

Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin

Eka Sulistya Hermawati^a, Suhartana^{a*}, Taslimah^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:
Synthesis, Complex compounds, 8-Hydroxyquinoline

Kata Kunci:
Sintesis, Senyawa kompleks, 8-Hidroksikuinolin

Abstract

Coordination compounds are formed because of the bond between the ligand to the central ion. Complex compounds have significant importance in various applications such as health and catalytic. The purpose of this research was to obtain complex compounds Zinc(II)-8-Hydroxyquinoline with acetonitrile, methanol and ethanol, and then to determine characteristics of the product obtained. The method of this research did by mixing between ZnCl₂ solution and 8-Hydroxyquinoline solution. Continued by stirring by magnetic stirrer for 60 minutes. Characterization examination was carried out using UV-Vis, FTIR and AAS. From the synthesis of complex Zn (II) -8-Hydroxyquinoline in acetonitrile, methanol and ethanol solvents, it was obtained the yield of 73.07%; 63.46%; and 48.67% respectively with a maximum wavelength of 319.5 nm; 313 nm; and 320 nm. The presence of Zn-N bonds was identified in the absorption bands in the range of 439.79 cm⁻¹ to 513.09 cm⁻¹, whereas the Zn-O bonds were identified in the absorbent bands in the range of 542.98 cm⁻¹ to 543.95 cm⁻¹. It can be concluded that Zn (II) is coordinated with an 8-Hydroxyquinoline ligand to form a precipitate of a yellow Zn (II) -8-Hydroxyquinoline complex.

Abstrak

Senyawa koordinasi adalah senyawa yang terbentuk karena adanya ikatan antara ligan dengan ion pusat. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan memperoleh senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dengan pelarut asetonitril, metanol dan etanol serta menentukan karakteristik dari produk yang diperoleh. Metode penelitian ini dilakukan dengan mencampurkan larutan ZnCl₂ dan larutan 8-Hidroksikuinolin disertai pengadukan dengan menggunakan magnetik stirrer selama 60 menit. Karakterisasi uji dilakukan dengan menggunakan UV-Vis, FTIR dan AAS. Dari sintesis kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dalam pelarut asetonitril, metanol dan etanol, diperoleh rendemen sebesar 73,07 % ; 63,46% ; dan 48,67%, dengan panjang gelombang maksimum berturut-turut sebesar 319,5 nm ; 313 nm ; and 320 nm. Adanya ikatan Zn-N teridentifikasi pada pita serapan pada kisaran 439,79 cm⁻¹ hingga 513,09 cm⁻¹, sedangkan ikatan Zn-O teridentifikasi pada pita serapan pada kisaran 542,98 cm⁻¹ hingga 543,95 cm⁻¹. Dapat disimpulkan bahwa Zn(II) terkoordinasi dengan ligan 8-Hidroksikuinolin membentuk endapan senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin berwarna kuning.

1. Pendahuluan

Suatu kompleks akan terbentuk antara suatu kation atau logam dengan beberapa molekul netral atau ion

donor elektron. Kation atau logam tersebut berfungsi sebagai ion pusat sedangkan molekul netral atau ion donor elektron berfungsi sebagai gugus pengeliling atau

sering disebut ligan. Ikatan kovalen koordinasi dalam senyawa kompleks ini terjadi karena donasi pasangan elektron dari ligan ke dalam orbital kosong ion pusat. Pada umumnya, ion pusat memiliki orbital-orbital *d* yang masih belum terisi penuh elektron sehingga dapat berfungsi sebagai akseptor pasangan elektron tersebut.

Pada umumnya, ion pusat memiliki orbital-orbital *d* yang tidak terisi penuh elektron sehingga dapat berfungsi sebagai akseptor pasangan elektron tersebut. Ciri ini menyebabkan beberapa sifat khas, meliputi warna yang unik, pembentukan senyawa paramagnetik, aktivitas katalitik, dan terutama memiliki kecenderungan besar untuk membentuk senyawa kompleks [1, 2].

Ligan 8-hidroksikuinolin (C_9H_7NO) atau dikenal dengan nama oksin merupakan senyawa aromatis polisiklis. Senyawa ini memungkinkan membentuk kompleks khelat karena mempunyai dua atom donor yaitu O pada gugus hidroksil dan N pada rantai siklisnya yang masing-masing mempunyai pasangan elektron yang dapat berkoordinasi dengan atom pusat [3], terutama dengan logam-logam transisi deret pertama yang mempunyai orbital *d* yang masih kosong.

