

Ind. J. Chem. Res. 2013. 1. 15 - 22

SYNTHESIS OF BINUCLEAR COMPLEX COMPOUND OF {[Fe(L)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks} (L = 1,10-phenantrolin and 2,2'-bipyridine)Sintesis Senyawa Kompleks Berinti Ganda  
{[Fe(L)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks} (L = 1,10-fenantrolin dan 2,2'-bipiridin)Yusthinus T. Male<sup>1\*</sup>, Helna Tehubijuluw<sup>2</sup>, Paulina M. Pelata<sup>3</sup><sup>1,2,3</sup>Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
Pattimura University, Kampus Poka, Jl. Ir. M. Putuhena, Ambon 97134

\* E-mail: yusmale@fmipa.unpatti.ac.id

Received: Juni 2013 Published: July 2013

## ABSTRACT

The paramagnetic complex {[Fe(fen)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks} have been synthesized in methanol solution using 1-10 phenantrolin, 2,2'-bipyridine, NCS<sup>-</sup> ligands and oxalate as bridging ligand. Synthesis of Fe (II) with ligands phenantrolin produced three complexes is paramagnetic compounds each with a value of magnetic moment ( $\mu$ ) of 5.98 BM, 7.34 BM and 6.00 BM, respectively. For complexes with bipyridine ligand complexes obtained two diamagnetic compounds with the magnetic moment ( $\mu$ ) was 3.57 BM and 3.50 BM, respectively. It could concluded that the field strength of bipyridine ligand cannot be reduced by NCS<sup>-</sup> ligand. Analysis results showing that the synthesized compound is a binuclear complex with {[Fe(fen)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks} molecular formula. This conclusion was supported by the measurement of conductivity, magnetic moment, IR spectroscopy and XRD analysis.

**Keywords :** Paramagnetic complex, ligand, diamagnetic, binuclear, magnetic moment

## PENDAHULUAN

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. Ion logam pusat merupakan ion unsur transisi, yang dapat menerima pasangan elektron bebas dari ligan. Donasi pasangan elektron ligan kepada ion logam pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks juga disebut senyawa koordinasi. Banyaknya ikatan koordinasi dalam senyawa kompleks, antara ion pusat dengan ligan disebut bilangan koordinasi. Bilangan koordinasi dan struktur senyawa kompleks beragam mulai dari bilangan koordinasi dua sampai dua belas dengan struktur linear, tetrahedral, segi empat planar, trigonal bipyramidal, dan oktahedral. Umumnya senyawa kompleks memiliki bilangan koordinasi enam dengan struktur umum oktahedral (Huhey, 1993).

Ligan-ligan dalam senyawa koordinasi dapat dibedakan atas ligan monodentat, bidentat, tridentat, dan polidentat. Ligan bidentat merupakan ligan yang memiliki dua atom donor.

Ligan 1,10-fenantrolin (*fen*) termasuk dalam ligan-ligan feroin bersama-sama dengan ligan 2,2'-bipiridin (*bp*), etilendiamin (*en*), dan 2,2'-terpiridin (*tpy*). Ligan-ligan ini dapat membentuk warna senyawa kompleks yang memiliki intensitas warna yang kuat dengan besi(II), sehingga ligan-ligan ini dapat dipakai luas dalam reaksi-reaksi warna kompleks kelat yang stabil (Moliner dkk., 2002).

Logam yang dapat membentuk kompleks biasanya merupakan logam transisi, alkali, atau alkali tanah. Logam transisi dapat didefinisikan sebagai logam sebagai yang dapat membentuk satu atau lebih ion yang stabil dengan konfigurasi elektron di orbital *d* dan *f* yang belum terisi penuh. Contoh besi(II) memiliki konfigurasi elektron  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^6$ . Di mana orbital *d*-nya sebagian belum terisi penuh. Keadaan elektron dalam kulit-kulit tersebut memungkinkan timbulnya perbedaan sifat kimia dan fisika antara senyawa-senyawa kompleks yang memiliki atom logam pusat yang sama, misalnya fenomena transisi spin (TS). Transisi Spin merupakan keadaan yang terjadi akibat dari pembelahan tingkat energi orbital *d* dalam

medan ligan oktahedral. Pembelahan tersebut menghasilkan dua kelompok tingkat energi yang di sebut kelompok  $e_g$  dan  $t_{2g}$  (Kahn, 1998).

