



Pengaruh Pelarut pada Rendemen Sintesis Senyawa Kompleks Bis-asetilasetonatokobalt (II)

Ika Ayu Fajarwati^a, Suhartana^{a*}, Pardoyo^a

^a Inorganic Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang

* Corresponding author: suhartana@live.undip.ac.id

Article Info

Keywords:
acetylacetonate,
solvent, bis-
acetylacetonato
cobalt (II)

Kata Kunci:
asetilaseton, pelarut,
bis-
asetilasetonatokobalt
(II)

Abstract

A research on the effect of solvent on the synthesis yield of bis-acetylacetonatocobalt (II) complexes has been conducted. This study aims to obtain bis-acetylacetonatocobalt (II) complex compounds with varying solvents, comparing the results of the characterization of complex compounds formed, and determining the good solvent in the synthesis of the complex compounds. The method used in this research was Powlukowski method. The stages of this study were including the synthesis of complex compounds with solvent variation and characterization by analysis using UV-Vis, AAS and FTIR. The synthesis of complex compounds was carried out by reacting $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ with acetylacetonate ligands in a ratio of 1: 3 moles in various solvents (methanol, acetone, and chloroform). The obtained sediment was analyzed using FTIR and Uv-Vis while the obtained filtrate was analyzed by AAS. The synthesis of complex compounds of Co metal ions with acetylacetonate with the variation of the solvent produces the bis-acetylacetonatocobalt (II) complexes. FTIR spectra showed a coordination bond between Co nucleus and Co-O at $424,34 \text{ cm}^{-1}$. The UV-Vis analysis showed that the complex compounds had the same maximum wavelength at 491 nm with 10Dq energy of $243,335 \text{ kJ / mol}$. The yield of complex compounds in methanol solvent was 0.53 gram, acetone was 1.37 gram and chloroform was 1.08 gram. A good solvent in this synthesis was acetone solvent.

Abstrak

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh pelarut pada rendemen sintesis senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II). Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II) dengan pelarut yang bervariasi, membandingkan hasil karakterisasi senyawa kompleks yang terbentuk, dan menentukan pelarut yang baik dalam sintesis senyawa kompleks tersebut. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode Powlukowski. Tahapan penelitian ini meliputi sintesis senyawa kompleks dengan variasi pelarut dan karakterisasi dengan analisis menggunakan UV-Vis, AAS dan FTIR. Sintesis senyawa kompleks dilakukan dengan mereaksikan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan asetilaseton dengan perbandingan 1:3 mol dalam berbagai pelarut (metanol, aseton, dan kloroform). Endapan yang diperoleh dianalisis menggunakan FTIR dan Uv-Vis sedangkan filtrat yang peroleh dianalisis dengan AAS. Sintesis senyawa kompleks dari ion logam Co dengan asetilaseton dengan variasi pelarut menghasilkan senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II). Spektra FTIR menunjukkan ikatan koordinasi antara atom pusat Co dan ligan asetilasetonat (Co-O) pada bilangan gelombang $424,34 \text{ cm}^{-1}$. Hasil analisis UV-Vis menunjukkan senyawa kompleks mempunyai panjang gelombang maksimum yang sama yaitu pada 491 nm dengan energi 10Dq sebesar $243,335 \text{ kJ/mol}$. Rendemen senyawa kompleks dalam pelarut metanol sebesar 0,53 gram, aseton 1,37 gram dan kloroform 1,08 gram. Pelarut yang baik dalam sintesis ini adalah pelarut aseton.

1. Pendahuluan

Aplikasi kimia koordinasi atau senyawa kompleks sangat luas meliputi kehidupan rumah tangga, industri dan kesehatan. Kobalt merupakan logam transisi yang bersifat kuat, keras, dan dapat menghantarkan panas. Sebagaimana telah dilakukan Cahiez *dkk.* [1] bahwa kobalt dimanfaatkan sebagai katalis dalam berbagai reaksi halida organik *cross-coupling* dengan senyawa organomagnesium, organozink, dan organocopper seperti dengan vinil asetat, asetat alil, dan halida aril. Asetilaseton (2,4 pentadion) adalah suatu senyawa β -diketon yang dapat terionisasi sebagai asam lemah [2].

