

PENGARUH LIGAN PADA SINTESIS SENYAWA KOMPLEKS CO(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF N,N-DIMETIL-4-(FENILIMINOMETIL)ANILIN DAN 1,10-FENANTROLIN

Zipora Sembiring^{1*}, Syaiful Bahri¹, Rinawati¹, Adita Sukma Ramadhania¹, Aura Dhayang Fiarizky¹

¹Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung, Bandar Lampung

zipora.sembiring@fmipa.unila.ac.id

Artikel Info

Diterima
tanggal
12.09.2021

Disetujui
publikasi
tanggal
20.10.2021

Kata kunci :
basa Schiff,
kompleks,
senyawa
kompleks
Co(II), N,N-
Dimetil-4-
(feniliminometil)anilin 1,10-
fenantrolin

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis senyawa kompleks Co(II) dengan ligan basa Schiff N,N-Dimetil-4-(feniliminometil)anilin dan ligan 1,10-Fenantrolin. Sintesis senyawa kompleks dilakukan dengan reaksi kondensasi refluks pada suhu 78 °C menggunakan pelarut etanol, menghasilkan kristal berwarna coklat muda dengan rendemen sebesar 68% untuk kompleks Co(II) basa Schiff dan berwarna oranye dengan rendemen sebesar 72,60% untuk kompleks Co(II) Fenantrolin. Kristal yang diperoleh kemudian dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, dan TG-DTA. Berdasarkan hasil karakterisasi menunjukkan terbentuknya kompleks Co(II) basa Schiff dan kompleks Co(II) Fenantrolin. Kemudian untuk melihat pengaruh ligan pada pembentukan senyawa kompleks dilakukan karakterisasi menggunakan MSB dan dihasilkan momen magnet efektif (μ_{eff}) senyawa kompleks Co(II) basa Schiff sebesar 3,87 BM yang bersifat paramagnetik, sedangkan pada kompleks Co(II) Fenantrolin memiliki momen magnet efektif (μ_{eff}) sebesar 4,72 BM yang bersifat paramagnetik serta membentuk agen khelat. Hasil karakterisasi menggunakan MSB menunjukkan kompleks Co(II) Fenantrolin memiliki kestabilan yang lebih baik dibandingkan dengan ligan basa Schiff N,N-Dimetil-4-(feniliminometil)anilin.

ABSTRACT

Synthesis of the complex compound Co(II) with the basic ligand Schiff N,N-Dimethyl-4-(phenyliminomethyl)aniline and the ligand 1,10-Phenanthroline has been carried out. The synthesis of complex compounds was carried out by reflux condensation reaction at a temperature of 78 °C using ethanol as a solvent, producing light brown crystals with a yield of 68% for the Schiff base Co(II) complex and orange with a yield of 72.60% for the Co(II) Phenanthroline complex. The crystals obtained were then characterized using UV-Vis spectrophotometer, FTIR, and TG-DTA. Based on the results of the characterization showed the formation of a Schiff base Co(II) complex and a Co(II) Phenanthroline complex. To see the effect of ligands on the formation of complex compounds, characterization was carried out using MSB and resulting an effective magnetic moment (μ_{eff}) for the Schiff base Co(II) complex compound was 3.87 BM which was paramagnetic, while the Co(II) Phenanthroline complex had an effective magnetic moment (μ_{eff}) of 4.72 BM which is diamagnetic and forms a chelate. The results of characterization using MSB showed that the Phenanthroline Co(II) complex had better stability than the Schiff base ligand N,N-Dimethyl-4-(phenyliminomethyl)aniline.

PENDAHULUAN

Senyawa kompleks menjadi hal yang menarik untuk diteliti karena memiliki aplikasi dalam berbagai bidang, seperti bidang kesehatan, bidang pertanian, dan bidang industri. Senyawa kompleks terbentuk karena adanya ikatan antara ligan yang berperan sebagai donor pasangan elektron dengan atom pusat atau logam yang berperan sebagai akseptor pasangan elektron (Triyani dkk., 2013). Logam transisi merupakan logam yang banyak dipelajari dan disintesis menjadi senyawa-senyawa kompleks yang menghasilkan warna yang unik (David and Raynor, 1965). Salah satu logam yang sering digunakan pada sintesis senyawa kompleks adalah kobalt, dikarenakan logam kobalt merupakan logam golongan transisi yang bersifat inert dan stabil untuk membentuk senyawa kompleks dengan berbagai ligan (Rodgers, 2002).