Pengembangan saklar molekular yang mampu menyimpan dan memindahkan informasi saat ini menjadi kajian yang menarik dalam sains molekular. Kompleks besi(II) sangat potensial dijadikan saklar molekular karena mengalami TS atau perubahan dapat-balik dari suatu keadaan spin rendah (*low spin, LS*) diamagnetik ke keadaan spin tinggi (*high spin, HS*) paramagnetik melalui induksi suhu, tekanan, penyinaran, dan medan magnet (Gütlich, 2000). Kebanyakan senyawa dapat mengalami TS terdiri atas inti tunggal dengan inti koordinasi  $[FeN_6]$  yang umumnya menggunakan ligan-ligan bidentat - diimin. Karena inti tunggal merupakan unit molekular yang terpisah maka distorsi yang terjadi tidak dapat diteruskan ke keseluruhan kristal melalui interaksi intermolekular. Lemahnya interaksi molekular menyebabkan respon yang dihasilkan sangat kecil (Male, 2002).

Untuk mengatasi kendala pada inti tunggal, banyak penelitian baru yang dikembangkan untuk meneliti lebih lanjut aspek intermolekular, misalnya meningkatkan interaksi molekular dengan ligan-ligan jembatan yang sesuai. Langkah ini telah menghasilkan sejumlah TS berinti ganda dan senyawa TS polimerik dengan sifat TS yang menarik. Desain dan sintesis senyawa transisi poliinti telah diarahkan untuk mempelajari fenomena inti sistem, misalnya menggabungkan dua bentuk elektronik yang berbeda seperti perubahan magnetik dan TS dalam molekular yang sama; yang dilakukan oleh Khan dan dikembangkan bersama Real dkk., yang meneliti ligan jembatan 2,2'-bipiridin pada senyawa-senyawa Fe(II) (Real dkk., 2003). Penelitian senyawa kompleks terus berkembang dari kompleks berinti tunggal mengarah pada kompleks yang memiliki dua ion logam pusat yang dikenal sebagai kompleks berinti ganda. Kompleks ini memerlukan ligan jembatan yang dapat menghubungkan ion logam pusat yang satu dengan yang lainnya (Moliner dkk., 2001).

Ligan oksalat merupakan salah satu ligan jembatan yang banyak digunakan akhir-akhir karena keunikannya yang dapat menghasilkan struktur kompleks multidimensi (1, 2, atau 3 dimensi) (Stevenson dkk., 2006). Pada penelitian ini dilakukan sintesis dan karakterisasi senyawa kompleks berinti ganda  $\{[Fe(L)(NCS)_2]_2oks\}$  L = *fen, bp* menggunakan ligan jembatan oksalat.

## METODOLOGI

### Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Kimia Anorganik, Jurusan Kimia F.MIPA-Unpatti mulai dari bulan Mei sampai dengan bulan November 2011.

### Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian adalah Seperangkat alat gelas, Spektrofotometer IR (Prestige-21 Shimadzu), *Magnetic Susceptibility Balances* (Jhonson Matthey Mark I MSB ), Difraktometer Sinar-X (Shimadzu Goniometer XD-3A ), Konduktometer ( Eutech Instrumens ECCN11003K), Hot plate. Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ , p.a (Merck), KSCN, p.a (Merck), 1,10-fenantrolin monohidrat (Raidel-de Haen), 2'2-Bipiridin p.a (Merck), Asam Oksalat, p.a (Merck), Metanol, p.a (Merck), Aseton, p.a (Merck), Kertas Saring Whatman 42, Akuades

## Prosedur Kerja

### 1. Sintesis senyawa kompleks $\{[Fe(fen)(NCS)_2]_2oks\}$

Sintesis senyawa kompleks  $\{[Fe(fen)(NCS)_2]_2oks\}$  dilakukan menggunakan tiga metode yang didasarkan pada urutan substitusi ligan monodentat, bidentat, dan ligan jembatan dalam sistem kompleks Fe(II). Ketiga metode tersebut adalah ke dalam larutan metanolik Fe(II) ditambahkan ligan monodentat  $NCS^-$ , ligan bidentat fenantrolin kemudian ligan jembatan oksalat (metode I ). Selanjutnya metode II dan III mengubah urutan substitusi ketiga ligan. Pelarut metanol yang digunakan adalah metanol hangat yang dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu  $50^{\circ}C$ .