Zn(II) merupakan contoh logam transisi logam blok *d* divalen deret pertama yang mempunyai konfigurasi elektron d^{10} . Sifat khas logam-logam transisi *d* adalah kemampuannya membentuk kompleks dengan ligan baik anion maupun molekul netral yang dapat bertindak sebagai donor elektron bebas [4].

Faktor yang mempengaruhi stabilitas ion kompleks adalah pengaruh ion pusat berupa besar dan muatan dari ion, faktor CFSE, faktor distribusi muatan dan pengaruh ligan berupa besar dan muatan dari ion, sifat basa, faktor pembentukan khelat, faktor besarnya lingkaran & faktor ruang [5].

Tujuan dari penelitian ini adalah memperoleh senyawa kompleks [Zn(II)-8-Hidroksikuinolin] dengan pelarut etanol, metanol, dan asetonitril serta menentukan karakteristik senyawa kompleks [Zn(II)-8-Hidroksikuinolin] dalam pelarut asetonitril, metanol, dan etanol.

2. Metode Penelitian

Preparasi Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini $ZnCl_2$, 8-Hidroksikuinolin, Asetonitril, Metanol dan Etanol.

Sintesis Senyawa Kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin Menggunakan Pelarut Asetonitril, Metanol dan Etanol

Larutan I sebanyak 0,4007 g $ZnCl_2$ dilarutkan dalam 10 mL asetonitril dalam gelas beker, larutan II sebanyak 0,4268 g 8-Hidroksikuinolin dilarutkan dalam 10 mL asetonitril. Larutan II ditambahkan kedalam larutan I pada gelas beker sedikit demi sedikit. Kemudian dilakukan perefluksan dengan menggunakan magnetic stirrer selama 60 menit dengan suhu pemanasan sebesar 60°C. Selanjutnya dilakukan pendinginan pada suhu kamar selama 75 menit hingga terbentuk endapan.

Setelah itu, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan asetonitril lalu dikeringkan dalam desikator, dan filtrat yang diperoleh disimpan dalam botol vial.

Dengan langkah kerja yang sama dilakukan pada sintesis senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin menggunakan pelarut metanol dan pelarut etanol.

Tahap Pengujian dan Analisis Karakteristik Senyawa Kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin

Hasil penelitian dikarakterisasi dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang atom pusat antara sebelum dan setelah bereaksi dengan ligan 8-Hidroksikuinolin, FTIR (bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1}) yang bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin, serta instrumen AAS untuk mengetahui konsentrasi logam pada senyawa kompleks yang terbentuk.

3. Hasil dan Pembahasan

Senyawa Kompleks Zink(II) dengan ligan 8-Hidroksikuinolin dalam pelarut asetonitril, metanol dan etanol

Sintesis senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dilakukan dengan mencampurkan antara $ZnCl_2$ dan ligan 8-Hidroksikuinolin atau biasa disebut asam oksin (Hox) dengan variasi pelarut. Variasi pelarut yang digunakan adalah pelarut asetonitril, metanol, dan etanol berdasarkan pada konstanta dielektrik pelarut tersebut.

Tabel 1: Hasil sintesis senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin

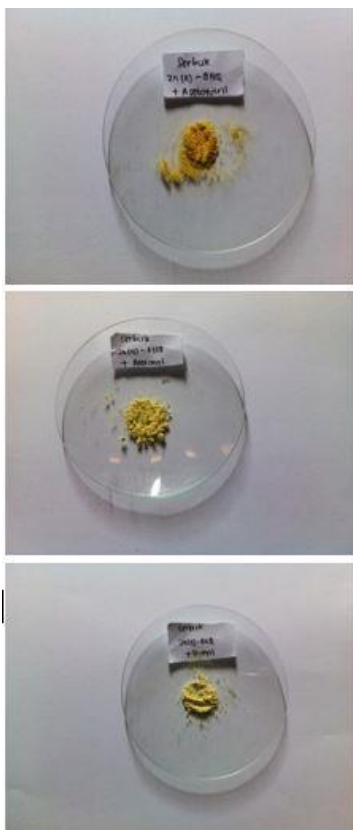
No	Pelarut	KD	Berat Zn(II)-8-Hidroksikuinolin	Rendemen Presentase (%)
1	Asetonitril	38	0,38 gram	73,03
2	Metanol	33	0,33 gram	63,46
3	Etanol	30	0,25 gram	48,07

Hasil pada tabel 1 menunjukkan bahwa pada sintesis senyawa kompleks digunakan pelarut yang berbeda maka dihasilkan kelarutan yang berbeda pula. Hal ini disebabkan adanya korelasi antara konstanta dielektrikum dengan polaritas, dimana semakin tinggi konstanta dielektrikum dari suatu pelarut maka semakin polar pelarut tersebut, karena molekul solvent akan menurunkan interaksi elektrostatik antara ion bermuatan berlawanan dalam solut, sehingga semakin besar konstanta dielektrikum dari pelarut yang digunakan maka akan semakin besar pula berat hasil yang diperoleh. Hal ini dikarenakan atom pusat dan ligan yang digunakan akan semakin larut pada pelarut polar.