Contoh ligan yang dapat digunakan dalam pembentukan senyawa kompleks adalah ligan 1,10 fenantrolin (fen). Fen dapat berfungsi sebagai ligan bidentat, hal ini disebabkan ligan fen merupakan ligan N- heterosiklik yang mempunyai dua atom donor N yang terikat pada cincin aromatis yang dapat meningkatkan kestabilan senyawa kompleks (Sharma dan Narula, 2015). Garai, dkk (2017) telah mensintesis kompleks $[\text{Co}(\text{fen})_2\text{Cl}_2]$ dari ion logam Co^{2+} dari kompleks $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan 1,10-fenantrolin menggunakan metode refluks selama 3 jam dan menghasilkan rendemen 71%. Pada penelitian ini akan disintesis senyawa kompleks Co(II) Fenantrolin dari kompleks $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan 1,10-fenantrolin menggunakan metode refluks. Selain fen, ligan yang dapat digunakan dalam pembentukan senyawa kompleks adalah ligan basa Schiff.

Ligan basa Schiff merupakan produk hasil kondensasi antara amina primer dengan senyawa aldehid atau keton. Ligan basa Schiff memiliki gugus imina atau disebut juga gugus azometina ($-\text{C}=\text{N}-$) (Imer *et al.*, 2017). Gugus azometina pada basa Schiff memiliki banyak kelebihan salah satunya dapat membentuk cincin khelat dalam senyawa kompleks sehingga ketika berikatan dengan ion logam akan membentuk struktur kompleks dan memiliki kestabilan yang cukup baik (Sembiring, 2017). Sari (2019) telah mensintesis ligan basa Schiff dari senyawa 4-dimetilaminobenzaldehida sebagai aldehid dengan anilin sebagai amina primer menggunakan kondensasi refluks selama 45 menit menghasilkan rendemen 76,20%. Abduljleel *et al.*, (2018) juga telah mensintesis ligan basa Schiff dari senyawa vanilin dan propana-1, 3-diamin dengan ion logam Co^{2+} menggunakan kondensasi refluks menghasilkan

senyawa kompleks dengan rendemen sebesar 68%. Pada penelitian ini juga akan dilakukan sintesis senyawa kompleks dari ion logam Co^{2+} dengan ligan basa schiff N,N-dimetil-4-(fenilaminometil)anilin menggunakan kondensasi refluks.

Kristal yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer Ultraviolet-Visible (UV-Vis), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Differential Thermal Analysis–Thermogravimetric Analysis* (DTA-TGA), dan *Magnetic Susceptibility Balance* (MSB) untuk mengetahui pengaruh ligan pada pembentukan senyawa kompleks. Senyawa kompleks dengan ligan 1,10- fenantrolin akan membentuk struktur geometri oktahedral dengan tiga agen khelat, sehingga diharapkan memiliki tingkat kestabilan yang lebih tinggi dibandingkan senyawa kompleks Co(II) basa Schiff yang memiliki struktur geometri tetrahedral. Karakterisasi yang dilakukan pada senyawa kompleks dapat menunjukkan karakteristik sifat fisik dan kimia senyawa kompleks untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang.

METODE

Alat dan Bahan

Alat utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca arloji, pipet volume 2 mL, gelas kimia 100 mL, gelas ukur 25 mL, labu ukur 10 mL, pipet tetes merk Iwaki dan Pyrex, corong gelas, satu set peralatan refluks (*boiling* 50 mL Pyrex *flatt*, kondensor, statif, *clamp holder* dan *boshed* 2 pcs), termometer 100°C, batang pengaduk, desikator, spatula, *furnace*, neraca analitik merek Kern dan Son GMBH ABT 220-4M, *magnetic*, *hot plate*, instrumen spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FTIR, DTA-TGA, dan MSB.

