

## Sintesis dan Karakterisasi

### Kompleks Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-Sulfanilamid

Nur Farida Triyani<sup>(1)</sup>, Suhartana<sup>(2)</sup>, dan Sriatun<sup>(3)</sup>

Laboratorium Kimia Anorganik – Jurusan Kimia  
Fakultas Sains dan Matematika  
Universitas Diponegoro

---

#### Abstrak

Telah dilakukan penelitian yang berjudul Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-sulfanilamid. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan senyawa kompleks yang terbentuk yaitu [Ni(EDTA)] dan [Ni(slf)<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>] dan mengetahui karakterisasi dari kompleks Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-sulfanilamid dengan analisis menggunakan UV-Vis, FTIR dan AAS. Sintesis kompleks Ni(II)-EDTA dilakukan dengan perbandingan 2:2, sedangkan Ni(II)-sulfanilamid dilakukan dengan perbandingan 2:6. Hasil akhir dianalisis menggunakan UV-Vis untuk penentuan panjang gelombang maksimum. Analisis FTIR untuk mengetahui gugus fungsi senyawa kompleks dan interaksi yang terjadi antara logam dan ligan. Analisis AAS dilakukan untuk mengetahui berapa banyak atom logam yang terikat dengan ligan. Hasil penelitian menunjukkan pada FTIR diperoleh gugus O dan gugus N pada EDTA yang terkoordinasi pada ion pusat Ni<sup>2+</sup> membentuk kompleks Ni(II)-EDTA, sedangkan gugus nitrogen amin terkoordinasi pada ion pusat Ni<sup>2+</sup> membentuk kompleks Ni(II)-Sulfanilamid. Spektra UV-VIS menghasilkan puncak serapan untuk kompleks Ni(II)-EDTA pada 594 nm dan 772 nm dengan harga 10 Dq sebesar 201,207 kJmol<sup>-1</sup> dan 154,815 kJmol<sup>-1</sup>, sedangkan serapan maksimum Ni(II)-sulfanilamid pada 407 nm dan 742 nm dengan harga 10 Dq sebesar 298,047 kJmol<sup>-1</sup> dan 161,074 kJmol<sup>-1</sup>. Ni(II)-EDTA log K<sub>stab</sub> = 3,544 lebih stabil dibandingkan Ni(II)-sulfanilamid log K<sub>stab</sub> = 3,48.

Kata kunci : Sintesis, Karakterisasi, Ni(II)-EDTA, Ni(II)-Sulfanilamid

---

#### Abstract

A study entitled Synthesis and Characterization of Complex Ni (II)-EDTA and Ni (II)-sulfanilamide. This study aimed to obtain complex compounds are formed [Ni (EDTA)] and [Ni (slf)<sub>3</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>] and know the complex characterization of Ni (II)-EDTA and Ni (II)-sulfanilamide with analysis using UV -Vis, FTIR and AAS. Synthesis of complexes Ni (II)-EDTA done with 2:2 ratio, whereas Ni(II)-sulfanilamide done with 2:6 ratio. The final results were analyzed using UV-Vis wavelength for the determination of the maximum. FTIR analysis to determine functional group compounds and complex interactions between the metal and the ligand. AAS analysis done to determine how many metal atoms are bound to the ligand. FTIR results showed the acquired group O and group N on EDTA center coordinated to Ni<sup>2+</sup> ions form complexes Ni(II)-EDTA, while the amine nitrogen groups coordinated to the central Ni<sup>2+</sup> ions form complexes Ni(II)-Sulfanilamide. UV-VIS spectra result in the absorption peak for the complex Ni (II)-EDTA at 594 nm and 772 nm at 10 Dq at 201.207 and 154.815 kJmol<sup>-1</sup> kJmol<sup>-1</sup>, while the maximum absorption of Ni(II)-sulfanilamide at 407 nm and 742 nm at 10 Dq at 298.047 and 161.074 kJmol<sup>-1</sup> kJmol<sup>-1</sup>. Ni (II)-EDTA = 3,544 log K<sub>stab</sub> more stable than Ni (II)-sulfanilamide log K<sub>stab</sub> = 3,48.