Pada sintesis menggunakan pelarut asetonitril didapatkan berat senyawa kompleks dan rendemen presentase lebih besar dibandingkan dengan metanol dan etanol, karena asetonitril memiliki polaritas dan momen dipol besar dengan konstanta dielektrikum 38.

Dari sifat dasar tersebut maka kelarutan solut pada asetonitril meningkat dengan meningkat- nya polaritas anion.

Bentuk fisik yang mengindikasikan telah terbentuknya senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin adalah diperoleh endapan berwarna kuning terang [6] dan memiliki bentuk yang sama yaitu serbuk halus seperti yang ditunjukkan pada gambar 1.

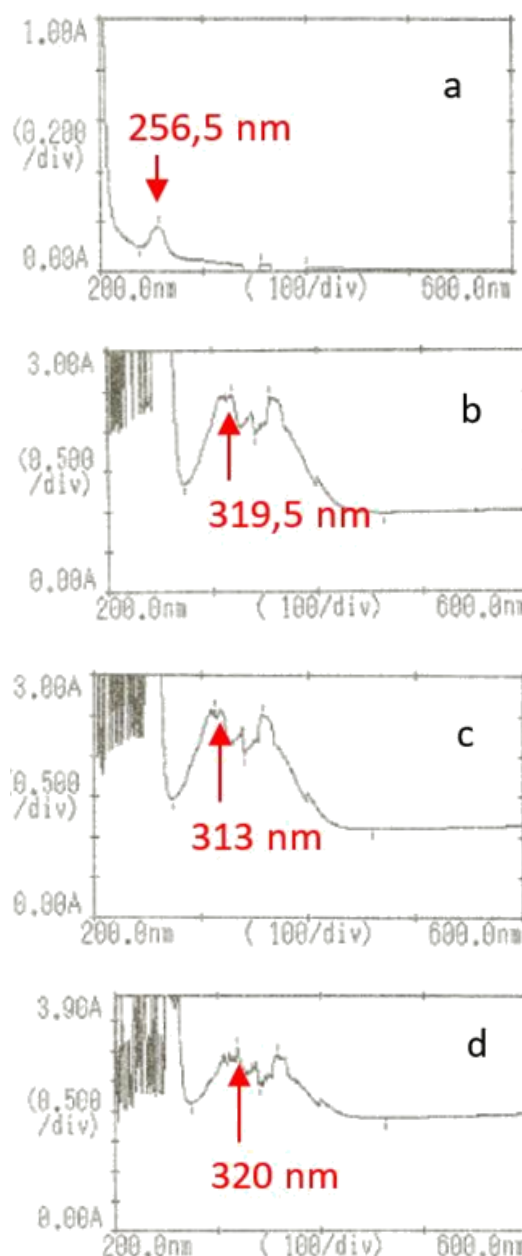


Gambar 1. Bentuk fisik senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin

Pada mekanisme pembentukan senyawa kompleks, pelarut asetonitril, metanol dan etanol hanya berperan sebagai pelarut yang mengurai senyawa ionik menjadi bentuk ion-ionnya dengan adanya interaksi ion-dipol antara pelarut dengan padatan, maka akan menghasilkan mekanisme yang sama pada masing-masing pelarut. Pelarut akan melarutkan $ZnCl_2$ membentuk ion Zn^{2+} dan Cl^- serta melarutkan ligan 8-Hidroksikuinolin dan ligan akan mengalami deprotonasi pada gugus OH [7]. Dengan demikian ligan 8-Hidroksikuinolin terkoordinasi dengan ion pusat Zn^{2+} membentuk senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin.

