



## PROSIDING

### SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA III

"Teori dan Aplikasi Sains dalam Isu Globalisasi Lingkungan, Profesionalisasi Pembelajaran dan Kewirausahaan"

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS

Surakarta, 7 Mei 2011



MAKALAH PENDAMPING

KIMIA ANORGANIK  
(Kode : D-08)

ISBN : 978-979-1533-85-0

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS BINUKLIR BESI(III)- NIKEL(II) DENGAN LIGAN OKSALATO DAN PIRIDIN

Yusi Deawati<sup>1,\*</sup> dan Silmina<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Padjadjaran, Bandung, Indonesia

\* Keperluan korespondensi, tel/fax: 022-7794391, email: [yusi\\_dea@unpad.ac.id](mailto:yusi_dea@unpad.ac.id)

### Abstrak

Telah dibuat senyawa kompleks heteronuklir besi(III)-nikel(II) dengan ligan oksalato dan piridin. Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan kompleks oligonuklir baru yang memiliki potensi transisi spin guna menyimpan memori pada *random access memory* (RAM). Sintesis dilakukan dengan mencampurkan larutan yang berisi besi(III) klorida heksahidrat dan asam oksalat dengan larutan yang mengandung nikel(II) klorida heksahidrat dan piridin. Setelah pencampuran kedua larutan tersebut, maka terbentuk serbuk berwarna hijau muda. Kadar nikel dan besi dalam serbuk tersebut berturut-turut sebesar 1,2391% dan 1,1878%, hasil analisis dengan spektrofotometer serapan atom. Analisis spektrum inframerah menunjukkan bahwa telah terjadi ikatan kovalen koordinasi antara logam besi dan nikel dengan ligan oksalato, yang diduga berperan sebagai ligan jembatan, dan dengan ligan piridin. Pita-pita  $\nu(\text{Fe-O})$  dan  $\nu(\text{Ni-N})$  terdapat pada  $556\text{-}487,03\text{ cm}^{-1}$ , sedangkan  $\nu(\text{Ni-O})$  terdapat pada  $346,23\text{ cm}^{-1}$ . Senyawa kompleks ini bersifat paramagnetik pada suhu  $27^\circ\text{C}$  dengan harga momen magnet dari pengukuran dengan *magnetic susceptibility balance* (MSB) sebesar  $4,39$  Bohr magneton.

**Kata kunci:** kompleks heteronuklir, kompleks oligonuklir, transisi spin, *random access memory*, *magnetic susceptibility balance*.

### PENDAHULUAN

Sintesis senyawa kompleks binuklir besi(III) telah banyak dilakukan sampai saat ini, diantaranya untuk menghasilkan perilaku transisi spin, yang menyebabkan *thermal hysteresis* sehingga berguna dalam penyimpanan data pada *random access memory* (RAM) [1]. Transisi spin dapat terjadi pada kompleks Fe(III) dengan adanya perpindahan dua elektron dari orbital  $e_g$  ke  $t_{2g}$ , sehingga keadaan spin berubah dari keadaan spin rendah (LS)  $e_g^0 t_{2g}^5$  ke keadaan spin tinggi (HS)  $e_g^2 t_{2g}^3$  dan sebaliknya sebagai respon terhadap perubahan suhu atau tekanan, dan oleh iradiasi cahaya. Para peneliti sangat tertarik untuk terus mempelajari sistem kooperatif transisi spin

yang lebih kuat, yaitu dari cara berikatannya, dengan membentuk sejumlah polimer dengan variasi dimensi 1D–3D. Dengan mengganti bermacam-macam ligan, dapat dihasilkan gaya-gaya kohesif yang lebih kuat dan memiliki respon ikatan yang lebih luas [2]. Sintesis yang dilakukan yaitu dengan cara mengganti ligan yang dipakai dan kemudian menggabungkan senyawa kompleks yang telah terbentuk tersebut dengan berbagai jenis anion atau kation kompleks, sehingga dapat membentuk polimer kompleks berinti tunggal maupun berinti banyak. Polimer kompleks mempunyai suatu kelebihan yaitu dalam hal pemanfaatannya yang lebih luas karena aspek kemagnetannya lebih tajam

dibandingkan dengan kompleks bukan polimer (Hauser).

## PROSEDUR PERCOBAAN

### Alat dan bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari alat-alat gelas biasa dan instrumen berupa spektrofotometer serapan atom (SSA), spektrofotometer inframerah (IR), spektrofotometer UV-tampak dan *magnetic susceptibility balance* (MSB).

Penelitian ini menggunakan bahan-bahan utama diantaranya adalah asam oksalat dihidrat,  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ ; piridin, besi(III) klorida heksahidrat,  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ; nikel(II) klorida heksahidrat,  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ , dan etanol.

### Prosedur

#### 1. Pembuatan senyawa kompleks mononuklir besi(III) dan nikel(II)

$FeCl_3 \cdot 6H_2O$  ditimbang sebanyak 2,7080 gram pada kaca arloji. Di tempat berbeda  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  ditimbang sebanyak 3,7815 gram pada kaca arloji. Kedua padatan tersebut dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL dan dilarutkan dalam air suling 4 mL, kemudian dicampurkan dan diaduk dengan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 50-70°C. Larutan didiamkan selama 1 jam hingga terbentuk kristal.