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah N,N-Dimetil-4-(feniliminometil)anilin, 1,10-fenantrolin p.a Merck, etanol p.a Merck, akuabides, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, kertas saring *whattman* 42, dan aluminium foil.

Prosedur

Sintesis senyawa kompleks dari ion logam Co^{2+} dengan ligan basa Schiff N,N-Dimetil-4-(feniliminometil)anilin dan 1,10-Fenantrolin dilakukan dengan mencampur masing-masing ligan basa Schiff N,N-Dimetil-4-(feniliminometil)anilin dan 1,10-Fenantrolin dengan ion logam Co^{2+} dari $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Kemudian campuran direfluks selama 2 jam pada suhu 78 °C dengan pelarut etanol sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik, kemudian disaring. Campuran yang terbentuk dicuci dengan akuabidest untuk mendapatkan

kompleks yang murni. Kristal kemudian dikeringkan dalam desikator, ditimbang hingga mencapai berat konstan, dan dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FTIR, DT-TGA, dan MSB.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis senyawa kompleks Co(II) dengan ligan basa Schiff N,N-Dimetil-4- (feniliminometil)anilin dan 1,10-Fenantrolin.

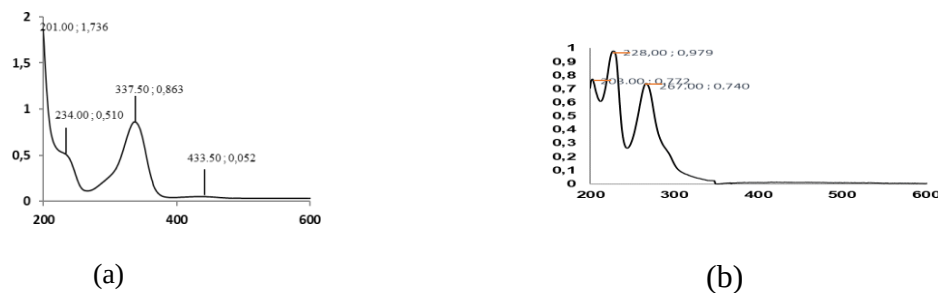
Sintesis ion logam Co^{2+} dari $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan basa Schiff N,N-Dimetil-4- (feniliminometil)anilin dan 1,10-Fenantrolin bertujuan untuk membentuk senyawa kompleks. Senyawa kompleks Co(II) dengan ligan basa Schiff N,N-Dimetil-4- (feniliminometil)anilin yang diperoleh dalam penelitian ini berupa padatan kristalin berwarna coklat muda sebanyak 0,4204 gram dengan rendemen 68,48%. Sintesis senyawa kompleks Co(II) dengan ligan 1,10-Fenantrolin menghasilkan padatan kristalin berwarna oranye sebanyak 0,552 gram dengan rendemen 72,6%. Kristal hasil sintesis dapat dilihat pada gambat 1:



Gambar 1. Kristal Senyawa Kompleks Co(II) basa Schiff (a) dan Senyawa Kompleks Co(II) Fenantrolin (b)

Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis

Karakterisasi panjang gelombang maksimum dilakukan pada senyawa kompleks Co(II) basa Schiff dan Co(II) 1,10-Fenantrolin hasil sintesis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-600 nm. Hasil spektrum ditunjukkan melalui gambar 2:

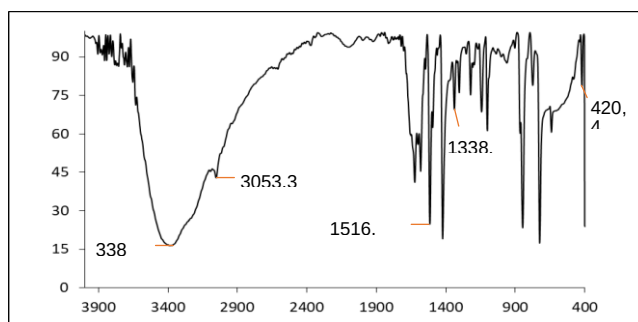


Gambar 2. Spektrum UV-Vis kompleks Co(II) Basa Schiff (a) dan kompleks Co(II) Fenantrolin (b)

