

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL MAGNETIK
BERBASIS SENYAWA KOMPLEKS INTI GANDA BESI(III) DENGAN
2,2'-BIPIRIDIN MENGGUNAKAN LIGAN JEMBATAN OKSALAT**

SKRIPSI



PUTRI OCTAVIA MAHARDIKA

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2012**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL MAGNETIK
BERBASIS SENYAWA KOMPLEKS INTI GANDA BESI(III) DENGAN
2,2'-BIPYRIDIN MENGGUNAKAN LIGAN JEMBATAN OKSALAT**

SKRIPSI

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains Bidang Kimia pada
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga**

Oleh :

**PUTRI OCTAVIA MAHARDIKA
NIM. 080810632**

**Tanggal Lulus :
6 Agustus 2012**

Disetujui oleh :

Pembimbing I,

Pembimbing II,

**Dra. Hartati, M.Si
NIP. 19591115 198703 2 002**

**Harsasi Setyawati, S.Si, M.Si
NIK. 139080769**

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Material Magnetik Berbasis Senyawa Kompleks Inti Ganda Besi(III) dengan 2,2'-Bipiridin Menggunakan Ligan Jembatan Oksalat
Penyusun : Putri Octavia Mahardika
NIM : 080810632
Pembimbing I : Dra. Hartati, M. Si
Pembimbing II : Harsasi Setyawati, S.Si, M.Si
Tanggal Ujian : 6 Agustus 2012

Disetujui oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Hartati, M.Si
NIP. 19591115 198703 2 002

Harsasi Setyawati, S.Si, M.Si
NIK. 139080769

Mengetahui,
Ketua Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga

Dr. Alfinda Novi Kristanti, DEA
NIP. 19671115 199102 2 001

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia diperpustakkan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penyusun dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah.

Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga



KATA PENGANTAR

Segala puji syukur kehadiran Allah Subhanallahu Wa Ta'ala yang selalu melimpahkan ridho dan hidayahNya sehingga penyusunan naskah skripsi ini berjalan dengan lancar. Naskah skripsi dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Material Magnetik Berbasis Senyawa Kompleks Inti Ganda Besi(III) dengan Ligan 2,2-Bipiridin menggunakan Ligan Jembatan Oksalat”** ini dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) di Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga. Kami menyadari tanpa bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak, naskah skripsi ini tidak akan dapat berjalan dengan baik. Untuk itu, dalam kesempatan ini penyusun mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Alfinda Novi Kristanti, DEA selaku Ketua Departemen Kimia, Fakultas Sains Dan Teknologi, Universitas Airlangga,
2. Drs. Joesoef syah, MS selaku dosen wali, yang telah memberikan arahan, masukan dan perhatiannya,
3. Dra. Hartati ,M. Si dan Harsasi S.Si, M.Si sebagai dosen pembimbing I dan II yang telah meluangkan waktu dan memberikan bimbingan dalam penyusunan naskah skripsi,
4. Drs. Hamami, M.Si dan Dr. Purkan, M. Si selaku dosen penguji III dan penguji IV yang telah memberikan kritik dan saran dalam menyempurnaan penulisan skripsi ini.

Penyusun menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih belum sempurna, sehingga masukan dari pembaca yang bersifat membangun sangat diharapkan dan dapat dijadikan perbaikan di masa depan. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat sebagai tambahan informasi dan pengetahuan.

Surabaya, 6 Agustus 2012

Penyusun,

Putri Octavia Mahardika

UCAPAN TERIMA KASIH

Alhamdulillah, segala puji dan syukur selalu penyusun panjatkan kehadirat Allah Subhanallahu Wa Ta'ala yang selalu melimpahkan segala rahmat, karunia, dan hidayah-nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini dengan baik.

Dalam kesempatan ini penyusun ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