Selanjutnya pada wadah lain, sebanyak 2,3785 gram  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  dimasukkan dalam gelas kimia 50 mL. kemudian ditambahkan 2,4 mL piridin, larutan diaduk. Ditambahkan air suling sebanyak 7 mL. Larutan tersebut diaduk sambil dipanaskan pada suhu 80°C dengan *magnetic stirrer*. Larutan didiamkan selama 2 malam hingga terbentuk kristal.

#### 2. Pembuatan senyawa kompleks binuklir besi(III)-nikel(II)

Ke dalam larutan kompleks nikel(II)-piridin ditambahkan kompleks besi(III)-oksalato. Larutan dibiarkan selama 2 malam pada suhu kamar. Endapan yang terbentuk disaring dengan cara filtrasi, dicuci dengan air dingin, dan dikeringkan menggunakan vakum.

### 3. Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan menggunakan SSA, spektrofotometer IR, spektrofotometer UV-sinar tampak dan MSB.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Sifat fisik senyawa kompleks

Senyawa kompleks binuklir hasil reaksi antara kompleks mononuklir nikel(II)-piridin dan besi(III)-oksalato berupa serbuk hijau muda yang tidak larut dalam air.

### 2. Hasil Karakterisasi

Metode analisis AAS sangatlah tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah, sehingga tidak memerlukan sampel terlalu banyak untuk analisis. Dari analisis tersebut didapat persen logam Fe sebanyak 1,2391% dan logam Ni sebanyak 1,1878%.

Spektra FTIR (Gambar 1) menunjukkan bahwa pada daerah  $3394,74 \text{ cm}^{-1}$  yang memiliki bentuk pita lebar mengindikasikan adanya gugus OH yang berasal dari  $H_2O$  yang terdapat pada senyawa kompleks. Senyawa kompleks ini mengikat molekul air sebagai hidratnya. Sedangkan gugus karboksilat teridentifikasi pada bilangan gelombang  $1666,51 \text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari ligan oksalat yang terdapat pada senyawa kompleks ini. Selain itu, pada daerah  $624,46 \text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasi adanya ligan piridin yang merupakan ligan monodentat dalam senyawa kompleks binuklir yang dibuat. Ikatan antara logam dengan atom donor pun dapat teridentifikasi. Logam Fe yang berikatan dengan atom O serta ikatan Ni-N teridentifikasi pada bilangan gelombang  $556-487,03 \text{ cm}^{-1}$ . Vibrasi Ni-

N yang teridentifikasi menunjukkan adanya ikatan logam Ni dengan atom N pada ligan piridin. Hal ini menunjukkan terbentuknya senyawa kompleks. Sedangkan pada daerah  $346,23 \text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasi adanya ikatan Ni-O. Hasil tersebut menunjukkan bahwa atom O berfungsi sebagai ligan jembatan yang menghubungkan logam Ni dan Fe. Atom O tersebut berasal dari ion oksalat. Maka, senyawa kompleks binuklir pun terbentuk.

Spektrum ultraviolet-sinar tampak yang diperoleh untuk senyawa kompleks binuklir ini menghasilkan dua puncak yang berbeda. Puncak yang pertama yaitu pada panjang gelombang 209,7 nm menunjukkan spektrum asam oksalat yang merupakan ligan jembatan dalam senyawa kompleks binuklir ini. Hal ini dapat dilihat pada literatur spektrum asam oksalat yang memiliki panjang gelombang maksimum 210 nm. Spektra UV-tampak ini dapat dilihat pada Gambar 2.

Kombinasi ligan oksalato dan DPA dengan besi(III)-nikel(II) menghasilkan sifat paramagnetik dengan harga momen magnet sebesar 4,39 Bohr magneton.

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah berhasil disintesis senyawa kompleks binuklir paramagnetik besi(III)-nikel(II) dengan ligan oksalato dan piridin, dengan oksalato dan piridin terikat pada masing-masing inti, dan oksalato merupakan ligan yang menjembatani dua inti Fe dan Ni.