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis diperoleh panjang gelombang maksimum untuk ligan basa Schiff dan fenantrolin adalah sebesar 337,5 nm dan 265 nm, sedangkan panjang gelombang maksimum untuk senyawa kompleks Co(II) basa Schiff dan senyawa kompleks Co(II) fen adalah sebesar 433,5 nm dan 267 nm. Hal tersebut membuktikan bahwa kompleks Co(II) basa Schiff dan kompleks Co(II) Fenanrolin telah terbentuk karena terjadi pergeseran panjang gelombang dari ligan ke senyawa kompleks hasil sintesis.

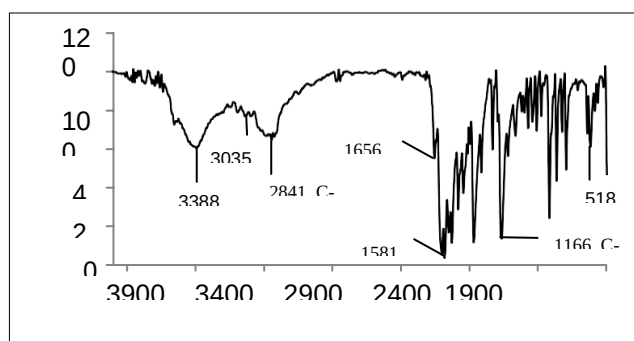
Karakterisasi Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk menentukan gugus fungsi khas dari kompleks Co(II) basa Schiff dan Co(II) Fenanrolin hasil sintesis. Karakterisasi dilakukan pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .



Gambar 3. Spektrum FTIR Kompleks Co(II) basa Schiff

Puncak serapan kompleks Co(II) basa Schiff (Co-N) (Gambar 3) terlihat pada daerah serapan bilangan gelombang 518 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa kompleks Co(II) telah terbentuk dan telah berhasil disintesis. Penelitian Tufa *et al.*, (2018) menunjukkan bahwa kompleks Co(II) dengan ligan basa Schiff dari senyawa vanilin dan anilina terbentuk pada daerah bilangan gelombang 492 cm^{-1} . Hal ini sesuai dengan teori yang menyatakan bahwa gugus (M-N) muncul pada bilangan gelombang 400-600 cm^{-1} (Khopkar, 1990).



Gambar 4. Spektrum FT-IR Kompleks Co(II) Fen

Puncak serapan kompleks Co(II) Fenantrolin (Co-N) (Gambar 4) terlihat pada daerah serapan bilangan gelombang 420, 48 cm^{-1} . Ikatan Co-N pada senyawa hasil sintesis muncul pada bilangan gelombang 420,48 cm^{-1} , serupa dengan serapan Co-N yang terdapat di daerah 418,57 cm^{-1} pada penelitian Putri, A (2016). Hal tersebut menunjukkan bahwa logam Co telah berikatan dengan atom N pada ligan 1,10- Fenantrolin.

Karakterisasi *Differential Thermal Analysis–Thermogravimetric* (DTA-TGA)

Tabel 1. Hasil analisis DT-TGA senyawa kompleks Co(II) basa Schiff dan senyawa kompleks Co(II) fenantrolin

Sampel	Suhu °C	Material	TGA %	
			Analisis	Teori
Senyawa Kompleks Co(II) basa Schiff	59,79-97	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	3,96	6,97
	202,54-247	$(\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{N}_2)_2$	64,37	67, 88
	287,5-500	Cl_2	12,79	10,75
		$(\text{H}_2\text{O})_2$		5,45
[Co(fen) ₃]Cl ₂ .5H ₂ O Senyawa kompleks Co(II) fenantrolin	50-100	5H ₂ O	12,11	11,2
	105-253	$\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2$	20,71	23,7
	254-405	$\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2$	24,67	23,7

Karakterisasi menggunakan DTA-TGA bertujuan untuk menentukan sifat termal dari kompleks Co(II) basa Schiff dan kompleks Co(II) Fenantrolin. Karakterisasi ini dilakukan pada suhu 50-500°C dengan kenaikan temperatur 5°C/menit. Data hasil analisis

dari DTA-TGA juga dapat digunakan untuk menentukan formula senyawa kompleks Co(II) yang terbentuk dengan menghitung persen kehilangan berat dari masing-masing molekul kemudian membandingkannya dengan perhitungan hasil secara teoritis.