5. Kelurgaku tercinta: Ayahanda Khotibul Anshori, Ibunda Ninik Herti'ana serta adik-adikku Ayu Tyas P dan Indah Tri L yang memberikan dukungan moral maupun spiritual serta doa yang senantiasa mengalir demi terselesaikannya skripsi ini,
6. Para dosen kimia yang telah membagikan ilmu dan pengalamannya selama kuliah,
7. Haris Prastyo N yang senantiasa menemaniku, memberi semangat, dukungan, dan doa,
8. Sahabatku: Novi Imaniar, Ike January P, Evrillia P dan Deby H yang selalu memberi semangat, waktu, dukungan, dan memotivasiku selama ini,
9. Sahabat-sahabatku di kost MU003 Wilda Chusnia, Irma catur, adik kostku Sri Wahyuni, Anita, Ganis, Dasti, Avi, Dyah dan Mbak Dika yang memberiku keceriaan dan semangat,
10. Teman-teman angkatan 2008 (yang tidak bisa disebutkan satu-satu) yang senantiasa menemani dalam menuntut ilmu dan adik – adik angkatan 2009 dan 2010 yang telah memberikan banyak dukungan,
11. Teman-teman yang berada di lab Penelitian (Nirmawati Eka P, Natalia Dwi C, Inna N dan Hotma H) yang selalu memberi semangat, bantuan dan sebagai tim kerja yang baik,
12. Karyawan dan Laboran Kimia Fsaintek Unair yang telah memberikan pelayanan dan bantuan kepada penyusun,

13. Seluruh keluarga besar Departemen Kimia dan FSAINTEK yang telah memberikan banyak ilmu, masukan dan dukungan.
14. Serta pihak–pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang banyak memberikan saran, masukan dan pengalamannya.

Surabaya, 6 Agustus 2012
Penyusun,

Putri Octavia Mahardika



Putri Octavia Mahardika, 2012. Sintesis dan Karakterisasi Material Magnetik Berbasis Senyawa Kompleks Inti Ganda Besi(III) dengan 2,2'-Bipiridin menggunakan Ligan Jembatan Oksalat. Skripsi dibawah bimbingan Dra. Hartati, M.Si dan Harsasi Setyawati, S.Si, M.Si., Departemen kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi material magnetik berbasis senyawa kompleks inti ganda besi(III) dengan 2,2'-bipiridin menggunakan ligan jembatan oksalat. Sintesis senyawa kompleks inti ganda dilakukan dengan mensintesis senyawa kompleks inti tunggal terlebih dahulu. Sintesis senyawa kompleks inti tunggal diperoleh berdasarkan perbandingan mol = 1:3 dan senyawa kompleks inti ganda ini disintesis dengan mereaksikan besi(III) dari senyawa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ligan 2,2'-bipiridin serta ligan jembatan oksalat sesuai dengan perbandingan mol besi(III):2,2'-bipiridin:oksalat = 2:4:1. Senyawa hasil analisis ini akan dianalisis karakteristiknya dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis, spektroskopi FT-IR, uji kemagnetan dengan *Magnetic Susceptibility Balance* (MSB), dan uji konduktometri. Pada uji spektrofotometri UV-Vis diperoleh nilai panjang gelombang maksimum sebesar 522,5 nm dengan absorbansi sebesar 0,831. Spektrum FT-IR senyawa ini menunjukkan adanya vibrasi Fe-N dari ligan 2,2'-bipiridin, Vibrasi ulur C=O dari ligan oksalat, vibrasi C-O dari ligan oksalat yang berinteraksi dengan besi, dan vibrasi ulur O-H dari ligan OH. Analisis kemagnetan dengan *Magnetic Susceptibility Balance* (MSB) diperoleh harga momen magnet sebesar 6,29 *Bohr Magneton* (BM) yang bersifat paramagnetik. Sedang analisis konduktometri menunjukkan bahwa senyawa kompleks inti ganda bermuatan +6, sehingga prediksi rumus senyawa kompleks inti ganda yaitu $[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^{6+}$.

Kata kunci : Senyawa kompleks inti ganda, Besi(III)-2,2'-bipiridin, Ligan jembatan oksalat.

Putri Octavia Mahardika, 2012. Synthesis and Characterization Magnetic Material Based on Binuclear Complex Compound of Iron(III) With 2,2'-Bipyridine Using Oxalate Bridge Ligand. This Study is under guidance of Dra. Hartati, M.Si and Harsasi Setyawati, S.Si, Department of Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Airlangga University.