Keyword : Synthesis, Characterization, Ni(II)-EDTA, Ni(II)-Sulfanilamide

---

## I. Pendahuluan

Senyawa kompleks terbentuk akibat adanya ikatan antara ligan yang berperan sebagai donor pasangan elektron (basa lewis) dengan ion pusat (logam) yang berperan sebagai akseptor pasangan elektron (asam lewis). Studi pembentukan kompleks menjadi hal yang menarik untuk dipelajari karena kompleks yang terbentuk dimungkinkan memberi banyak manfaat, misalnya untuk katalis, obat dan penanganan keracunan logam berat. Senyawa kompleks yang bisa dijadikan sebagai katalis harus memiliki sifat yang stabil. Salah satu senyawa kompleks yang sangat stabil adalah senyawa kompleks yang membentuk khelat. Senyawa kompleks nikel telah terbukti dapat digunakan pada proses katalitik yaitu pada Ni(II)- $\alpha$ -diimine digunakan sebagai katalis pada polimerisasi etilena. Suhu polimerisasi memiliki pengaruh besar pada aktivitas katalis dan derajat dari percabangan polimer. Katalis Ni(II)- $\alpha$ -diimine menghasilkan cabang yang banyak pada suhu tinggi dan pada tekanan rendah etilen, sehingga hasil derajat dari percabangan polietilen meningkat [3].

Penelitian ini menggunakan ligan sulfanilamid dan etilendiamintetraasetat (EDTA) yang mempunyai kemampuan membentuk kompleks-kompleks stabil dengan kation-kation tertentu. Etilendiamintetraasetat (EDTA) mempunyai atom donor N dan O, sehingga dapat membentuk khelat sedangkan sulfanilamid mempunyai atom donor N. Sintesis pembentukan kompleks Ni-EDTA dan Ni-sulfanilamid menarik untuk dilakukan karena perbedaaan ikatan Ni-N dan Ni-O antara 2 ligan yang berbeda yang mengikat atom Ni. Penelitian yang menggunakan ligan EDTA dan sulfanilamid dengan atom pusat yang berbeda telah dilakukan diantaranya oleh Setyawati dan Murwani [6] melaporkan pembentukan kompleks Fe-EDTA, dimana atom Fe terkoordinasi melalui atom N dari EDTA. Sintesis kompleks tembaga(II) dengan 4-kloro-2-nitrobenzensulfonamide. Ligan sulfonamide terkoordinasi pada ion Cu(II) melalui atom nitrogen amin [2].

## II. Metode Penelitian

### II.1 Alat dan bahan

#### II.1.1 Alat

Peralatan gelas, *magnetic stirrer*, timbangan elektrik, *hotplate*, desikator, spektrometer *UV-Vis*, *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS), FTIR.

#### II.1.2 Bahan

NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O (Merck), Na<sub>2</sub>H<sub>2</sub>EDTA.2H<sub>2</sub>O p.a (Merck), sulfanilamid, metanol p.a (Merck), etanol p.a (Merck) , dan kertas saring.

### II.2 Cara Kerja

#### II.2.1 Sintesis Kompleks Ni(II) dengan Ligan EDTA

NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak 0,474 gram dalam akuades (10 mL) ditambahkan dalam Na<sub>2</sub>H<sub>2</sub>EDTA.2H<sub>2</sub>O sebanyak 0,744 gram dalam akuades (10 mL) secara bertetes-tetes kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dengan waktu 24 jam. Larutan di panaskan sampai 1/3 volume awal. Larutan di diamkan sampai terbentuk endapan selama 72 jam dan endapan yang terbentuk disaring, dicuci dengan etanol dan dikeringkan dalam desikator.

#### II.2.2 Sintesis Kompleks Ni(II) dengan Ligan Sulfanilamid

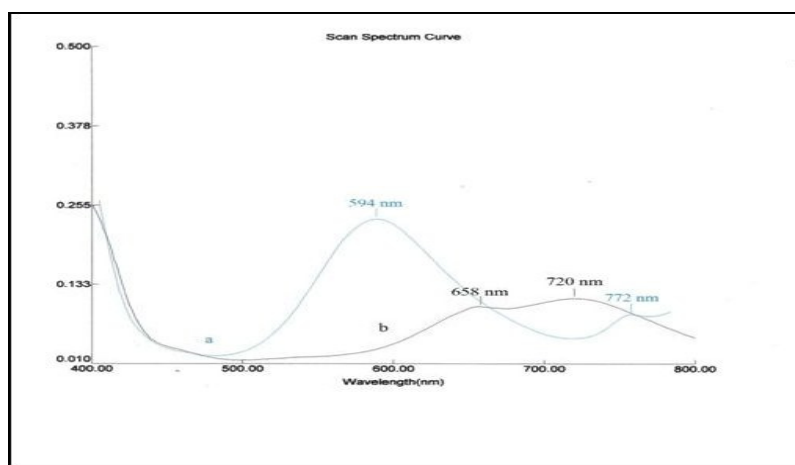
NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sebanyak 0,474 gram dalam metanol (10 mL) ditambahkan dalam Sulfanilamid sebanyak 1,033 gram dalam metanol panas (40 mL) secara bertetes-tetes kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dengan waktu 24 jam. Larutan di panaskan sampai 1/3 volume awal. Larutan di diamkan sampai terbentuk endapan selama 72 jam dan endapan yang terbentuk disaring, dicuci dengan etanol dan dikeringkan dalam desikator.