Pada Tabel 1 dapat dilihat data hasil % perhitungan pengurangan massa secara analisis dan teoritis dari kompleks Co(II) basa Schiff dan kompleks Co(II) Fenantrolin menunjukkan kompleks Co(II) basa Schiff telah mengalami dekomposisi tiga tahap. Dekomposisi pertama yaitu pada suhu sekitar 59,79- 97 °C. Pada suhu ini, terjadi perubahan massa sebesar 3,96 % setara dengan lepasnya satu molekul etanol (CH₃CH₂OH). Dekomposisi kedua yaitu pada suhu sekitar 202,54- 247°C. Pada suhu ini terjadi perubahan massa yang drastis sebesar 64,37% setara dengan lepasnya dua molekul ligan basa Schiff (C₁₅H₁₆N₂). Dekomposisi ketiga yaitu pada suhu sekitar 287,5- 500 °C dimana terjadi perubahan massa sebesar 12,79% setara dengan lepasnya dua molekul ligan H₂O dan satu molekul Cl₂. Pada suhu diatas 500 °C merupakan sisa % massa dari logam kobalt. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan DTA-TGA, kompleks Co(II) basa Schiff memiliki formula yaitu [Co(C₁₅H₁₆N₂)₂(H₂O)₂]Cl₂.

Pada kompleks Co(II) Fenantrolin proses dekomposisi massa senyawa hasil sintesis terbagi menjadi 3 tahap. Tahap pertama, terjadi pengurangan massa pada rentang suhu 50-123°C sebanyak 12,11 % yang merupakan empat molekul H₂O yang berasal dari ion logam CoCl₂.6H₂O. Tahap kedua, pada rentang suhu 120-405°C terjadi dekomposisi massa secara bertahap sebanyak 20,71% dan 24,67%, dekomposisi tersebut merupakan dekomposisi dari dua molekul ligan fenantrolin yang digunakan. Persen massa yang tersisa sebesar 42,51% merupakan tahap terakhir dekomposisi massa kompleks Co(II) Fenantrolin yang terdiri dari 1 molekul ligan fen sebanyak 25,67%, dekomposisi gugus Cl₂ sebanyak 6,98%, dan dekomposisi kobalt oksida (CoO) sebanyak 9,86%. Berdasarkan persen massa kehilangan setiap unsur pada data hasil analisis, prediksi rumus senyawa kompleks Co(II) Fenantrolin yang dihasilkan adalah [Co(fen)₃]Cl₂.5H₂O.

Karakterisasi *Magnetic Susceptibility Balance* (MSB)

Hasil karakterisasi dengan MSB, senyawa kompleks Co(II) basa Schiff memiliki momen magnet sebesar 3,87 BM dengan bentuk geometri tetrahedral. Ligan basa Schiff merupakan ligan lemah sehingga senyawa kompleks memiliki 5 elektron tidak berpasangan

(spin tinggi) dan bersifat diamagnetik.

Senyawa kompleks Co(II) fenantrolin memiliki momen magnet sebesar 4,720 BM dengan bentuk geometri oktahedral disertai dengan terbentuknya tiga agen khelat yang dapat menstabilkan struktur senyawa kompleks. Ligan Fenantrolin merupakan ligan kuat sehingga senyawa kompleks bersifat paramagnetik.