### 2. Sintesis senyawa kompleks $\{[Fe(bp)(NCS)_2]_2oks\}$

Sintesis senyawa kompleks  $\{[Fe(bp)(NCS)_2]_2oks\}$  dilakukan menggunakan dua metode yang didasarkan pada urutan substitusi ligan monodentat, bidentat, dan ligan jembatan dalam sistem kompleks Fe(II). Pada larutan metanolik Fe(II) ditambahkan ligan monodentat  $NCS^-$ , ligan jembatan oksalat kemudian ligan bidentat bipiridin (metode II), sedangkan untuk metode III, urutan substitusi ketiga ligan diubah.

### 3. Pengujian kelarutan

Pengujian kelarutan senyawa kompleks hasil sintesis dari ligan fenantrolin dan biperidin dilakukan untuk menentukan pelarut yang tepat untuk digunakan pada prosedur pengujian daya hantar listrik. Sebanyak tiga tabung reaksi disiapkan dan masing-masing diisi dengan 0,1 g kristal hasil sintesis. Selanjutnya ke dalam masing-masing tabung ditambahkan 2 mL metanol, 2 mL akuades, dan 2 mL aseton. Ketiga tabung reaksi tersebut kemudian dikocok, dan diamati kelarutan dari masing-masing senyawa kompleks. Dari data kelarutan masing-masing senyawa kompleks hasil sintesis dari kedua ligan, diperoleh pelarut terbaik yang dapat melarutkan senyawa hasil sintesis.

### 4. Pengukuran daya hantar listrik

Pengukuran daya hantar listrik senyawa kompleks dilakukan untuk menentukan jumlah ion dari senyawa kompleks hasil sintesis. Konduktometer yang telah terkalibrasi disiapkan. Sebanyak 50 mL pelarut hasil sintesis dari tahap pengujian kelarutan dipipet dan diukur daya hantar listriknya dengan konduktometer. Pengukuran daya hantar sampel dilakukan terhadap 50 mL sampel dengan konsentrasi  $10^{-3}$  M.

### 5. Pengukuran momen magnet senyawa kompleks

Tabung MSB ditimbang kosong ( $M_0$ , g) dan dilakukan pembacaan tabung MSB kosong ( $R_0$ ). Tabung MSB diisi sejumlah 0,01-0,1g sampel kristal hasil sintesis dan ditimbang kembali ( $M$ , g). Ketinggian sampel dalam tabung dapat diukur ( $L$ ) yaitu antara 1,0-3,0 cm kemudian tabung dimasukkan dalam medan magnet pada neraca MSB dan hasil pembacaan dicatat sebagai ( $R$ ). nilai  $C_{bal}$  yang digunakan adalah 0,97 sebagaimana perhitungan pada saat kalibrasi. Kerentanan magnetik tiap gram sampel dihitung dari selisih pembacaan  $[(R-R_0)]$ . Dilakukan juga pengukuran temperatur ruang ( $T$  dalam K). Dari data kerentanan magnetik tiap sampel, momen magnet efektif senyawa kompleks dapat dihitung (Angelici, 1977).

### 6. Penentuan rumus senyawa kompleks

Analisa komponen penyusun kristal senyawa kompleks hasil sintesis dilakukan menggunakan spektroskopi infra merah. Kecenderungan besi(II) untuk membentuk senyawa kompleks

oktahedral, maka dapat dilakukan pengukuran dengan kisaran bilangan gelombang pada 500-150  $cm^{-1}$ .

Data difraksi sinar-X serbuk diperoleh dengan menempatkan 1g sampel pada sel difrakometer (*sample holder*) kemudian disinari dengan sinar-X dari sumber logam Cu. Data difraksi diambil dari sudut ( $2\theta$ )  $10^0$  sampai  $90^0$  dengan selang  $0,02^0$ . Difraktogram yang diperoleh berupa grafik hubungan intensitas dan sudut difraksi ( $2\theta$ ).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Sintesis Senyawa Kompleks Fe(II)

Sintesis senyawa kompleks Fe(II) dengan ligan fenantrolin, biperidin dan ligan jembatan oksalat dilakukan dalam pelarut metanol. Larutan ligan metanolik dan ion logam Fe(II) dicampurkan secara langsung untuk mendapatkan padatan senyawa kompleks dengan warna yang berbeda-beda setelah campuran reaksi dibiarkan selama seminggu.