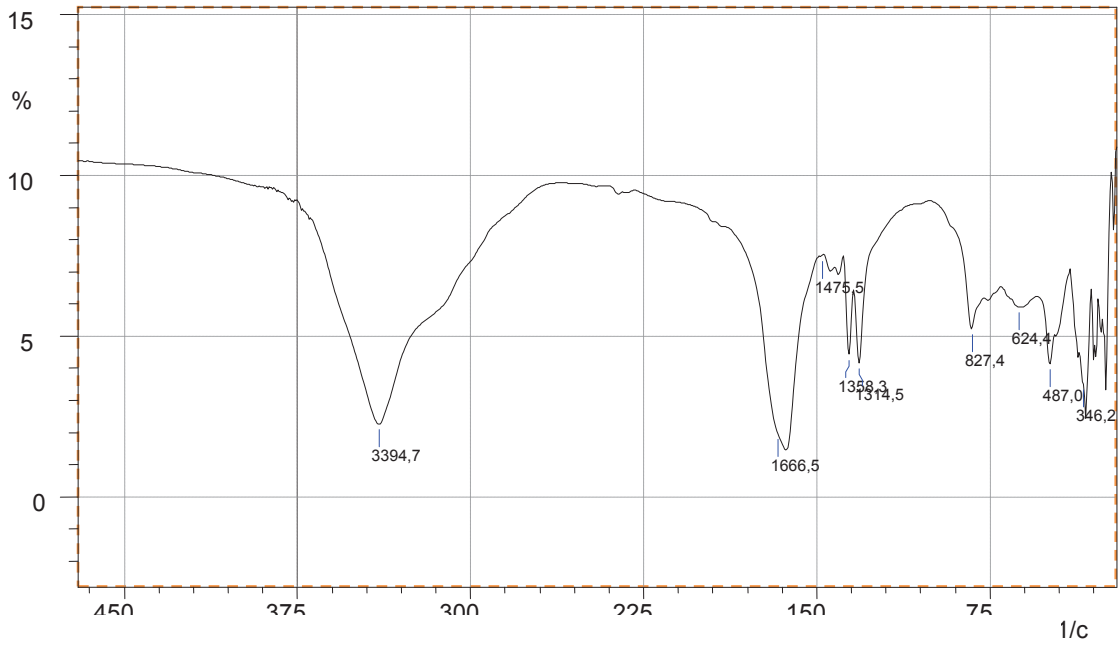
## UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih disampaikan kepada Jurusan Kimia FMIPA Universitas Padjadjaran yang telah mendukung sarana dan prasarana sehingga penelitian ini dapat terwujud.

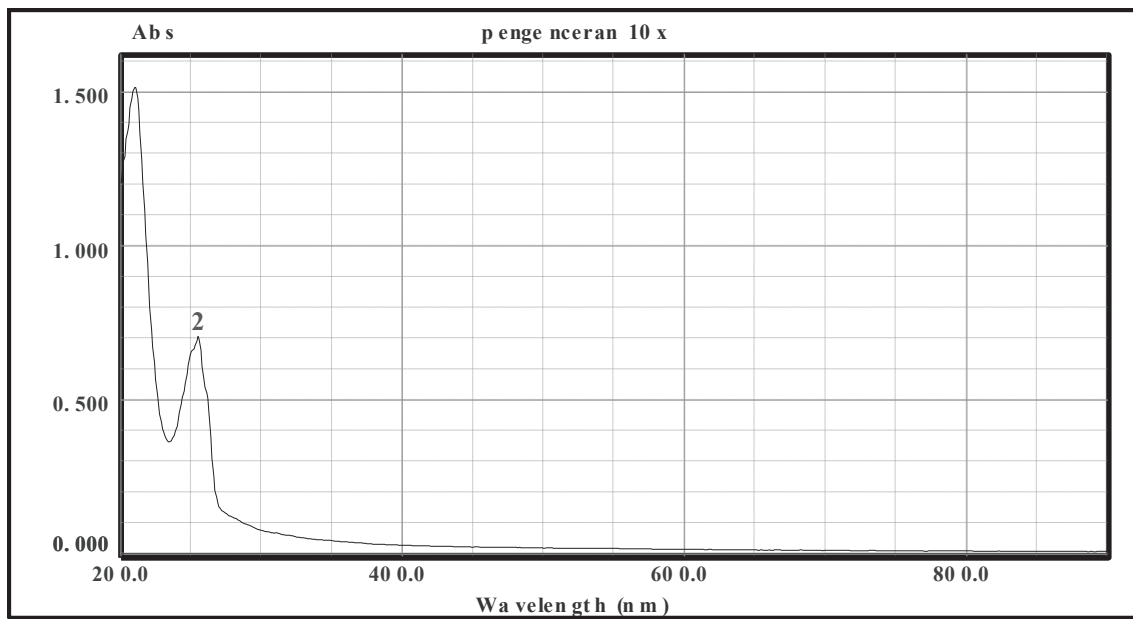
## DAFTAR RUJUKAN

- [1] Gütlich, Philipp and Goodwin, Harold A, 2004, *Spin Crossover – An Overall Perspective*, *Top Curr. Chem.* 233. 1–47.
- [2] van Koningsbruggen, Petra J., Maeda, Yonezo, and Oshio, Hiroki. 2004, *Iron(III) Spin Crossover Compounds*. *Top Curr. Chem.* 233. 259–324.
- [3] Hauser, Andreas. *Photophysics and Photochemistry of Transition Metal Compounds*, <http://www.unige.ch/sciences/chifi/Hauser/>

## LAMPIRAN



Gambar 1. Spektra IR senyawa kompleks binuklir besi(III)-nikel(II) dengan ligan oksalato dan piridin.



Gambar 2. Spektra UV-tampak senyawa kompleks binuklir besi(III)-nikel(II) dengan ligan oksalato dan piridin.