	4,68
2	7,887	4,68
3	7,606	4,60

Perhitungan momen magnetik menunjukkan kompleks bersifat paramagnetik dengan nilai μ_{eff} 4,60 - 4,68 BM sesuai dengan 3 elektron tak berpasangan dalam konfigurasi elektroniknya.

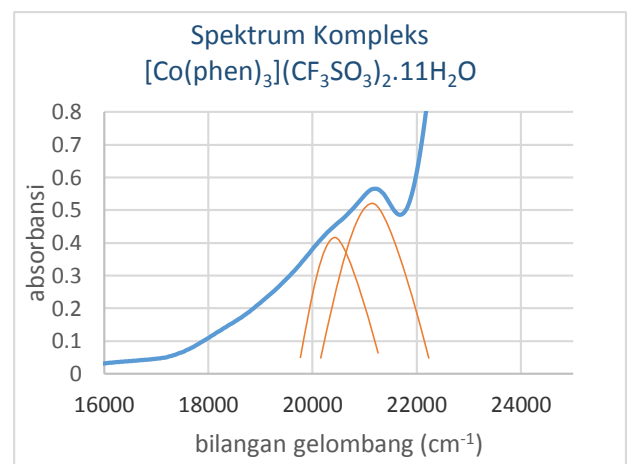
Spektrum elektronik kompleks $[\text{Co}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}]$ ditunjukkan pada Gambar 1 dan Gambar 2.

Spektrum elektronik ion kompleks $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ memiliki 2

pita serapan yaitu pada $19512,2 \text{ cm}^{-1}$ (ν_1) dan $21008,4 \text{ cm}^{-1}$ (ν_2). Senyawa kompleks $[\text{Co}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}]$ juga memiliki 2 pita serapan yang terpusat pada $20366,6 \text{ cm}^{-1}$ (ν_1) dan $21231,4 \text{ cm}^{-1}$ (ν_2) yang



Gambar 1. Spektrum UV-Vis Ion Kompleks $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$



Gambar 2. Spektrum UV-Vis Kompleks $[\text{Co}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}]$.

dimungkinkan terjadi transisi elektronik ${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4A_{2g}$ dan ${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}$.

Pita serapan senyawa kompleks $[\text{Co}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}]$ muncul pada bilangan gelombang yang relatif tinggi daripada serapan ion kompleks $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$. Adanya pergeseran panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) dalam senyawa kompleks Co^{2+} menunjukkan bahwa telah terbentuk senyawa kompleks

kobalt(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* kobalt(II) yang bersifat lebih stabil.

Spektrum IR yang terbentuk menunjukkan adanya serapan khas tertentu dalam senyawa kompleks, yang dapat dilihat pada Tabel 5.

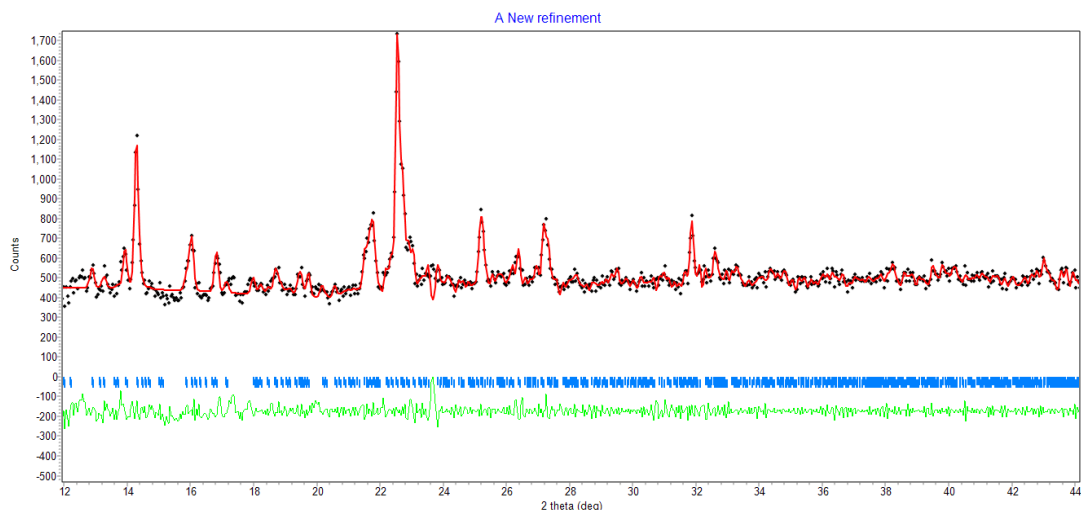
Tabel 5. Data Serapan FTIR
Senyawa Kompleks

Gugus Fungsi	Frekuensi (cm ⁻¹) referensi	Frekuensi (cm ⁻¹) percobaan
O-H <i>stretching</i>	3410,15 [4]	3510,45
C-H <i>aromatik</i>	3036,97 [5]	3070,68
C=C <i>aromatik</i>	1475-1600 [6]	1427,32 dan 1519,91
S=O	1150 [8]	1157,19
S-O	650 [8]	640,37
C-F	1250 [8]	1265,3
C-N	1250-600 [7]	1033,85

Data difraktogram XRD diolah menggunakan program Rietica

dengan metode Le Bail. Difraktogram hasil program Rietica senyawa kompleks [Co(phen)₃(CF₃SO₃)₂.11H₂O dapat dilihat pada Gambar 3.