III.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Tujuan dilakukannya analisis UV-Vis pada penelitian ini adalah untuk menentukan panjang gelombang maksimum (λ_{max}) dari masing-masing senyawa kompleks yang terbentuk dan $ZnCl_2$



Gambar 2. (a) Spektra UV-Vis $ZnCl_2$ (b) Spektra UV-Vis Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dalam pelarut asetonitril (c) pelarut metanol dan (d) pelarut etanol

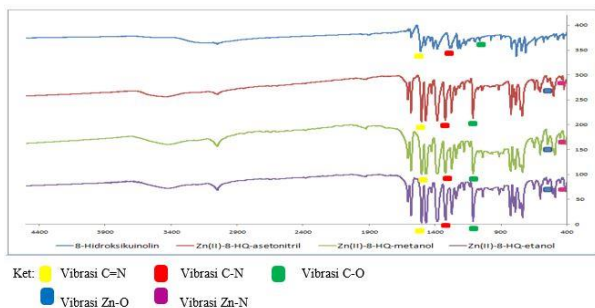
Hasil analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin terletak pada daerah spektrum UV 200-400 nm. Pada senyawa $ZnCl_2$ dalam pelarut aquades muncul puncak serapan pada panjang gelombang 256,5 nm sedangkan pada senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dengan pelarut asetonitril muncul puncak serapan yang lebih besar pada panjang gelombang 319,5 nm sementara kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dengan pelarut metanol dan etanol muncul puncak serapan pada panjang gelombang maksimum 313 nm dan 320 nm.

Pergeseran λ_{maks} menuju ke arah yang lebih besar pada senyawa kompleks, hal ini dapat disebabkan oleh terikatnya ausokrom pada kromofor [8] atau perubahan pelarut [9].

Karakterisasi Senyawa Kompleks Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Analisis FTIR bertujuan untuk mengetahui pergeseran serapan gugus fungsi yang terdapat pada senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dalam pelarut asetonitril, metanol dan etanol terhadap ligan 8-Hidroksikuinolin ditunjukkan dengan adanya pergeseran serapan gugus C=N dan gugus C-O yang mengindikasikan kedua gugus fungsi tersebut terkoordinasi pada ion pusat, serta untuk membuktikan telah terbentuknya ikatan koordinasi antara Zn-O dan Zn-N yang menunjukkan bahwa telah terjadi ikatan antara logam dan ligan.

Terbentuknya ikatan antara logam Zn(II) dengan ligan 8-Hidroksikuinolin dapat dibuktikan dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang kompleks dengan pelarut asetonitril, metanol dan etanol masing-masing yaitu 439,79 cm⁻¹, 513,09 cm⁻¹, 448,47 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya ikatan Zn-N, serta serapan pada bilangan gelombang 542,98 cm⁻¹, 543,95 cm⁻¹ dan 543,95 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya ikatan Zn-O. Hal ini sesuai dengan penelitian Çolak dkk. [10] dimana vibrasi antara logam dengan gugus O dari ligan muncul pada bilangan gelombang antara 450-550 cm⁻¹. Sedangkan, vibrasi antara logam dengan gugus N ligan muncul pada bilangan gelombang 420-450 cm⁻¹.



Gambar 3 Spektra IR 8-Hidroksikuinolin dan Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dalam pelarut asetonitril, metanol dan etanol.

Tabel 2: Serapan gugus fungsi 8-Hidroksikuinolin dan Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dalam pelarut asetonitril, metanol dan etanol

Serapan	8-HQ (cm ⁻¹)	Zn(II)-8-HQ-asetonitril (cm ⁻¹)	Zn(II)-8-HQ-metanol (cm ⁻¹)	Zn(II)-8-HQ-etanol (cm ⁻¹)	Referensi (cm ⁻¹)
v C-O ulur	1094,65	1110,08	1109,12	1109,12	1200-1050
v C=N ulur aromatik	1508,40	1500,68	1499,72	1499,72	1689-1471
v C-N ulur aromatik	1285,61	1320,33	1320,33	1317,44	1342-1266
v Zn-N	439,79	513,09	448,47	448,47	420-450
v Zn-O	542,98	543,95	543,95	543,95	450-550

Pada ketiga spektra IR dari senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dalam pelarut asetonitril, metanol, dan etanol mempunyai pola spektra yang hampir sama, hal ini dikarenakan adanya kesamaan gugus fungsi dalam senyawa kompleks yang terbentuk.

Karakterisasi Filtrat Senyawa Kompleks Menggunakan Spektrofotometer AAS

Analisis menggunakan instrumen AAS bertujuan untuk mengetahui konsentrasi logam pada senyawa kompleks yang terbentuk sehingga dapat diketahui banyaknya logam yang terikat dengan ligan membentuk senyawa kompleks.

Konsentrasi logam yang bereaksi dengan ligan membentuk kompleks dengan cara pengurangan konsentrasi Zn awal dikurangi dengan konsentrasi Zn akhir. Penurunan konsentrasi yang terjadi menandakan logam telah berikatan dengan ligan pada senyawa kompleks. Dimana semakin kecil konsentrasi logam sisa yang terdeteksi pada instrumen AAS menandakan semakin banyak logam yang berikatan dengan ligan membentuk senyawa kompleks. Hasil pengukuran disajikan dalam tabel 3.