ABSTRACT

This study purpose to synthesizing and characterizing magnetic material on binuclear complex compound of iron(III) with 2,2'-bipyridine using oxalate bridge ligand. The synthesis of binuclear complex compound done by synthesizing mononuclear complex compound period. Synthesis mononuclear complex compound of according to the mol ratio = 3:1 and these binuclear complex compounds were synthesized by reacting iron(III) from compound $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 2,2'-bipyridin ligand and the oxalate bridge ligand according to the mol ratio of iron(III): 2,2'-bipyridin:oxalate = 2: 4: 1. Compound the result of this analysis will be analyzed characterization using UV-Vis spectrophotometry, FT-IR spectroscopy, magnetism test with *Magnetic Susceptibility Balance* (MSB), and conductometry test. In the UV-Vis spectrophotometry values obtained for the maximum wavelength of 522,5 nm with an absorbance of 0,831. FT-IR spectra of these compounds indicate the presence of Fe-N vibrations of the ligand 2,2'-bipyridin, C=O stretching vibrations of the oxalate bridge ligand, C-O vibrations of the oxalate ligand the interact with iron(III), and O-H stretching vibrations of OH ligands. Analysis of magnetism with the magnetic moments of MSB obtained rates of 6,29 *Bohr Magneton* (BM) which is paramagnetic. The conductometry analysis show that binuclear complexes compound of charged + 6, so the binuclear complex compound of prediction the formula is $[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^{6+}$.

Keywords : The binuclear complex compounds, Iron(III)-2,2'-bipyridin, The oxalate bridge ligand.

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PERNYATAAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	iv
KATA PENGANTAR	v
UCAPAN TERIMA KASIH	vi
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
BAB I: PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang Permasalahan	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Manfaat Penelitian	3
BAB II: TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1. Senyawa Kompleks	4
2.1.1. Senyawa kompleks Inti ganda	5
2.2. Besi(III)	6
2.3. Ligan 2,2-bipiridin	7
2.4. Ligan Oksalat	8
2.5. Material Magnetik	9
2.6. Teori Pembentukan Senyawa Kompleks	10
2.6.1. Teori ikatan valensi	10
2.6.2. Teori medan kristal	11
2.6.3. Teori orbital molekul	14
2.7. Karakterisasi Hasil Sintesis Senyawa Kompleks	16

2.7.1. Spektrofotometri UV-Vis	16
2.7.2. Spektroskopi FT-IR	18
2.7.3. Analisis kemagnetan	20
2.7.4. Konduktometri.....	22
BAB III: METODE PENELITIAN	23
3.1. Pelaksanaan Penelitian.....	23
3.2. Bahan dan Alat Penelitian.....	23
3.2.1 Bahan penelitian	23
3.2.2 Alat Penelitian	23
3.3 Diagram Alir Penelitian	24
3.3. Prosedur Penelitian	25
3.4.1. Pembuatan larutan besi(III) 10^{-2} M	25
3.4.2. Pembuatan larutan 2,2-bipiridin 10^{-2} M.....	25
3.4.3. Pembuatan larutan amonium oksalat 10^{-2} M.....	25
3.4.4. Penentuan panjang gelombang maksimum (λ max) besi(III) 10^{-2} M	25
3.4.5. Penentuan panjang gelombang maksimum (λ max) 2,2-bipiridin 10^{-2} M.....	25
3.4.6. Penentuan panjang gelombang maksimum (λ max) ammonium oksalat 10^{-2} M.....	26
3.4.7. Penentuan stokiometri besi(III)-bipy dengan metode perbandingan mol	26
3.4.8. Penentuan stokiometri besi(III)-bipy-oksalat dengan metode perbandingan mol	27
3.5. Sintesis Senyawa Kompleks	28
3.5.1. Sintesis senyawa kompleks inti tunggal	28
3.5.2. Sintesis senyawa kompleks inti ganda	28
3.6. Prosedur Karakterisasi	29
3.6.1. Spektrofotometri UV-Vis	29
3.6.2. Spektroskopi FT-IR	30
3.6.3. Analisis kemagnetan dengan <i>magnetic susceptibility balance</i> (MSB)	30
3.6.4. Analisis daya hantar (konduktometri)	30

BAB IV: HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1. Penentuan Stokiometri Senyawa Kompleks Inti Tunggal Besi(III)-Bipy	32
4.2. Sintesis Senyawa Kompleks Inti Tunggal Besi(III)-Bipy.....	34
4.3. Penentuan Stokiometri Senyawa Kompleks Inti Ganda Besi(III)-Bipy- Oksalat	35
4.4. Sintesis Senyawa Kompleks Inti Ganda Besi(III)-Bipy-Oksalat	37
4.5. Karakterisasi Senyawa Kompleks Inti Ganda Besi(III)-Bipy-Oksalat.....	39
4.5.1 Uji spektrofotometri UV-Vis	39
4.5.2 Uji spektroskopi FT-IR.....	41
4.5.3 Uji kemagnetan.....	45
4.5.4 Uji konduktometri.....	48
4.5.5 Aplikasi material magnetik	50
BAB V: KESIMPULAN DAN SARAN	51
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran	52
DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