### III. Hasil dan Pembahasan

Hasil sintesis senyawa kompleks dikarakterisasi menggunakan beberapa instrumen yaitu instrumen *UV-Vis* untuk mengetahui panjang gelombang maksimum, instrumen FTIR untuk mengetahui gugus fungsi, dan menggunakan AAS untuk mengetahui berapa banyak atom logam yang terikat dengan ligan.

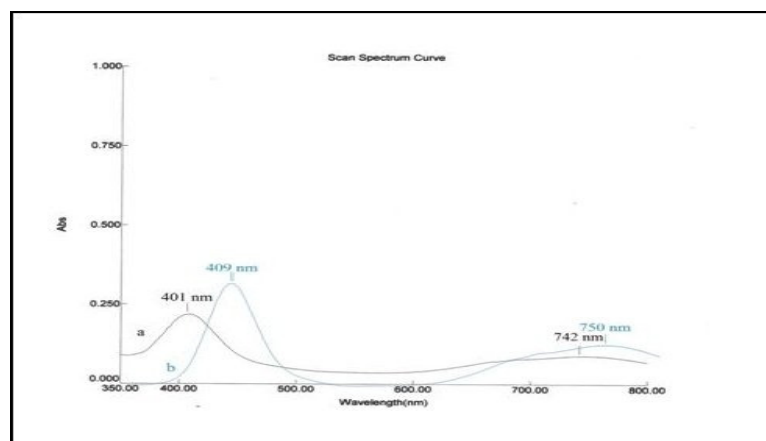
#### III.1 Spektrofotometri *UV-Vis* pada Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-sulfanilamid

Panjang gelombang maksimum  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam pelarut air muncul puncak pertama pada 658 nm dan puncak kedua pada 720 nm seperti ditunjukkan pada gambar III.1. Senyawa kompleks Ni(II)-EDTA muncul puncak serapan yang kuat pada 594 nm dan puncak serapan yang lemah pada 772 nm seperti ditunjukkan pada gambar III.1. Panjang gelombang maksimum Ni(II)-EDTA mengalami pergeseran ke arah panjang gelombang yang lebih pendek jika dibandingkan panjang gelombang  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , hal ini mengindikasikan terbentuknya senyawa kompleks Ni(II)-EDTA.



**Gambar III.1** Spektra elektronik Ni(II)-EDTA(a) dan spektra  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (b) dalam air

Pada gambar III.2 terlihat adanya pergeseran serapan panjang gelombang maksimum  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam metanol (409 dan 750 nm) ke arah panjang gelombang yang lebih kecil pada kompleks Ni(II)-sulfanilamid (401 dan 742 nm). Panjang gelombang maksimum Ni(II)-sulfanilamid mengalami pergeseran ke arah panjang gelombang yang lebih pendek jika dibandingkan panjang gelombang  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , hal ini mengindikasikan terbentuknya senyawa kompleks Ni(II)-sulfanilamid.