Untuk mengetahui efektifitas substitusi ligan, dilakukan tiga model reaksi, yaitu metode I, metode II, dan metode III. Hasil sintesis kompleks  $\{[Fe(L)(NCS)_2]_2oks\}$  di mana  $L = \text{fen, bp}$  dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data Hasil Sintesis Senyawa Kompleks

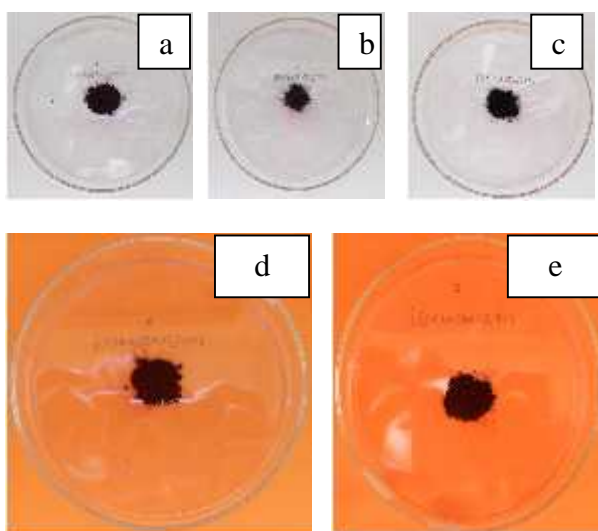
Senyawa kompleks	Bobot yang dihasilkan (g)	Rendemen (%)	Warna
If	0,1465	73,95	Ungu kemerahan
IIf	0,1314	66,33	Ungu
IIIIf	0,1675	84,55	Ungu kemerahan
IIf	0,1146	61,57	Coklat kemerahan
IIIIf	0,1612	86,62	Coklat kemerahan

Keterangan : If = kompleks  $\{[Fe(fen)(NCS)_2]_2oks\}$  metode I  
 IIf = kompleks  $\{[Fe(fen)(NCS)_2]_2oks\}$  metode II  
 IIIIf = kompleks  $\{[Fe(fen)(NCS)_2]_2oks\}$  metode III  
 IIf = kompleks  $\{[Fe(bp)(NCS)_2]_2oks\}$  metode II  
 IIIIf = kompleks  $\{[Fe(bp)(NCS)_2]_2oks\}$  metode III

Dari data pada Tabel 1 di atas, diperoleh kristal senyawa untuk kompleks Fe(II) dengan ligan fenantrolin dan ligan jembatan oksalat yang warna berbeda berdasarkan tiga metode tersebut.

Kristal senyawa kompleks If berwarna ungu kemerahan yang berkilaunan dengan rendamen 73,95% kompleks IIf berwarna ungu yang berkilaunan dengan rendamen 66,33% dan kompleks IIIf yang berwarna ungu kemerahan dengan rendamen 84,55% .

Sintesis untuk kompleks Fe(II) dengan ligan bipyridin dan ligan jembatan oksalat disintesis didasarkan pada urutan substitusi ligan, juga menghasilkan warna dan rendamen yang berbeda. Hasil senyawa kompleks IIf yang berwarna merah kecoklatan dengan rendamen 61,57 % dan kristal hasil senyawa IIIb yang berwarna merah kecoklatan dan rendamen yang diperoleh 86,62 %. Tampak serbuk dari setiap kristal hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Tampak Serbuk (a) Kompleks If, (b) Kompleks IIf, (c) Kompleks IIIf, (d) Kompleks IIf, (e) Kompleks IIIb.

## 2. Pengujian Kelarutan Senyawa Kompleks Fe(II)

Pengujian kelarutan senyawa kompleks bertujuan untuk memperoleh pelarut yang paling baik untuk digunakan pada tahap analisa berikutnya. Setelah sejumlah padatan kompleks hasil sintesis diperoleh, dilakukan pengujian kelarutan terhadap masing-masing senyawa kompleks menggunakan beberapa pelarut yaitu metanol, aseton, dan akuades. Hasil pengujian kelarutan tersebut dapat dilihat pada Tabel 2. berikut ini.

Tabel 2. Hasil Pengujian Kelarutan Senyawa Kompleks

Senyawa Kompleks	Pelarut		
	Metanol	Aseton	Akuades
If	+++	++	+
IIf	+++	++	+
IIIIf	+++	++	+
IIf	+++	++	+
IIIb	+++	++	+

Keterangan :  
 +++ = sangat larut  
 ++ = larut  
 + = kurang larut

Dari hasil pengujian kelarutan, diperoleh bahwa metanol merupakan pelarut yang baik untuk melarutkan senyawa kompleks hasil sintesis. Maka untuk melakukan pengujian daya hantar listrik, digunakan metanol sebagai pelarut.

