

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

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

Andi Kusyanto dan Kristian H. Sugiyarto

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

ABSTRAK:

Penelitian senyawa kompleks Fe(III) dengan ligan 1,10-fenantrolin dan anion triflat bertujuan untuk mengetahui metode sintesis, formula dan berbagai karakteristik senyawa kompleks yang terbentuk. Instrumen yang digunakan adalah spektrofotometer serapan atom (SSA), konduktometer, spektrofotometer UV-Vis larutan dan padatan, timbangan Gouy, spektrofotometer FTIR dan *X-Ray Diffraction* (XRD). Senyawa kompleks tris-fenantrolinbesi(III) triflat disintesis dari prekursor $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam pelarut akuades, kemudian ditambahkan ligan 1,10-fenantrolin yang dilarutkan dalam pelarut etanol dengan perbandingan mol logam dan mol ligan 1 : 3. Ke dalam pencampuran larutan tersebut, ditambahkan anion triflat berlebih yang dilarutkan dalam pelarut akuades. Hasil pengukuran AAS menunjukkan kadar besi sebesar 4,913%. Pengukuran daya hantar listrik menggunakan konduktometer menunjukkan perbandingan muatan kation : anion adalah 3 : 1. Dengan demikian kompleks yang mungkin adalah $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Pada pengukuran momen magnetik senyawa kompleks menunjukkan nilai μ_{eff} 2,1-2,3 BM, jadi bersifat paramagnetik sesuai dengan satu elektron nir pasangan dengan kontribusi orbital. Spektra IR menunjukkan serapan khas atom N pada 1,10-fenantrolin dan adanya ion CF_3SO_3^- . Spektra UV-Vis kompleks menunjukkan tiga puncak pita serapan pada bilangan gelombang $19011,4 \text{ cm}^{-1}$, $25252,5 \text{ cm}^{-1}$, dan $30030,03 \text{ cm}^{-1}$. Analisis data XRD menunjukkan bahwa kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ mempunyai sistem kristal monoklinik dengan space grup C 2/c dan nilai $a = 10,781 \text{ \AA}$, $b = 24,53 \text{ \AA}$, $c = 13,286 \text{ \AA}$, $Z = 4$, $\beta = 103,13^\circ$, $V = 3422 \text{ \AA}^3$.

Kata kunci: sintesis senyawa kompleks, kompleks tris-fenantrolinbesi(III), besi(III), 1,10-fenantrolin, triflat

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF IRON(III) COMPLEX WITH 1,10-PHENANTHROLINE LIGAND AND TRIFLUOROMETHANESULFONATE ANION

By :

Andi Kusyanto

Number of Student: 12307144040

Supervisor: Prof. Kristian H. Sugiyarto, Ph.D

ABSTRACT

The research iron(III) complexes with 1,10-phenanthroline and triflate was purposed to know the method of synthesis, formula and characteristics of complex compound which was formed. The result of the complex compound was characterizes by Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS), conductometer, Spectrophotometer UV-Vis, Magnetic Susceptibility Balance (MSB), spectrophotometer FTIR and X-Ray Diffraction (XRD). Tris(1,10-phenanthroline)iron(III) triflate complex has been synthesized from the precursor $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in aquadest. The 1,10-phenanthroline ligand dissolved in ethanol was added with ratio mol equivalent of the metal and ligand (1:3). The result of solution was added by exceed triflate salt in aquadest. AAS measurement content of iron 4.913 %. Measurement analysis of conductivity shown the charge ratio of cation : anion, 3:1. Thus the possibility formula of the complex was $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. In the measurement magnetic moment of this complex, indicate its value $\mu_{\text{eff}} = 2,1-2,3$ BM, so is paramagnetic corresponding to one unpaired electron with contribution orbitals to the magnetic. The Infrared spectrum showed absorption bands of 1,10-phenanthroline ligand and triflate anion. The UV-Vis spectrum showed three absorption band concentrated at wave number $19011,4 \text{ cm}^{-1}$, $25252,5 \text{ cm}^{-1}$, dan $30030,03 \text{ cm}^{-1}$. The result of X-Ray Diffraction analysis suggests that $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ complex has monoclinic crystal with space group was C 2/c and value of $a = 10,781 \text{ \AA}$, $b = 24,53 \text{ \AA}$, $c = 13,286 \text{ \AA}$, $Z = 4$, $\beta = 103,13^\circ$, $V = 3422 \text{ \AA}^3$.