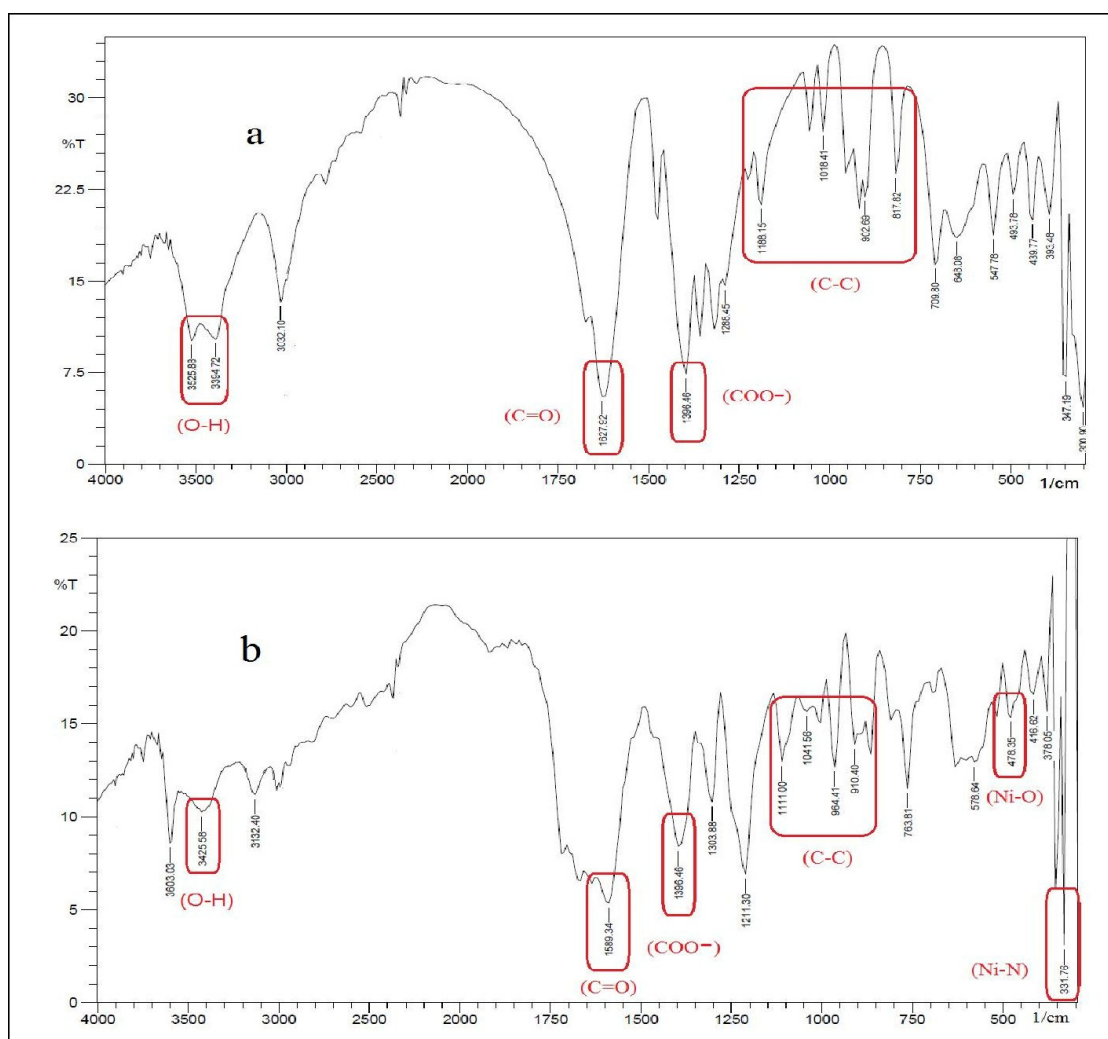


**Gambar III.2** Spektra elektronik Ni(II)-sulfanilamid(a) dan  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam metanol

Besarnya energi transisi (10 Dq) kompleks Ni(II)-EDTA ditunjukkan pada puncak pertama (594 nm) sebesar 201,207 kJmol<sup>-1</sup> dan pada puncak kedua (772 nm) sebesar 154,815 kJ mol<sup>-1</sup>. Besarnya energi transisi (10 Dq) kompleks Ni(II)-sulfanilamid pada puncak pertama (401 nm) sebesar 298,047 kJmol<sup>-1</sup> dan pada puncak kedua (742 nm) sebesar 161,074 kJmol<sup>-1</sup>.