Tabel 3: Konsentrasi logam Zn dalam filtrat

No	Pelarut	[Zn ²⁺] awal (ppm)	[Zn ²⁺] sisa (ppm)	[Zn ²⁺] yang bereaksi (ppm)
1	Asetonitril	40070	4797	35273
2	Metanol	40070	5280	34790
3	Etanol	40070	11334	28736

Dari tabel 3 diatas dapat terlihat bahwa pada pelarut asetonitril memiliki konsentrasi paling tinggi dibandingkan dengan pelarut etanol dan metanol, hal ini dikarenakan polaritas dari pelarut asetonitril lebih besar serta merupakan agen koordinasi yang baik dibandingkan dengan pelarut metanol dan etanol berdasarkan dari konstanta dielektrikum yang dimiliki, dimana semakin besar konstanta dielektrikum maka semakin polar pelarut tersebut sehingga atom pusat dan ligan akan larut pada pelarut polar.

Dapat disimpulkan bahwa Zn yang bereaksi dengan ligan 8-hidroksikuinolin dalam asetonitril paling banyak membentuk kompleks secara kovalen koordinasi serta pelarut asetonitril merupakan pelarut yang paling sesuai dibandingkan metanol dan etanol.

4. Kesimpulan

Kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dapat disintesis dengan bahan baku ZnCl₂ dan ligan 8-Hidroksikuinolin dalam pelarut asetonitril, metanol, dan etanol dengan produk berbentuk serbuk halus dan berwarna kuning diperoleh produk dengan rendemen berturut-turut 73,07% ; 63,46% ; dan 48,67%. Senyawa kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin dalam pelarut asetonitril, metanol, dan etanol mempunyai panjang gelombang maksimum yakni 319,5 nm; 313 nm; dan 320 nm. Adanya ikatan Zn-N teridentifikasi pada pita serapan pada kisaran 439,79 cm⁻¹ hingga 513,09 cm⁻¹, sedangkan ikatan Zn-O teridentifikasi pita serapan pada kisaran 542,98 cm⁻¹ hingga 543,95 cm⁻¹.

5. Daftar Pustaka

- [1] Raymond Chang, Chemistry, Jhon Wiley & Sons, Ltd, England, 2005.
- [2] Nies Suci Mulyani, Mukhammad Asy'ari, Heru Prasetyoningsih, Penentuan Konsentrasi Optimum Oat Spelts Xylan pada Produksi Xilanase dari *Aspergillus niger* dalam Media PDB (Potato Dextrose Broth), *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 12, 1, (2009) 7-13
- [3] Elena M Filip, Ionel V Humelnicu, Constantin I Ghirvu, Some aspects of 8-hydroxyquinoline in solvents, *Acta Chemica Iasi*, 17, (2009) 85-96
- [4] Frank Albert Cotton, Geoffrey Wilkinson, *Advanced Inorganic Chemistry*, John Wiley & Sons, Incorporated, 1988.
- [5] Sukardjo, *Kimia koordinasi*, PT Bina Aksara, 1985.
- [6] Baojiao Gao, Li Fang, Ruixia Zhang, Jiying Men, Synthesis and luminescence properties of polymeric complexes of Cu(II), Zn(II) and Al(III) with 8-hydroxyquinoline side group-containing polysulfone, *Synthetic Metals*, 165, (2013) 27-34
<http://dx.doi.org/10.1016/j.synthmet.2012.12.031>
- [7] Sugiarto, Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Di(8hidroksikuinolin)tembaga(II)trihidrat dan Kompleks Tri(8-hidroksikuinolin)besi(III)dihidrat, FMIPA, UNS, Surakarta
- [8] James M Miller, Jonathan B Crowther, *Analytical chemistry in a GMP environment: a practical guide*, Wiley-Interscience, 2000.
- [9] Dudley H Williams, Ian Fleming, *Spectroscopic methods in organic chemistry*, McGraw-Hill, 1980.
- [10] Alper Tolga Çolak, Okan Zafer Yeşilel, Orhan Büyükgüngör, Synthesis, structural characterisation of zinc(II)-pyridine-2,5-dicarboxylate complexes and self-assembled 1D water cluster in a supramolecular architecture, *Polyhedron*, 29, 10, (2010) 2127-2133
<http://dx.doi.org/10.1016/j.poly.2010.03.024>