Dalam aplikasinya senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt(II) digunakan sebagai katalis yang sangat bermanfaat untuk reaksi-reaksi organik seperti pada reaksi asilasi Friedel Craft, reaksi haloalkana dengan organologam [3] dan reaksi radikal untuk mengontrol polimerisasi [4]. Selain itu menurut Ghanbari *dkk.* [5] juga bisa dimanfaatkan sebagai inhibitor korosi. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan sintesis asetilasetonatokobalt (III) dengan pelarut asetonitril, diklorometana dan benzena dengan tetapan kestabilan kompleks sebesar $7,89 \times 10^{13}$. Charles dan Pawlikowski [6] mensintesis senyawa kompleks asetilaseton dengan menggunakan pelarut metanol. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis menggunakan pelarut yang berbeda yaitu metanol, aseton, dan kloroform. Pemilihan Pelarut berdasarkan kepolaran dan konstanta dielektrikum sesuai tabel 1.

Tabel 1: Data konstanta dielektrikum pelarut

Pelarut	Konstanta dielektrikum
kloroform	4,8
aseton	21
metanol	33

Dalam pelaksanaan penentuan karakteristik logam dan ligan-ligan yang akan dianalisis yaitu gugus fungsional pada senyawa kompleks dan karakterisasi pada ikatan koordinasi ligan dan ion pusat melalui analisis spektrofotometri FTIR. Analisa kadar ion kobalt sebagai atom pusat untuk mengetahui pengaruh pelarut melalui analisis AAS serta analisis Uv-Vis untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang.

Tujuan penelitian adalah memperoleh senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II) menggunakan variasi pelarut, membandingkan hasil karakterisasi senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II) yang terbentuk melalui analisis spektrofotometer FT-IR, Uv-Vis dan AAS serta menentukan pelarut yang baik dalam sintesis senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II).

2. Metode Penelitian

Alat & Bahan

Gelas ukur, gelas beker, kompor listrik, magnetik stirer, botol vial, botol plastik, pengaduk, pipet tetes, corong buchner, kertas saring, kaca arloji, desikator, neraca analitik, AAS, dan spektrofotometer Uv-Vis dan

FTIR. $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p.a (Merck), akuades, asetilaseton p.a(Merck), aseton p.a (Merck), methanol p.a (Merck), kloroform p.a (Merck) dan natrium asetat p.a(Merck).

Sintesis senyawa kompleks

Sepuluh mmol $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 10 mL akuades direaksikan dengan 30 mmol asetilaseton dalam 5 mL pelarut (metanol/aseton/kloroform) kemudian dilakukan pengadukan dan penambahan 30 mmol natrium asetat dalam 5 mL akuades. Kemudian campuran dilakukan pemanasan sambil diaduk menggunakan magnetik stirer hingga mencapai suhu 60°C kemudian didinginkan secara bertahap. Pendinginan dengan menggunakan suhu kamar dan air dingin. Setelah dilakukan pendinginan terbentuk endapan disaring, dicuci dengan akuades dan dikeringkan dalam vakum. Endapan tersebut direkrystalisasi dengan menggunakan metanol.

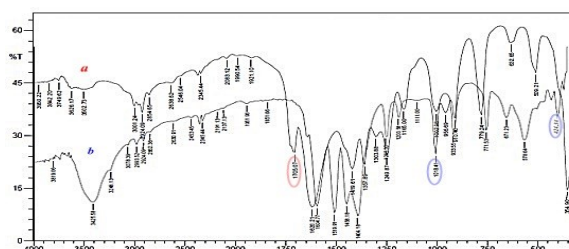
Tahap karakterisasi

Endapan senyawa kompleks yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR dan Uv-Vis. Fitrat yang peroleh dikarakterisasi dengan AAS.

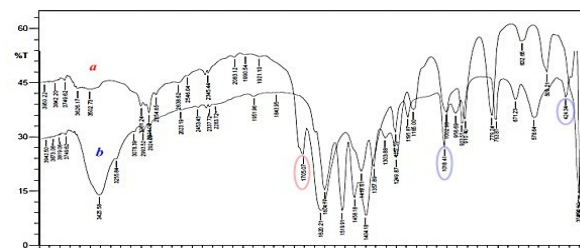
3. Hasil dan Pembahasan

Spektra FTIR

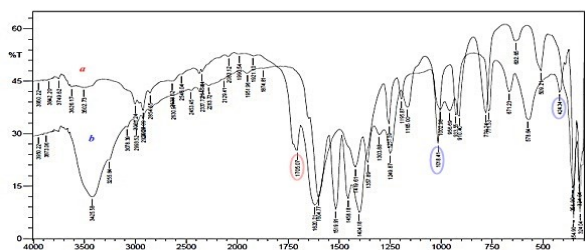
Tujuan dilakukan analisis IR untuk memperkirakan gugus fungsi yang terdapat pada senyawa kompleks dan mengetahui pergeseran gugus fungsi dari ligan awal dengan senyawa kompleks yang terbentuk. Pengukuran spektra IR dilakukan pada ligan asetilaseton dan senyawa kompleks yang terbentuk. Spektra IR ligan asetilaseton dan kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II) dengan pelarut metanol ditunjukkan pada gambar 1, senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II) dengan pelarut aseton ditunjukkan pada gambar 2, sedangkan dengan pelarut kloroform ditunjukkan pada 3.