### III.2 Spektra FTIR Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-sulfanilamid

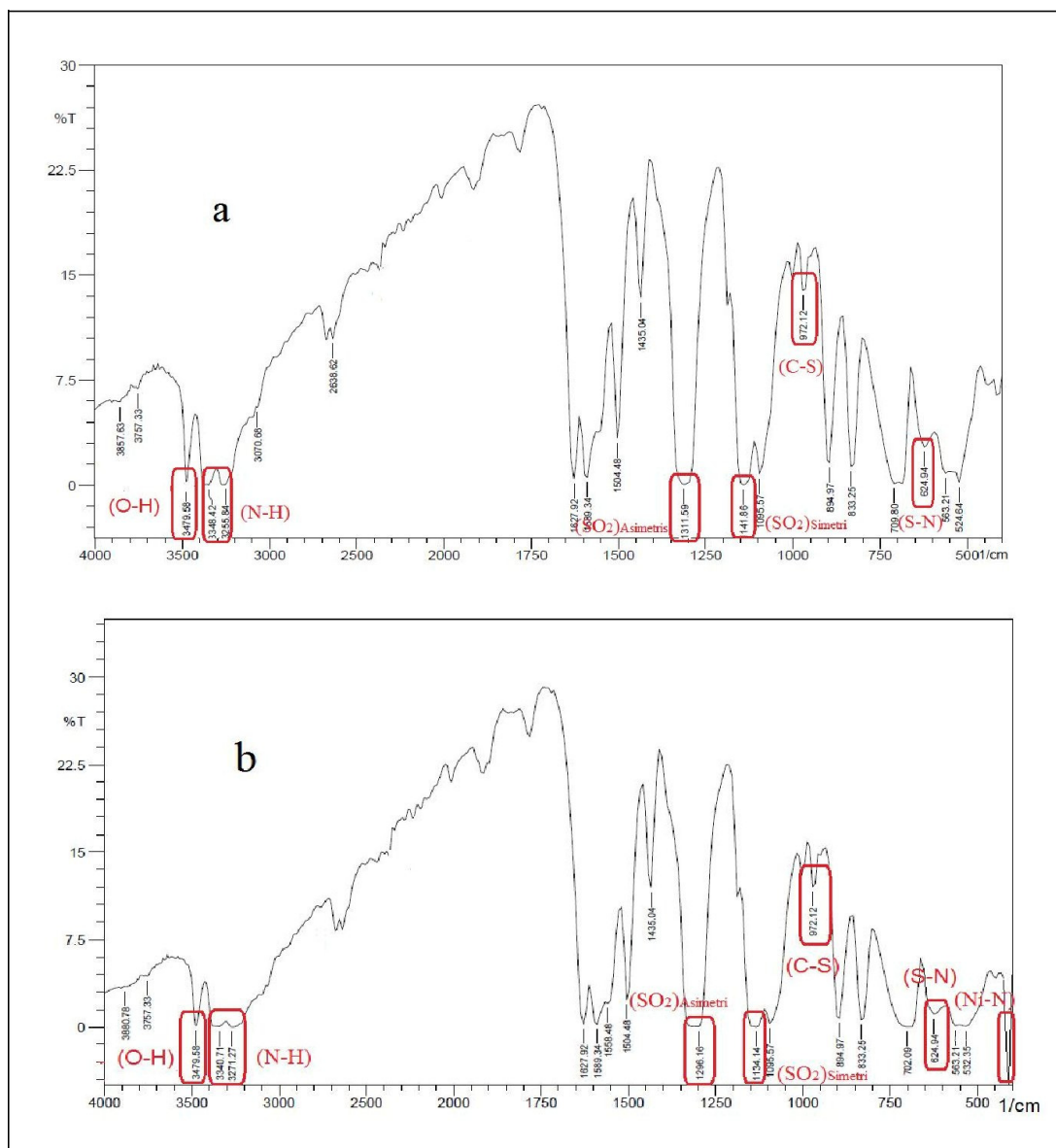
Analisis FTIR senyawa kompleks ini dilakukan pada bilangan gelombang 300-4000 cm<sup>-1</sup> untuk mengetahui gugus fungsi senyawa kompleks dan interaksi yang terjadi antara logam dan ligan. Indikasi terbentuknya senyawa kompleks Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-sulfanilamid yaitu terjadinya pergeseran serapan gugus fungsi kompleks Ni terhadap ligan EDTA dan ligan sulfanilamid yang ditunjukkan pada gambar III.3.