Keyword : Synthesis of complex, tris-(1,10-phenanthroline)iron(III), iron(III), 1,10-phenanthroline, triflate.

PENDAHULUAN

Penelitian tentang senyawa kompleks baik di bidang sintesis maupun identifikasi sifat-sifatnya menarik untuk dibicarakan karena warna-warna yang terjadi pada pembentukan senyawa kompleks [1]. Penelitian tentang senyawa kompleks terus berkembang pesat sejalan dengan perkembangan IPTEK, sebagai salah satu contoh adalah kompleks besi. Kompleks besi dengan berbagai ligan telah diketahui kegunaannya. Senyawa kompleks besi(III)-EDTA dapat diaplikasikan sebagai garam untuk fortifikasi besi [2].

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 Fe(III) umumnya membentuk struktur oktahedral dengan bilangan koordinasi enam. Namun struktur lain seperti tetrahedral dengan bilangan koordinasi empat dan segiempat piramida dengan bilangan koordinasi lima juga dapat terjadi [3].

Sintesis senyawa kompleks dapat dilakukan dengan menggunakan berbagai

cara antara lain dengan pencampuran larutan pada berbagai perbandingan mol logam : mol ligan dalam berbagai pelarut tanpa pemanasan atau pencampuran larutan disertai pemanasan pada berbagai temperatur [4].

Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan sintesis kompleks besi(III) menggunakan ligan fenantrolin dengan berbagai anion yaitu $[\text{Fe}(\text{phen})]\text{Cl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [5] dan $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [6].

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa kompleks besi(III) dengan ligan 1,10-fenantrolin dan anion triflat. Hasil sintesis ini kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui formulanya dengan AAS, konduktivitas, sifat magnetik, spectrum elektronik, spectrum FTIR, dan XRD.

METODE PENELITIAN

Sintesis Senyawa Kompleks

Besi(III) triklorida heksahidrat 0,27 gram dilarutkan dengan akuades sebanyak 10 ml dalam *erlenmeyer*, kemudian ditambahkan 0,541 gram 1,10-fenantrolin yang telah dilarutkan dalam 10 ml etanol. Setelah tercampur ditambahkan 1,129 gram *potassium*

trifluoromethansulfonate berlebih yang telah dilarutkan dalam 10 ml akuades. Setelah larutan tercampur homogen lalu diuapkan dengan magnetik stirer hingga volume larutan sebagian berkurang. Larutan didiamkan selama 18 jam kemudian disaring dan dikeringkan dengan corong bunchner hingga berat konstan dan disimpan dalam desikator selama 1 minggu. Percobaan diulangi dengan cara yang sama hingga diperoleh 3 sampel.

Karakterisasi

Formula senyawa kompleks di kompleks ditentukan dari hasil analisis AAS Shimadzu AA-6650, UV-Vis Shimadzu 2400 PC larutan, UV-Vis Pharmaspec UV 1700 dengan teknik lapis tipis, Konduktometer Jenway, FTIR Shimadzu Prestige 21, Magnetic Susceptibility Balance (MSB) Auto Sherwood Scientific 10169 dan XRD Rigaku Miniflex 600 Benchtop.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Senyawa Kompleks [Fe(III)-1,10-fenantrolin]

Sintesis kompleks ion Fe(III) dengan ligan 1,10-fenantrolin dilakukan dengan

perbandingan 1 : 3. Prekursor $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam akuades hingga $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ kemudian ditambahkan ligan fenantrolin dalam etanol. Pendesakan ligan berlangsung cepat dengan reaksi eksoterm membentuk kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_n]^{3+}$, kemudian dilakukan penambahan triflat berlebih larut dalam akuades. Larutan kompleks diuapkan, didinginkan, dan disaring hingga terbentuk padatan. Pembentukan senyawa kompleks ditandai dengan perubahan warna larutan,, dari $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang berwarna kuning menjadi coklat.