## 3. Pengukuran Daya Hantar Listrik Senyawa Kompleks

Pengukuran daya hantar listrik senyawa kompleks hasil sintesis bertujuan untuk menentukan jumlah ion dalam senyawa kompleks yang dihasilkan. Hasil pengukuran daya hantar listrik kompleks hasil sintesis dan senyawa pembanding dalam metanol dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Pengukuran Daya Hantar Listrik Kompleks Hasil Sintesis dan Senyawa Pembanding

Larutan	Daya Hantar Molar (cm-1mol-1 -1)	Jumlah Ion
If	38,93	-
IIf	45,05	-
IIIIf	40,93	-
IIf	56,25	-
IIIb	36,15	-
NaNO <sub>3</sub>	80,18	2
MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	159,18	3

Pengukuran daya hantar listrik dari senyawa kompleks dilakukan untuk mengetahui jumlah ion jika senyawa tersebut dilarutkan dalam pelarut tertentu. Dari data tersebut di atas dapat dikatakan bahwa kelima senyawa kompleks yang disintesis tidak bermuatan.

## 4. Pengukuran Sifat Kemagnetan Senyawa Kompleks

Penentuan sifat kemagnetan senyawa kompleks dilakukan dengan pengukuran nilai

momen magnet menggunakan *Magnetic Susceptibility Balance*. Hasil pengukuran yang diperoleh dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Pengukuran Momen Magnet Senyawa Kompleks

Senyawa Kompleks	$m_0$ (g)	$R_0$	$M$	R	L (cm)	T (°C)
If	0,8245	-32	0,8928	986	1,3	26
IIf	0,8245	-33	0,8782	153	1,0	26
IIIf	0,0817	-32	0,9093	114	1,5	26
IIb	0,8170	-32	0,8625	151	1,7	28
IIIb	0,8245	-32	0,8665	119	1,8	28

$C_{bal} = 0,97$ .

Dari hasil perhitungan menggunakan persamaan

$$\chi_g = \frac{C \times L \times (R - R_0)}{10^9} \dots \dots \dots (1)$$

diperoleh data hasil perhitungan momen magnetik untuk kelima senyawa kompleks dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Data Suseptibilitas Massa, Suseptibilitas Molar, dan Momen Magnet Senyawa Kompleks

Senyawa	$t_g (10^{-6})$	$t_m (10^{-6})$	$t_m^{corr} (10^{-6})$	$\chi$ (BM)
If	18,544	14.691,99581	15.084,03581	5,98
IIf	28,112	22.272,50789	22.664,54789	7,34
IIIf	18,661	14.784,69229	15.176,73229	6,00
IIb	6,560152174	4.882,548075	5.293,948075	3,57
IIIb	6,27785714	4.672,443334	5.083,843334	3,50

Dari data pada Tabel 5, dapat dilihat bahwa senyawa kompleks besi(II) yang disintesis menggunakan ligan *fen* bersifat paramagnetik, sebaliknya kompleks besi(II) yang menggunakan ligan *bp* bersifat diamagnetik.

Secara teoritis, senyawa kompleks besi(II)

spin tinggi sekitar 4,9-5,4 BM ( Onggo dan sugiarto, 2001). Hasil yang sama juga diperoleh Joris (2011), untuk kompleks berinti tunggal yaitu  $[Fe(fen)_3]^{2+}$   $[Fe(fen)_2(NCS)_2]$ , dengan nilai momen magnet masing-masing, 1,439 BM, 5,037 BM. Hasil penelitian ini, menunjukkan nilai momen magnet untuk kompleks yang disintesis dengan tiga metode menggunakan ligan *fen* menunjukkan nilai momen magnet yang tinggi masing-masing, 5,94 BM, 7,34 BM, dan 6,00 BM, sedangkan dua metode menggunakan ligan *bp* menunjukkan nilai momen magnet yang rendah masing-masing 3,57 BM, dan 3,50 BM.