No	Judul	Halaman
2.1	Spektrum cahaya tampak dengan warna komplementer	17
3.1	Penambahan larutan bipyridin 10^{-2} M secara bertahap kedalam larutan Fe(III) 10^{-2} M dengan metode perbandingan mol	26
3.2	Penambahan mol oksalat ke dalam senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{bipi})_n]^x$. konsentrasi masing-masing besi(III) 10^{-2} M, bipy 10^{-2} M, dan oksalat 10^{-2} M	27
4.1	Perbandingan spektrofotometri UV-Vis senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dengan senyawa inti ganda	39
4.2	Perbandingan hasil sintesis senyawa kompleks inti tunggal dan senyawa kompleks inti ganda	45
4.3	Data hantaran molar senyawa kompleks inti ganda dan beberapa senyawa pembanding	49

DAFTAR GAMBAR

No	Judul	Halaman
2.1	Ligan 2,2-Bipiridin	7
2.2	Strukture Ligan Oksalat	9
2.3	Pembentukan Senyawa kompleks $[\text{FeF}_6]^{3+}$	11
2.4	Diagram pemisahan orbital d medan oktahedral	13
2.5	Diagram pembentukan teori orbital molekul $[\text{FeF}_6]^{3+}$	15
3.1	Diagram Alir Penelitian	24
3.2	Gambar proses sintesis senyawa kompleks tunggal besi(III)-bipy	28
3.3	Gambar proses sintesis kompleks inti ganda besi(III)-bipy-oksalat	29
4.1	Grafik penentuan stokiometri senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$	33
4.2	Proses pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$	34
4.3	Kristal senyawa kompleks inti tunggal dengan perbesaran 600x	35
4.4	Grafik penentuan stokiometri senyawa kompleks inti ganda	36
4.5	Proses pembentukan senyawa kompleks inti ganda	38
4.6	Kristal senyawa kompleks inti ganda dengan perbesaran 600x	38
4.7	Larutan hasil sintesis	40
4.8	Data hasil pengukuran FT-IR senyawa kompleks inti tunggal	42
4.9	Data hasil pengukuran FT-IR senyawa kompleks inti ganda	42
4.10	Spektra FT-IR	43
4.11	Prediksi diagram senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{Bipy})_3]^x$	46
4.12	Prediksi diagram senyawa kompleks besi(III)-bipy-oksalat	47

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Permasalahan

Pengembangan material magnetik semakin bervariasi, baik dari material maupun aplikasinya. Saat ini material magnetik berbasis molekul seperti senyawa kompleks inti ganda mulai banyak dikembangkan. Aplikasi material magnetik yang telah dikembangkan, salah satunya adalah diaplikasikan dalam bidang kesehatan. Pemanfaatan material magnetik dalam bidang kesehatan dapat diaplikasikan sebagai *contrast agent*.

Contrast agent adalah senyawa pengontras pada alat *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) yang dapat menjelaskan visualisasi jaringan tubuh (Maulana, dkk., 2008). Syarat senyawa kompleks yang bisa dijadikan *contrast agent* adalah memiliki sifat kemagnetan tinggi sehingga bisa dengan bahan superparamagnetik (Toma dkk., 2005), aman untuk sistem biologis manusia, dan dapat membentuk sistem koloid yang stabil dalam air berlingkungan pH netral (Gupta, dkk., 2004).

Selama ini material magnetik yang diaplikasikan sebagai *contrast agent* adalah senyawa kompleks dari logam tanah jarang, seperti senyawa kompleks Gadolinium (Kazanci dan Yurt, 2008). Namun, penggunaan senyawa kompleks ini sebagai *contrast agent* sangat tidak ekonomis karena membutuhkan biaya mahal. Oleh karena itu, perlu diteliti material magnetik baru yang memenuhi syarat sebagai *contrast agent* tetapi dengan biaya yang lebih murah.