Penentuan Formula Senyawa Kompleks

Penentuan formula senyawa kompleks berdasarkan pengukuran kadar besi(III) dan daya hantar listrik larutan kompleks tersebut. Hasil pengukuran kadar besi(III) dalam senyawa kompleks didapatkan dari instrumen AAS yaitu sebesar 4,913 %. Sedangkan hasil perhitungan secara teoritisnya ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Kadar Fe dalam Kompleks pada Berbagai Formula Secara Teoritis

No.	Formula	Kadar % Fe teoritis	Kadar % Fe
1.	[Fe(phen) ₃](CF ₃ SO ₃) ₃	5,351	4,913
2.	[Fe(phen) ₃](CF ₃ SO ₃) ₃ ·2H ₂ O	5,172	
3.	[Fe(phen) ₃](CF ₃ SO ₃) ₃ ·4H ₂ O	5,005	
4.	[Fe(phen)₃](CF₃SO₃)₃·5H₂O	4,926	
5.	[Fe(phen) ₃](CF ₃ SO ₃) ₃ ·6H ₂ O	4,848	

Perbandingan kadar besi(III) secara teoritis dengan kadar besi(III) hasil pengukuran, didapatkan formula senyawa kompleks yaitu [Fe(phen)₃](CF₃SO₃)₃·5H₂O.

Konduktivitas kompleks dan larutan standar dapat dilihat pada Tabel 2. Nilai daya hantar ekivalen kompleks sebesar 216,6 ohm⁻¹cm²mol⁻¹ mendekati nilai konduktivitas larutan standar FeCl₃ dan AlCl₃ dengan jumlah ion 4. Perbandingan muatan kation dan anion adalah 3:1, sehingga ligan fenantrolin terikat koordinasi dengan atom pusat dalam bentuk tris fenantrolin.

Tabel 2. Data Hasil Konduktivitas Berbagai Senyawa

Senyawa kompleks	Perbandingan jumlah muatan (Kation : Anion)	Daya hantar ekivalen Ω ⁻¹ cm ² mol ⁻¹
NH ₄ Cl	1 : 1	65,20
CaCl ₂	2 : 1	122,14
AlCl ₃	3 : 1	195,51
FeCl ₃	3 : 1	177,7
[Fe(phen)₃](CF₃SO₃)₃·5H₂O	3 : 1	216,6

Karakterisasi Senyawa Kompleks

Pengukuran harga momen magnetik senyawa kompleks [Fe(phen)₃](CF₃SO₃)₃·5H₂O pada suhu ruang ditunjukkan oleh Tabel 3.

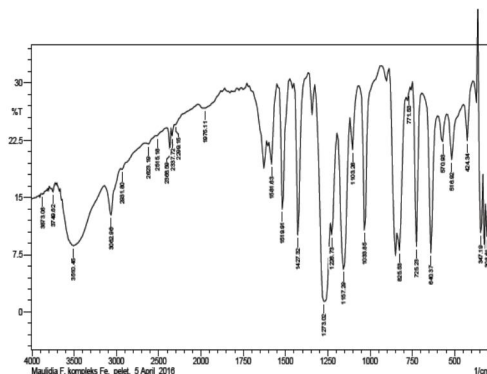
Tabel 3. Hasil Pengukuran Momen Magnetik Kompleks [Fe(phen)₃](CF₃SO₃)₃·5H₂O

Sampel	χ _g x 10 ⁻⁶ (cgs)	Momen Magnet (BM)
1	1,437	2,273
2	1,311	2,203
3	1,155	2,105

Harga momen magnetik senyawa kompleks [Fe(phen)₃](CF₃SO₃)₃·5H₂O yaitu sebesar 2,1 – 2,27 BM. hal ini mengindikasikan bahwa logam pusat

besi(III) bersifat paramagnetik dengan satu elektron nir pasangan.