Gambar III.3 Spektra infra merah EDTA (a) dan Ni(II)-EDTA (b)

Spektra Ni(II)-EDTA pada gambar III.3 muncul serapan O- H pada daerah 3425.88 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan bahwa senyawa koordinasi Ni(II)-EDTA mengandung air kristal. Spektrum IR dari kompleks [Ni(sac)<sub>2</sub>(Hpz)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>] antara kisaran 3546-3310 cm<sup>-1</sup> yang terdapat serapan O-H mengindikasikan molekul air yang berikatan hidrogen [8]. Serapan C=O pada gambar III.3 mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih kecil dari 1627.92 cm<sup>-1</sup> menjadi 1589.34 cm<sup>-1</sup>, hal ini mengindikasikan ligan EDTA yang terikat dengan Ni. Vibrasi C-O yang berasal dari ester pada 1396.46 cm<sup>-1</sup>. Frekuensi vibrasi C-C

untuk alkana muncul pada serapan  $1200-800\text{ cm}^{-1}$ . Serapan vibrasi ikatan antara logam Ni dengan ligan ditunjukkan pada bilangan gelombang  $300-600\text{ cm}^{-1}$ , vibrasi ikatan Ni-N ditunjukkan pada bilangan gelombang  $331.76\text{ cm}^{-1}$ . Sintesis logam  $\text{Ni}^{2+}$  dan  $\text{H}_4\text{EDTA}$  menyatakan bahwa vibrasi ikatan logam dengan gugus N dari ligan akan muncul pada bilangan gelombang  $300-390\text{ cm}^{-1}$  [4]. Vibrasi Ni-O dari ligan EDTA muncul pada bilangan gelombang  $478.35\text{ cm}^{-1}$ , hal ini sesuai dengan literatur yang menyebutkan bahwa vibrasi logam dengan gugus O dari ligan akan muncul pada bilangan gelombang  $600-400\text{ cm}^{-1}$  [4].



**Gambar III.4** Spektra infra merah sulfanilamid (a) dan Ni-sulfanilamid (b)

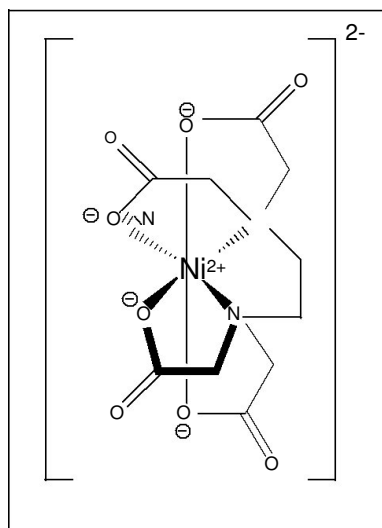
Kompleks Ni(II)-sulfanilamid pada gambar III.4 menunjukkan ada pergeseran spektra gugus N-H primer ligan bebas sulfanilamid dari  $3348.32; 3255.84\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $3340.71; 3271.27\text{ cm}^{-1}$ , hal ini mengindikasikan bahwa gugus N-H primer terkoordinasi pada ion pusat  $\text{Ni}^{2+}$ , sebagaimana pada kompleks  $[\text{Mn}(\text{C}_5\text{H}_{10}\text{NO}_2\text{S})_2]$  terdapat pergeseran serapan pada  $3340$  dan  $3267\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus N-H yang terkoordinasi dengan logam  $\text{Mn}^{2+}$  [5].

Gambar III.4 menunjukkan serapan gugus SO<sub>2</sub> simetris dan SO<sub>2</sub> asimetris mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih kecil seperti yang terjadi pada pada senyawa kompleks Cu<sub>2</sub>(*N*-(*pyridin-2-yl*)*biphenyl-4-sulfonamidate*)<sub>4</sub>, gugus SO<sub>2</sub> simetris dan SO<sub>2</sub> asimetris tidak berkoordinasi dengan ligan akibat dari deprotonasi ligan dari kelompok sulfanomida [1].

Senyawa kompleks [M<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>(2-*thiophenecarboxaldehydesulfametrole*)(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>], M=Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II) dan Cd(II) juga terjadi pergeseran gugus SO<sub>2</sub> simetris dan SO<sub>2</sub> asimetris ke frekuensi yang lebih rendah pada saat kompleksasi [7]. Serapan vibrasi ikatan antara logam Ni dengan ligan ditunjukkan pada bilangan gelombang 300-600 cm<sup>-1</sup>, vibrasi ikatan Ni-N ditunjukkan pada bilangan gelombang 308.61 cm<sup>-1</sup>.