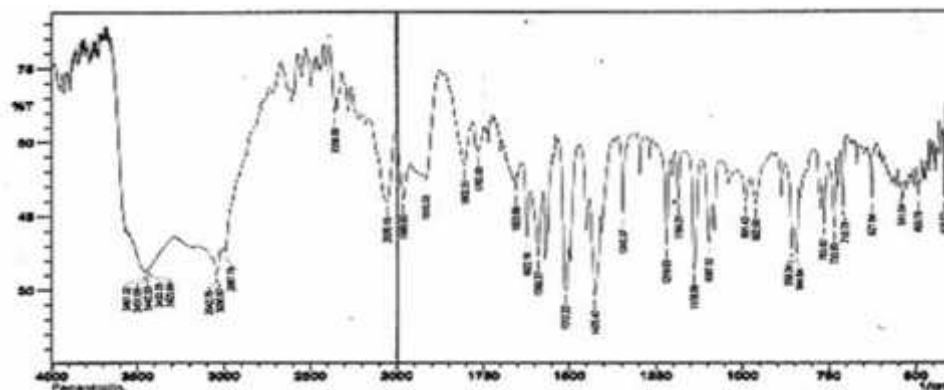
Kompleks dengan ligan *fen* memiliki nilai momen magnet yang tinggi jika dibandingkan dengan kompleks berinti tunggal. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa kompleks yang disintesis berinti ganda. Berdasarkan hasil pengukuran momen magnet ini maka, kompleks dengan ligan *fen* yang dikarakterisasi lebih lanjut untuk penentuan struktur. Sedangkan pada kompleks dengan ligan *bp* tidak dilakukan karena bersifat diamagnetik.

**5. Penentuan Rumus Kimia Senyawa kompleks**

Untuk menentukan rumus kimia senyawa kompleks berinti ganda yang disintesis, dilakukan pengukuran spektra IR dan analisa XRD.

**a. Hasil analisis infra merah**

Untuk menguji lebih lanjut bahwa senyawa kompleks yang disintesis telah terbentuk, dilakukan analisis spektroskopi inframerah. Analisis spektrum infra merah dilakukan juga



Gambar 2. Spektra Infra Merah 1,10-fenantrolin monohidrat

berinti tunggal spin rendah memiliki nilai momen magnet sekitar 0-1 BM, sedangkan untuk

untuk mengetahui pergeseran bilangan gelombang akibat substitusi ligan *fen* ligan NCS

dan ligan jembatan oksalat. Karena ketiga senyawa kompleks yang disintesis adalah identik, sehingga pengukuran spektra IR hanya dianalisis untuk satu senyawa yaitu IIIf.

Analisa infra merah untuk ligan fenantrolin menunjukkan serapan khas C=C aromatik pada 1653,99  $\text{cm}^{-1}$ , didukung dengan adanya serapan =C – H pada 3036, 97  $\text{cm}^{-1}$ , serapan gugus –C=N – C pada 2356,09  $\text{cm}^{-1}$ , karena digunakan senyawa 1,10-fenantrolin monohidrat maka muncul serapan khas –OH pada 3433,5  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra infra merah dilihat pada Gambar 2.

Data hasil analisa infra merah untuk fenantrolin dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Hasil IR untuk 1,10-fenantrolin monohidrat

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus
1653,99	C=C aromatic
3036, 97	=C – H
2356,09	–C=N – C
3433,5	O – H

Selanjutnya pada kompleks {[Fe(fen)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks} hasil sintesis juga dilakukan analisa spektrum infra merah. Keberadaan oksalat sebagai ligan ditandai oleh munculnya pita serapan inframerah pada daerah

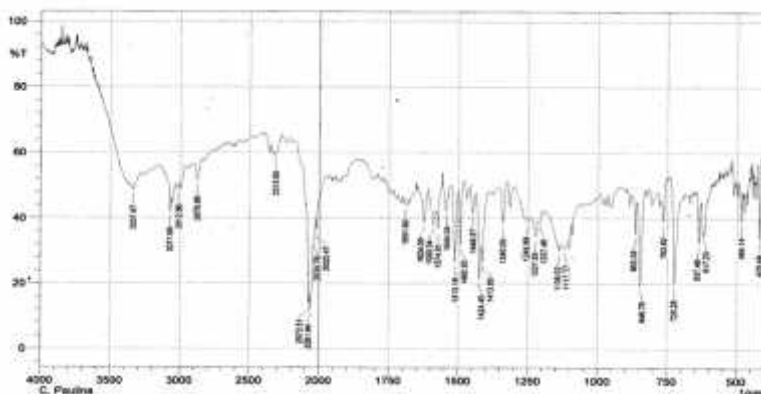
Berdasarkan hasil spektrum infra merah kompleks {[Fe(fen)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks} dapat diketahui terdapat pita serapan C=C alifatik pada 1624,09  $\text{cm}^{-1}$ , C=C aromatik pada 1513,18-1590,34  $\text{cm}^{-1}$ , C-O pada 1340-1221,93 dan Fe-O pada 484  $\text{cm}^{-1}$ . Data hasil analisa dapat dilihat pada Tabel 7.