Berdasarkan hasil refinement menggunakan program Rietica, dapat diketahui bahwa kompleks [Co(phen)₃(CF₃SO₃)₂.11H₂O terdapat dalam sistem kristal triklinik dan space grup P1 dengan parameter nilai $a = 12,5948 \text{ \AA}$, $b = 13,3523 \text{ \AA}$, $c = 14,1971 \text{ \AA}$, $\alpha = 75,758^\circ$, $\beta = 66,552^\circ$, $\gamma = 71,205^\circ$, dan $V = 2054,424 \text{ \AA}^3$.



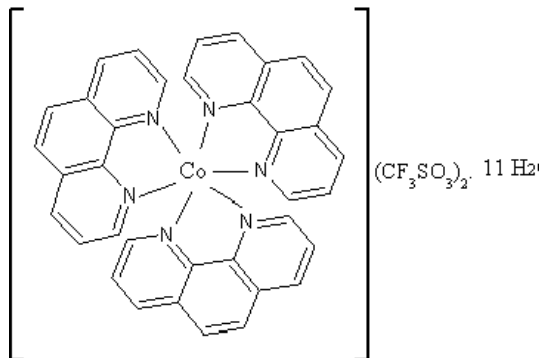
Gambar 3. Difraktogram hasil program Rietica senyawa kompleks

Perkiraan Struktur Kompleks

Berdasarkan hasil penentuan formula kompleks dan karakterisasi

yang dilakukan, dapat diprediksikan struktur senyawa kompleks yang mungkin adalah [Co(phen)₃

(CF₃SO₃)₂.11H₂O seperti ditunjukkan Gambar 4.



Gambar 4. Perkiraan Struktur Kompleks

SIMPULAN

1. Metode sintesis senyawa kompleks kobalt(II) dengan ligan fenantrolin dan anion CF₃SO₃⁻ adalah metode pendesakan langsung.
2. Karakteristik senyawa kompleks kobalt(II) dengan ligan fenantrolin dan anion CF₃SO₃⁻ adalah berwarna kuning-oranye dan berbentuk serbuk kasar.
3. Senyawa kompleks Co(II) telah berhasil disintesis dengan formula [Co(phen)₃](CF₃SO₃)₂.11H₂O yang dalam pelarut akuades terion dengan perbandingan muatan

kation/anion 2 : 1 dan mempunyai daya hantar ekivalen sebesar 166,21 Scm²mol⁻¹ yang sebanding dengan daya hantar larutan pembanding CaCl₂ dan Co(BF₄)₂.

4. Senyawa kompleks [Co(phen)₃](CF₃SO₃)₂.11H₂O bersifat paramagnetik dengan momen magnet berkisar antara 4,60 – 4,68 BM, hasil spektrum elektronik senyawa kompleks menunjukkan adanya dua pita tumpang tindih yang dimungkinkan oleh sebab transisi elektronik ${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4A_{2g}$ dan ${}^4T_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}$. Spektrum FTIR pada serapan kompleks menunjukkan berbagai vibrasi yang khas untuk ligan fenantrolin maupun anion triflat. Senyawa kompleks memiliki sistem kristal triklinik dengan space grup P1 dan nilai $a = 12,5948 \text{ \AA}$, $b = 13,3523 \text{ \AA}$, $c = 14,1971 \text{ \AA}$, $\alpha = 75,758^\circ$,

$$\beta = 66,552^\circ, \gamma = 71,205^\circ, V = 2054,424 \text{ \AA}^3.$$

DAFTAR PUSTAKA

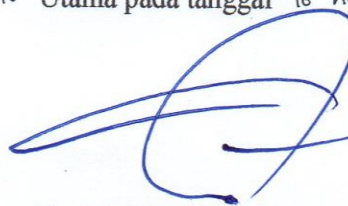
- [1] Cotton, F.A dan Wilkinson, G (Terjemahan). (1989). *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI Press.
- [2] Tershansy, M.A., Goforth, A.M., Smith, M.D., Peterson., and Loye, H.C.Z. (2005). Tris(1,10-phenanthroline) cobalt(II) triiodide. *Acta Crystallographica Section E*. E61:m1680-m1681.
- [3] Li, L.M., Li, Y.F., and Liu., Zhang, Z.H. (2011) . Tris(1,10-phenanthroline)cobalt(II) bis(trichloroacetate). *Acta Crystallographica Section E*. E67:m973.
- [4] Illiya, Wahida dan Martak, Fahimah. (2010). Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Logam Kobalt(II) dengan 2-Feniletilamin. *Skripsi*. Surabaya: ITS.
- [5] Male, Yusthinus T. (2013). Synthesis of Binuclear Complex Compound of $\{[\text{Fe}(\text{L})(\text{NCS})_2]_2 \text{ oks}\}$. *Indian Journal of Chemistry*. Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences Pattimura University.1:15-22.
- [6] Sastrohamidjojo, H. (2001). *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- [7] Pavia, L., Lampman, G., and Goerge, S. K. (2001). *Introduction to Spectroscopy : a Guide for Students or Organic Chemistry*. Philadelphhia: Harcourt College.
- [8] 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

Artikel ini telah disetujui untuk diterbitkan oleh Pembimbing I pada tanggal 18 Agustus 2016



Prof. KH. Sugiyarto, Ph.D
NIP. 19480915 196806 1 001

Artikel ini telah direview oleh Penguji Utama pada tanggal 18 Agustus 2016



Dr. Hari Sutrisno
NIP. 19670407 199203 1 002