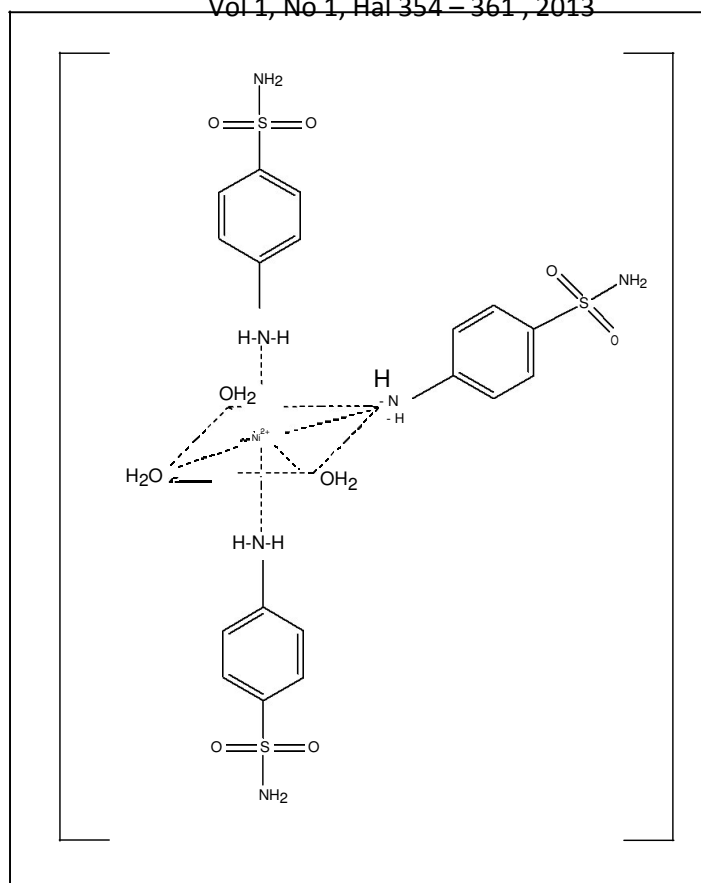
Gugus fungsi yang lain yaitu gugus N-H sekunder, gugus S-N, dan gugus C-S pada kompleks Ni(II)-sulfanilamid tidak terjadi pergeseran yang signifikan sehingga diasumsikan tidak terjadi ikatan logam pusat Ni(II) dengan gugus-gugus tersebut.

Gambar III.5 menunjukan perkiraan struktur Ni(II)-EDTA yang mempunyai struktur oktahedral. Etilendiamintetraasetat (EDTA) merupakan ligan heksadentat yang dapat menyumbangkan enam pasang elektron bebas kepada ion logam sebagai atom pusat. Jika ion Ni<sup>2+</sup> dengan konfigurasi elektron valensi 3d<sup>8</sup>4s<sup>0</sup> berinteraksi dengan ligan EDTA maka akan menghasilkan hibridisasi sp<sup>3</sup>d<sup>2</sup>. Oleh karena itu nikel (II) sebagai atom pusat akan mengikat satu molekul EDTA melalui ikatan koordinasi antara dua gugus amino dan empat gugus karboksilat terhadap atom pusat sehingga membentuk struktur senyawa kompleks oktahedral.



**Gambar III.5** Perkiraan struktur senyawa kompleks Ni(II)-EDTA

Gambar III.6 menunjukan perkiraan struktur Ni(II)-sulfanilamid yang mempunyai struktur oktahedral. Hasil pergeseran IR pada daerah dari 3348.32; 3255.84 cm<sup>-1</sup> menjadi 3340.71; 3271.27 cm<sup>-1</sup> menunjukkan pergeseran dari gugus N-H primer yang mengindikasikan adanya ikatan yang terjadi antara N-H primer pada sulfanilamid dengan atom pusat Ni(II).



**Gambar III.6** Perkiraan struktur senyawa kompleks  $[\text{Ni}(\text{slf})_3(\text{H}_2\text{O})_3]$

### III.3 Konstanta Kestabilan Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-sulfanilamid

Pengukuran AAS dilakukan pada filtrat hasil sintesis senyawa kompleks untuk mengetahui konsentrasi Ni sisa dan mengetahui banyaknya atom pusat Ni yang terikat dengan ligan EDTA dan sulfanilamid. Konsentrasi Ni yang terikat dengan ligan dapat diperoleh dengan cara Ni awal dikurangi Ni sisa yang diukur dengan AAS. Penurunan konsentrasi yang terjadi menandakan Ni sudah berikatan dengan ligan pada senyawa kompleks. Hasil pengukuran kadar logam yang dilakukan pada filtrat Ni digunakan lebih lanjut untuk menghitung konstanta kestabilan kompleks dari Ni(II)-EDTA dan Ni(II)-sulfanilamid. Hasil perhitungan di dapatkan harga konstanta Ni(II)-EDTA  $\log K_{\text{stab}} = 3,544$  sedangkan Ni(II)-sulfanilamid  $\log K_{\text{stab}} = 3,48$ . Harga konstanta kestabilan Ni(II)-EDTA lebih besar dibandingkan dengan Ni(II)-sulfanilamid.