Tabel 7. Hasil IR untuk Kompleks {[Fe(fen)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks}

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus
2073,51 -2061,94	C≡N
1513,18-	C=C aromatic
3071,69	=C – H vinilik
3337,87	–C=N – C
1624,09	C=C alifatik
1340,55-1221,93	C – O
484,14	Fe – O

#### b. Hasil analisis XRD

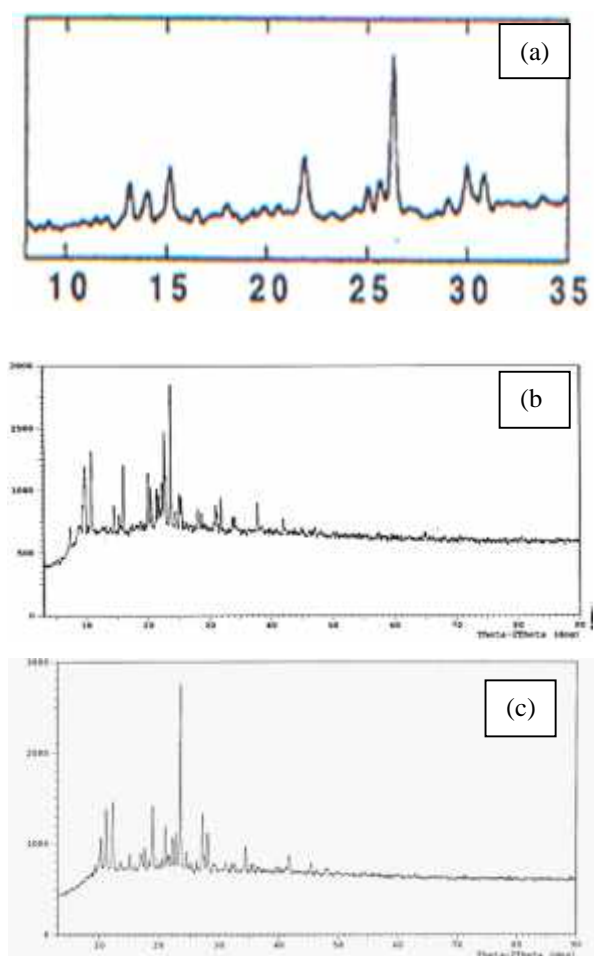
Untuk menguji bahwa kompleks hasil sintesis yang telah terbentuk, dilakukan analisa dengan difraksi sinar-X. Pola difraksi senyawa kompleks {[Fe(fen)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks} diamati dan dibandingkan dengan pola difraksi sinar-X kompleks [Fe(fen)<sub>2</sub>(NCS)<sub>2</sub>], (Tsuchiya dkk.,



Gambar 3. Spektra Infra Merah Senyawa Kompleks {[Fe(fen)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks}

pita serapan 1600-1700  $\text{cm}^{-1}$  dan 1200-1300  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan khas  $\nu_{\text{as}}(\text{CO})$  bebas dan  $\nu_{\text{s}}(\text{CO})$  dan pita serapan yang muncul pada daerah 800-700  $\text{cm}^{-1}$ , mengindikasikan ion oksalat sebagai ligan jembatan yang menghubungkan ion-ion logam.<sup>11</sup> Hasil analisa infra merah untuk senyawa {[Fe(fen)(NCS)<sub>2</sub>]<sub>2</sub>oks} dilihat pada Gambar 3.

2000), dan (Joris, 2011). Pola difraksi tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Pola Difraksi Sinar-X Kompleks (a)  $[\text{Fe}(\text{fen})\text{NCS}]_2$  (Tscuhiya dkk, 2000), (b) Kompleks  $[\text{Fe}(\text{fen})(\text{NCS})_2]$  (Joris, 2011) dan (c) Kompleks  $\{[\text{Fe}(\text{fen})(\text{NCS})_2]_2\text{oks}\}$  Hasil Sintesis.