Analisis spektrum FTIR untuk senyawa kompleks hasil sintesis menunjukkan berbagai jenis serapan yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

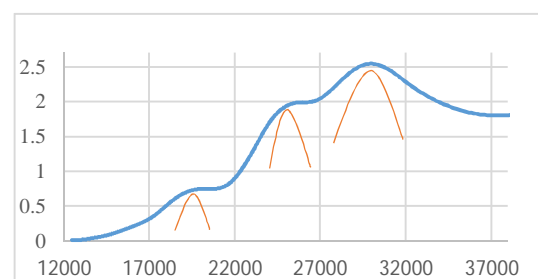
Hasil spektrum FTIR senyawa kompleks mengindikasikan adanya serapan-serapan khas dari vibrasi gugus fungsi ligan fenantrolin dan anion triflat yang mempunyai kesesuaian dengan rentang serapan secara teoritis dan ditunjukkan pada Tabel 4.

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

Gugus Fungsi	Frekuensi (cm^{-1}) teori	Frekuensi (cm^{-1}) percobaan
O-H stretching	3500 [7]	3510,45
C-H aromatik	3150-3050 [8]	3062,96
C=C aromatik	1475-1600 [8]	1427 dan 1624
S=O	1029 [7]	1157,29
S-O	1000-750 [7]	725,23

C-F	1153 [7]	1033,85
-----	----------	---------

Pada spektra elektronik kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ muncul tiga puncak serapan kuat, yaitu pada 333 nm, 396 nm, dan 526 nm yang ditunjukkan pada Gambar 2.

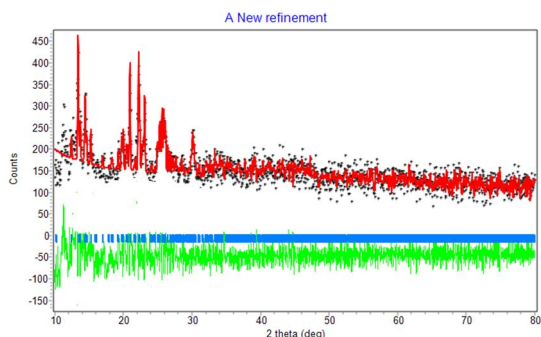


Gambar 2. Spektrum UV-Vis

Puncak-puncak serapan pada ν_1 (526 nm = $19011,4 \text{ cm}^{-1}$) merupakan transisi elektronik $d-d$, ${}^2T_2 \rightarrow {}^2T_1$, 2A_2 . Serapan pada ν_2 (396 nm = $25252,5 \text{ cm}^{-1}$) merupakan transisi elektronik $d-d$, ${}^2T_2 \rightarrow {}^2E$. Sedangkan pada serapan ν_3 (333 nm = $300303,03 \text{ cm}^{-1}$) memungkinkan adanya charge transfer metal \rightarrow ligan. Koefisien eksitasi molar (ϵ) kompleks ini adalah 48,8 – 59,7 $\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$ hal ini menunjukkan bentuk geometri oktahedral.