KESIMPULAN

Senyawa kompleks Co(II) dari hasil sintesis dengan ligan basa Schiff dan juga 1,10-Fenantrolin menghasilkan warna kristal, rendemen, momen magnet, bentuk geometri, dan kestabilan yang berbeda. Pada kompleks Co(II) basa Schiff menghasilkan kristal berwarna coklat dengan rendemen 68%, sedangkan pada kompleks Co(II) Fenantrolin menghasilkan kristal berwarna kuning dengan rendemen 72,60%. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, dan DTA-TGA menunjukkan kompleks Co(II) basa Schiff dan kompleks Co(II) Fenantrolin terbentuk. Hasil karakterisasi menggunakan MSB menunjukkan kompleks Co(II) Fenantrolin memiliki kestabilan yang lebih baik dibandingkan dengan ligan basa Schiff, karena kompleks Co(II) Fenantrolin memiliki momen magnet efektif (μ_{eff}) sebesar 4,72 BM yang bersifat paramagnetik dan membentuk tiga agen khelat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih yang sebesar-besarnya kepada tim penelitian senyawa kompleks, Laboratorium Anorganik/Fisik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung, serta semua pihak yang turut membantu.

DAFTAR PUSTAKA

- Abduljeel, A. M., Alshaw, J., and Abbood, M. N. 2018. Synthesis , Characterization And Biological Studies of Schiff Bases Derived From Vanillin And Their Complexes With Cobalt (II). *Journal Of Chemical, Biological and Physical Sciences*. Vol. 8. No. 2. Pp. 135–153.
- David, M.A and J.B. Raynor. 1965. *Advanced Practical Inorganic Chemistry*. Jhon Wiley & Sons. London.

-
- Garai, M., Dey, D., Ram, H. Y., Maji, M., Roy, A. C., and Biswas, B. (2017). Synthesis and phosphatase activity of a Cobalt(II) phenanthroline. *Journal Chemistry Science*. Vol. 6. Pp.11040-11047.
- Imer, A. G., Syan, R. H. B., Gulcan, M., Ocak, Y.S., and Tombak, A. 2017. The Novel Pyridine Based Symmetrical Schiff Base Ligand And Its Transition Metal Complexes: Synthesis, Spectral Definitions And Application In Dye Sensitized Solar Cells (DSSCs). *Journal Mater Science : Mater Electron*.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Universitas Indonesia Press. Jakarta.
- Triyani, N. F., Suhartana, dan Sriatun. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Ni(II)- EDTA dan Ni(II)- Sulfanilamid. *Chem Info*. Vol. 1. No. 1. Pp. 354–361.
- Putri, A. N. (2016). *Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan (6E)- N2-((E)- 2-(6-Aminopiridin-2-Ilmino)-1,2-Difeniletolidin)Piridin-2,6-Diamina- Skripsi*. Surabaya: Institut Teknologi Surabaya.
- Rodgers, G.E. (2002). *Descriptive Inorganic, Coordination, and Solite-State Chemistry, 2nd Edition*. Canada: Thomson Learning.
- Sari, P. N. 2019. *Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Dari (4- Dimetilaminobenzaldehida Dan Anilina) Sebagai Dyesensitizer Pada Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) Menggunakan Variasi Elektrolit Gel (Skripsi)*. Universitas Lampung. Lampung.
- Sembiring, Z. 2017. Sintesis dan Karakteristik Struktur Senyawa Kompleks Cu(II) dan Mn(II) dengan basa Schiff Turunan Aldehida Sebagai Indikator. *Seminar Nasional DIPA-FMIPA 2017*, 1-41.
- Sharma, G., dan Narula, A. K. (2015). Synthesis of Eu(II) Complexes with 2-Aminopyridine and 1,10-Phenanthroline: Structural, Optical, Termal and Morphological Studies. *Sensors and Actuators. Sensors and Actuators B Chemical*, Vol. 215. Pp. 584-591.
- Tufa, A., Endale, M., and Desalegn, T. 2018. Synthesis, Characterization and Antibacterial Activity Of Copper(II) and Cobalt(II) Vanillin-Aniline SchiffBase Complex. *Chemistry and Materials Research*. Vol. 10. Pp. 38-45.