Perbandingan hasil difraktogram pada penelitian sebelumnya dengan hasil sintesis ini, kompleks diamati mengandung inti Fe(II) dengan nilai  $2\theta = 23,4222^\circ$ . Intensitas atom besi yang cukup tinggi menunjukkan bahwa kompleks yang disintesis berinti ganda. Hasil pengukuran daya hantar, momen magnet, spektra IR, dan analisa XRD juga menunjukkan bahwa kompleks yang disintesis berinti ganda dengan rumus  $\{[\text{Fe}(\text{fen})(\text{NCS})_2]_2\text{oks}\}$ .

## KESIMPULAN

Sintesis kompleks Fe(II) dengan ligan fenantrolin dalam pelarut metanol menggunakan tiga metode menghasilkan tiga senyawa kompleks yang bersifat paramagnetik masing-masing dengan nilai momen magnet, 5,98 BM (metode If); 7,34 BM (metode Iif) dan 6,00 BM

(metode IIIf). Untuk ligan biperidin dihasilkan dengan dua metode bersifat diamagnetik dengan masing-masing kompleks memiliki nilai momen magnet 3,57 BM (metode Iib) dan 3,50 BM (metode IIIb). Dapat dikatakan bahwa kekuatan medan ligan biperidin tidak dapat direduksi dengan substitusi ligan monodentat  $\text{NCS}^-$ . Dari hasil pengukuran daya hantar, momen magnet, spektra IR, dan analisa XRD, dapat ditunjukkan bahwa kompleks yang disintesis merupakan kompleks berinti ganda dengan rumus  $\{[\text{Fe}(\text{fen})(\text{NCS})_2]_2\text{oks}\}$ .

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Pendidikan Tinggi Depdiknas (DP2M) yang telah menyetujui dan mendanai penelitian ini melalui kontrak No: 0523/SP2H/PP/DP2M/III Tanggal 29 Maret 2010.

## DAFTAR PUSTAKA

- Angelici, R. J., 1977. *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*. W. B. Saunders Company : Michigan.
- Gütlich, P., Garcia, Y. and Goodwin, H.A., 2000. *Chem. Soc. Rev.*, **29**, 419.
- Joris, S. N., 2011. Pengaruh Ion Lawan  $\text{NCS}^-$  Terhadap Sifat Kemagnetan Kompleks  $[\text{Fe}(\text{fen})_2(\text{NCS})_2]$  *Skripsi*, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam., Ambon.
- Huheey, James E., 1993. *Inorganic Chemistry: Principles of Structure and Reactivity*, **4<sup>th</sup>**, Harper Collins College Publishers.
- Kahn, O., dan Martinez, C. J., 1998. Spin-transition polymers: From Molecular Materials Toward Memory Devices. *Science*, **279**, 44-48.
- Male, Y. T., 2004. Sintesis Senyawa Kompleks Berinti Ganda  $\text{Fe}^{\text{II}}-\text{Cu}^{\text{I}}$ . *Tesis Magister*, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Bandung., Bandung.
- Moliner, N., Gaspar A. B., Munoz, M.C., Niel V., Canp, J. and real J.A. 2001. *Inorg. Chem.* **40**, 3986-3991.
- Real, J. A., Gaspar, A. B., Niel, V., dan Muñoz, M. C., 2003. Communication between iron (II) building blocks in cooperative spin transition phenomena. *Coord. Chem. Rev.*, **236**, 121-141.

- Stevenson, K. L., Dave, P., Djulia, O., dan Kiki, A. K., 2006. Sintesis Senyawa Kompleks  $K[Cr(C_2O_4)_2(H_2O)] \cdot 2H_2O$  dan  $[N(n-C_4H_9)_4][CrFe(C_2O_4)_3]H_2O$ . *Jurnal Kimia Indonesia*, Vol.1, hal.7-12.
- Tsuchiya, N., Tsukamoto, A., Ohshita, T., Isobe, T., Senna, M., Yoshioka, N., dan Inoue, H., 2000. Anomalous Spin Crossover of Mechanically Strained Iron(II) Complexes with 1,10-phenantroline with their Counterions,  $NCS^-$  and  $PF_6^-$ , *J. Solid State Chem.*, 153, 82-91.