Data difraktogram yang diperoleh dari pengukuran difraksi sinar-X diolah

dengan program Rietica. Difraktogram hasil program Rietica senyawa kompleks dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Difraktogram XRD

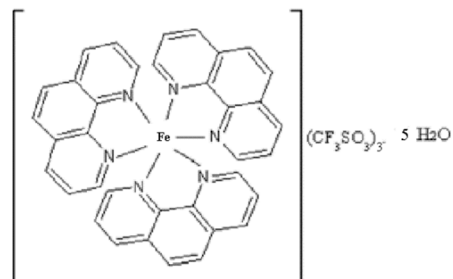
Berbagai informasi parameter yang didapatkan dari program ini ditunjukkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Data Kristalografi dari Senyawa Kompleks

Senyawa Kompleks	$[\text{Fe}(\text{phen})_3(\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$
Sistem Kristal	Monoklinik
Space Grup	C2/c
a (Å)	10,781
b (Å)	24,53
c (Å)	13,286
α (°)	90
β (°)	103,15
γ (°)	90
V (Å ³)	3422
Rp	5,37
Rwp	11,05
Gof	2,24

Berdasarkan hasil uji karakterisasi senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3$.

$5\text{H}_2\text{O}$ dapat diprediksi memiliki struktur pada Gambar 4.



Gambar 4. Perkiraan Struktur $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

SIMPULAN

1. Metode sintesis senyawa kompleks Fe(III) dengan ligan 1,10-fenantrolin dan anion CF_3SO_3^- adalah metode pendesakan langsung.
2. Formula senyawa kompleks yang terbentuk adalah $[\text{Fe}(\text{phen})_3](\text{CF}_3\text{SO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
3. Senyawa kompleks bersifat paramagnetik dengan nilai μ_{eff} 2,1 – 2,27 BM. Hasil spektrum elektronik menunjukkan adanya tiga serapan menunjukkan koefisien ekstingsi molar (ϵ) kompleks ini adalah 48,8 – 59,7 $\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$ hal ini menunjukkan bentuk geometri octahedral. Spektrum elektronik terdapat tiga serapan merupakan

transisi elektronik $d-d$, ${}^2T_2 \rightarrow {}^2T_1$, 2A_2 ; ${}^2T_2 \rightarrow {}^2E$; dan charge transfer metal \rightarrow ligan. Spektrum FTIR menunjukkan adanya serapan khas dari ligan 1,10-fenantrolin dan anion triflat yang mengindikasikan telah terbentuk kompleks. Hasil XRD senyawa kompleks menunjukkan sistem kristal Monoklinik, space group C2/c dengan parameter $a = 10,781 \text{ \AA}$, $b = 24,53 \text{ \AA}$, $c = 13,286 \text{ \AA}$, $\beta = 103,15^\circ$ dan volumenya $= 3422 \text{ \AA}^3$, $R_p = 5,37$ dan $R_{wp} = 11,05$.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Sugiyarto, Kristian H dan Retno Suyanti. (2012). *Dasar-dasar Kimia Anorganik Transisi*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- [2] Torres, M, Egidio, Marta dan Miguel. 1979. Fe(III)-EDTA complex as iron fortification Further Studies. *The American Journal of Clinical Nutrition*. 32:809-816.
- [3] Cotton, F. A dan Wilkinson. (1989). *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- [4] Sariyanto, Lanjar. (2010). Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Kromium (III) dengan Benzokain. *Skripsi*. Surakarta: Univesitas Sebelas Maret.
- [5] Kulkarni, Prasad, Subhash P., and Ekkehard S. (1997). The first characterizes Fe(phen)Cl₃ complex : structure of aquo mono(1,10-phenanthroline)iron(III) trichloride : [Fe(phen)Cl₃(H₂O)]. *Journal Polyhedron* Vol. 17 No. 16, pp/ 2623-2626, 1998.
- [6] Odoko, Mamiko & Okabe, Nobuo. (2004). Tris(1,10-phenanthroline-k²N,N')iron(III) trinitrate monohydrate. *Journal : Acta Crystallographica Section E*. E60. m1822:m1824.
- [7] Pavia, L., Lampman G dan Goerge S. K. (2001). *Introduction to Spectroscopy: a Guide for Students or Organic Chemistry*. Philadelphia: Harcourt College.
- [8] Sastrohamidjojo.(2001). *Spektroskopi* Yogyakarta: Liberty.