Gambar 1. Spektra ligan asetilaseton, b. Bis-asetilasetonatokobalt (II) dengan pelarut metanol



Gambar 2. Spektra ligan asetilaseton, b. Bis-asetilasetonatokobalt (II) dengan pelarut aseton

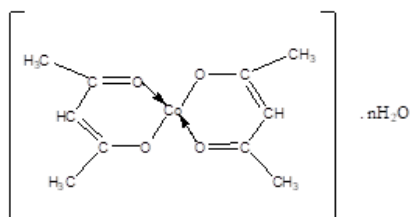


Gambar 3. Spektra ligan asetilaseton, b. Bis-asetilasetonatokobalt (II) dengan pelarut kloroform

Tabel 2 : Data serapan IR

Serapan	Asetilaseton	Kompleks bis-asetilasetonatokobalt(II) (cm ⁻¹)		
		Metanol	Aseton	Kloroform
ν C=O	1705,07	-	-	-
ν C-H tekuk	1419,61	1419,61	1419,61	1419,61
ν C-H ulur	2924,09	2924,09	2924,09	2924,09
ν C-O	-	1081,41	1018,41	1018,41
ν Co-O	-	424,35	424,35	424,35
ν C=C	1620,21	-	-	-

Pada spektra [Co(acac)₂], dapat dilihat bahwa terjadi ikatan koordinasi antara atom pusat Co dan ligan asetilasetonato (Co-O) pada bilangan gelombang 424,35 cm⁻¹. Hal ini sesuai dengan literatur yang menyebutkan bahwa vibrasi logam dengan gugus O dari ligan akan muncul pada bilangan gelombang 600-400 cm⁻¹ [7]. Pada bilangan gelombang 1705,07 cm⁻¹ sudah tidak muncul pada spektra senyawa kompleks yang berarti ikatan C=O sudah tidak ada lagi yang kemudian ikatan ganda C=O berubah menjadi ikatan tunggal C-O yang ditunjukkan pada munculnya bilangan gelombang pada 1018,14. Daerah serapan melebar dan kuat dari O-H muncul pada bilangan gelombang lebih dari 2900 cm⁻¹ yang mengindikasikan bahwa senyawa koordinasi [Co(acac)₂] masih mengandung air.



Gambar 4. Perkiraan senyawa kompleks.

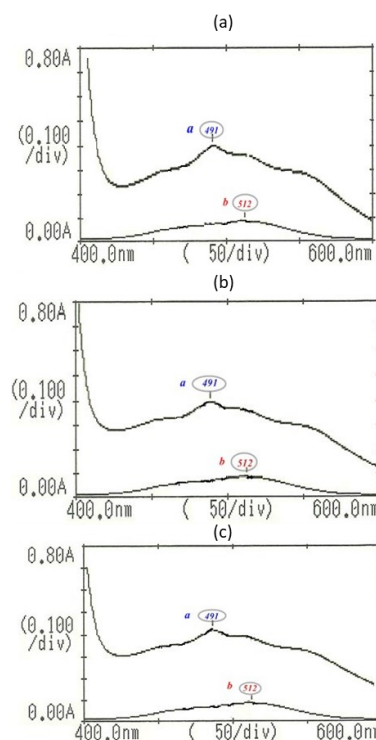
Spektrofotometri Uv-Vis

Senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II) dengan pelarut metanol, aseton dan kloroform serta senyawa awal (atom pusat) yakni Co(NO₃)₂·6H₂O dilakukan analisis dengan spektrofotometer Uv-Vis untuk menentukan panjang gelombang maksimum (λmaks). Hasil yang diperoleh pada Co(NO₃)₂·6H₂O dalam air muncul puncak serapan yang lemah pada panjang gelombang maksimum 512 nm sedangkan pada senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II) dengan pelarut metanol muncul puncak serapan yang lebih besar dibanding senyawa awal pada panjang gelombang maksimum 491 nm. Senyawa kompleks dengan pelarut aseton dan kloroform juga muncul serapan pada panjang

gelombang maksimum 491 nm seperti yang ditunjukkan pada gambar 5 Hasil pada gambar terlihat adanya pergeseran λmaks ke arah λ yang lebih pendek hal ini mengindikasikan terbentuknya senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II) [8]. Berikut adalah energi yang dihasilkan dari panjang gelombang maksimum senyawa kompleks:

Tabel 3: Data energi Dq

No	Senyawa	λ maks(nm)	10 Dq (kJmol ⁻¹)
1.	Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	512	233,354
2.	Co(Acac) ₂ dengan metanol	491	243,335
3.	Co(Acac) ₂ dengan aseton	491	243,335
4.	Co(Acac) ₂ dengan kloroform	491	243,335



Gambar 5. Grafik spektra UV-Vis (a). Bis-asetilasetonatokobalt (II), (b). Co(NO₃)₂ dalam akuades

Rendemen Senyawa Kompleks

Analisis AAS dilakukan pada filtrat hasil sintesis senyawa kompleks untuk mengetahui konsentrasi Co sisa sehingga dapat diketahui banyaknya atom pusat Co yang berikatan dengan ligan asetilaseton. Penurunan konsentrasi yang terjadi menandakan Co sudah berikatan dengan ligan pada senyawa kompleks. Sesuai tabel 4 hasil analisis AAS senyawa kompleks dalam pelarut aseton memiliki konsentrasi yang lebih tinggi dibanding dalam pelarut yang lainnya sesuai dengan rendemen yang dihasilkan pada senyawa kompleks yang terbentuk. Sesuai prinsip likes dissolves likes, ligan asetilaseton mampu melarut baik dengan dengan pelarut aseton karena keduanya termasuk golongan keton yang memiliki gugus karbonil (C=O). Adanya pengaruh gugus sejenis ini menyebabkan kelarutan meningkat.

Tabel 4: Konsentrasi logam Co dan Rendemen senyawa kompleks

No	Keterangan	Konsentrasi (M)		
		Metanol	Aseton	Kloroform
1.	Awal	1,00	1,00	1,00
2.	Sisa	0,133	0,118	0,163
3.	Terikat	0,867	0,881	0,837
4.	Rendemen (gram)	0,5	1,37	1,08

Kompleks Tri(8-hidroksikuinolin)besi(III)dihidrat, FMIPA, UNS, Surakarta

4. Kesimpulan

Sintesis senyawa kompleks dari ion logam Co dengan asetilaseton dalam variasi pelarut menghasilkan senyawa kompleks bis-asetilasetonatokobalt (II). Spektra FTIR menunjukkan ikatan koordinasi antara atom pusat Co dan ligan asetilasetonato (Co-O) pada bilangan gelombang $424,34 \text{ cm}^{-1}$. Hasil analisis Uv-Vis senyawa kompleks dalam variasi mempunyai panjang gelombang maksimum yang sama yaitu pada 491 nm dengan energi $10Dq$ sebesar $243,3350 \text{ kJ/mol}$. Rendemen senyawa kompleks dalam pelarut metanol sebesar $0,53 \text{ gram}$, pelarut aseton $1,37 \text{ gram}$ dan pelarut kloroform $1,08 \text{ gram}$. Pelarut yang baik dalam sintesis senyawa kompleks ini adalah pelarut aseton.

5. Daftar Pustaka

- [1] Gérard Cahiez, Olivier Gager, Fabien Lecomte, Manganese-catalyzed cross-coupling reaction between aryl grignard reagents and alkenyl halides, *Organic letters*, 10, 22, (2008) 5255-5256 <http://dx.doi.org/10.1021/ol802273e>
- [2] William L Jolly, *Modern inorganic chemistry*, McGraw-Hill College, 1984.
- [3] Tyler H. Struzinski, Lydia R. von Gohren, Amy H. Roy MacArthur, Modified cobalt(II) acetylacetonate complexes as catalysts for Negishi-type coupling reactions: influence of ligand electronic properties on catalyst activity, *Transition Metal Chemistry*, 34, 6, (2009) 637-640 <http://dx.doi.org/10.1007/s11243-009-9241-9>
- [4] Fabio di Lena, Krzysztof Matyjaszewski, Transition metal catalysts for controlled radical polymerization, *Progress in Polymer Science*, 35, 8, (2010) 959-1021 <http://dx.doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2010.05.001>
- [5] A Ghanbari, MM Attar, M Mahdavian, Acetylacetonate complexes as new corrosion inhibitors in phosphoric acid media: inhibition and synergism study, *Progress In Color, Colorants and Coatings*, Volume 2, (2009) 115-122
- [6] Robert G Charles, M Arlene Pawlikowski, Comparative heat stabilities of some metal acetylacetonate chelates, *The Journal of Physical Chemistry*, 62, 4, (1958) 440-444 <http://dx.doi.org/10.1021/j150562a017>
- [7] Kazuo Nakamoto, *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compound*, Third Edition ed., John Wiley and Sons Inc, New York, 1978.
- [8] Sugjarto, Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Di(8hidroksikuinolin)tembaga(II)trihidrat dan