### IV. Kesimpulan

1. Sintesis senyawa kompleks dari logam Ni dan ligan EDTA menghasilkan kompleks  $[\text{Ni}(\text{EDTA})]$ , sedangkan sintesis senyawa kompleks dari logam Ni dan ligan sulfanilamid menghasilkan kompleks  $[\text{Ni}(\text{slf})_3(\text{H}_2\text{O})_3]$ .
2. Karakterisasi kompleks Ni(II)-EDTA diperoleh gugus O dan gugus N pada EDTA terkoordinasi pada ion pusat  $\text{Ni}^{2+}$ , serapan maksimum kompleks Ni(II)-EDTA pada 594 nm dan 772 nm dengan energi transisi sebesar  $201,207 \text{ kJmol}^{-1}$  dan  $154,815 \text{ kJmol}^{-1}$ , dan  $\log K_{\text{stab}} \text{ Ni(II)-EDTA} = 3,544$ . Karakterisasi Kompleks Ni(II)-sulfanilamid diperoleh gugus nitrogen amin terkoordinasi pada ion pusat  $\text{Ni}^{2+}$ , serapan maksimum Ni(II)-sulfanilamid pada 401 nm dan 742 nm dengan energi transisi sebesar  $298,047 \text{ kJmol}^{-1}$  dan  $161,074 \text{ kJmol}^{-1}$ , dan  $\log K_{\text{stab}} \text{ Ni(II)-sulfanilamid} = 3,48$ .

## V. Daftar Pustaka

- [1] Bodoki, A., Alzuet, G., Hangan, A., Oprean L., Estevan, F., Castiñeiras, A., Borrás, J., 2010, Spectroscopic, magnetic, and electrochemical studies of a dimeric N-substituted-sulfanilamide copper(II) complex. X-ray and molecular structure of the  $\text{Cu}_2(\text{N}(\text{pyridin-2-yl})\text{biphenyl-4-sulfonamidate})_4$  complex, *Inorganica Chimica Acta*, Vol.363, hal 3139– 3144
- [2] Camí, G., Villalba, C.E., Santi, D.Y., Colinas, P., Estiu, G., Soria, D.B., 2011, Synthesis, thermogravimetric, spectroscopic and theoretical characterization of copper(II) complex with 4-chloro-2-nitrobenzenesulfonamide, *Journal of Molecular Structure*, Vol. 995, hal 72–77
- [3] Jian-chao, Y., Yu-feng, L., Tong-jian, M., Xue-hu, W., 2011, Highly Active New  $\alpha$ -Diimine Nickel Catalyst for Polymerization of Ethylene, *Chem. Res. Chinese Universities*, 27(6), hal 1014—1018
- [4] Lailis, N.C., Murwani, I.K., 2010, Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Nikel(II) dengan Ligan Etilendiamintetraasetat (Edta), *Prosiding Seminar*, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- [5] Mamun, M.A., Ahmed, O., Bakshi, P.K., Ehsan, M.Q., 2010, Synthesis and spectroscopic, magnetic and cyclic voltammetric characterization of some metal complexes of methionine:  $[(\text{C}_5\text{H}_{10}\text{NO}_2\text{S})_2\text{MII}]$ ; MII = Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II) and Hg(II), *Journal of Saudi Chemical Society*, Vol.14, hal 23–31
- [6] Setyawati, H., Murwani, I.K., 2010, Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Fe(III)-(EDTA), *Prosiding Seminar*, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- [7] Sharaby, C.M., Synthesis, spectroscopic, thermal and antimicrobial studies of some novel metal complexes of Schiff base derived from  $[\text{N}1-(4\text{-methoxy-1,2,5-thiadiazol-3-yl})\text{sulfanilamide}]$  and 2-thiophene carboxaldehyde, *Spectrochimica Acta Part A*, Vol. 66, hal 1271–1278
- [8] Valle-Bourrouet, G., Pineda, L.W., Falvello, L.R., Lusa, R., Weyhermueller, T., Synthesis, structure and spectroscopic characterization of Ni(II), Co(II), Cu(II) and Zn(II) complexes with saccharinate and pyrazole, *Polyhedron*, Vol. 26, hal 4470–4478