Senyawa kompleks besi(III) merupakan senyawa kompleks yang aman untuk kesehatan, sebagai contoh, hemoglobin merupakan senyawa kompleks besi

dengan ligan porfirin yang berfungsi untuk mengangkut oksigen ke dalam jaringan (Marcos, 1998). Senyawa kompleks besi(III) juga diaplikasikan sebagai obat antimalaria (Adediji, 2009). Selain itu, senyawa kompleks besi(III) juga memiliki sifat kemagnetan yang tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai *contrast agent* (Kazanci dan Yurt, 2007). Besi(III) memiliki sifat superparamagnetik dengan moment magnet sebesar 5,9 *Bohr Magneton* (BM) (Sugiyarto, 2012). Sebagai contoh, penelitian tentang senyawa kompleks besi(III) yang telah dilakukan, adalah superparamagnetik besi oksida (Fe_2O_3) dikomplekskan dengan kitosan dan mempunyai sifat kemagnetan yang tinggi, sehingga dapat digunakan sebagai *contrast agent* (Tsai, 2010).

Dari uraian diatas, terbukti bahwa senyawa kompleks besi sangat potensial jika diaplikasikan sebagai *contrast agent*. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan disintesis senyawa kompleks inti ganda dari logam besi(III), ligan 2,2'-bipiridin, dan ligan jembatan oksalat. Ligan 2,2'-bipiridin dipilih karena memiliki kerapatan elektron π yang tinggi sehingga dapat meningkatkan sifat magnetik atom pusat (Candra, 2008). Ligan jembatan oksalat dipilih karena oksalat dapat bertindak sebagai moderator interaksi magnetik antarion logam yang dihubungkan (Reinoso, 2005). Selanjutnya senyawa kompleks yang terbentuk dikarakterisasi dengan spektrofotometri UV-Vis, spektroskopi FT-IR, konduktometri dan *Magnetik Susceptibility Balance* (MSB).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang permasalahan diatas maka dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana cara mensintesis senyawa kompleks inti ganda besi(III)-2,2'-bipiridin menggunakan ligan jembatan oksalat?
2. Bagaimana karakterisasi material magnetik senyawa kompleks inti ganda besi(III)-2,2'-bipiridin menggunakan ligan jembatan oksalat?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui bagaimana cara mensintesis senyawa kompleks inti ganda besi(III)-2,2'-bipiridin menggunakan ligan jembatan oksalat.
2. Mengetahui bagaimana karakterisasi material magnetik senyawa kompleks inti ganda besi(III)-2,2'-bipiridin menggunakan ligan jembatan oksalat.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menambah wawasan ilmiah tentang sintesis dan karakterisasi material magnetik berbasis senyawa kompleks inti ganda besi(III)-2,2'-bipiridin menggunakan ligan jembatan oksalat yang bisa diaplikasikan sebagai bahan *contrast agent*.

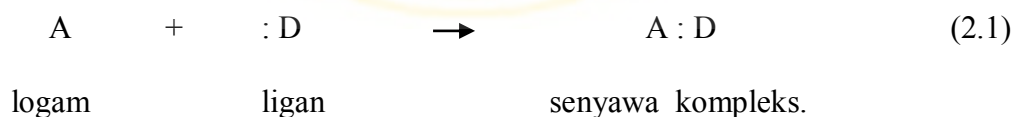
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang terbentuk dari ion logam yang berikatan dengan ligan secara kovalen koordinasi. Senyawa kompleks juga dikenal sebagai senyawa koordinasi. Senyawa kompleks dapat merupakan senyawa kompleks netral seperti $[\text{Ni}(\text{CO})_4]$ atau senyawa kompleks ionik seperti $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$. Senyawa kompleks ion dapat berbentuk ion positif (kation) atau ion negatif (anion). Dalam senyawa kompleks ion salah satu dari ion tersebut atau keduanya dapat merupakan ion kompleks (Effendi, 2007).

Secara umum teori mengenai senyawa kompleks juga dikemukakan oleh Lewis, yang dikenal dengan teori asam-basa Lewis. Teori ini melibatkan reaksi antara asam dengan basa. Menurut Lewis, ion logam berperan sebagai asam (penerima pasangan elektron) dan ligan sebagai basa (donor pasangan elektron) (Lawrance, 2010). Reaksi asam-basa lewis dapat dituliskan sebagai berikut.



Studi pembentukan senyawa kompleks menjadi hal yang menarik untuk dipelajari karena kompleks yang terbentuk dimungkinkan memberi banyak manfaat, misalnya untuk ekstraksi dan penanganan keracunan logam berat. Pada tahun 2004, Vogt, P., dan Tanjana, N., telah berhasil mensintesis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{NTA})]_2-[\text{Gd-DTPA}(\text{HTA})_2]$ yang menunjukkan besi(III) sebagai

pusat paramagnetik dan DTPA-bis(3-hydroxytyramide) sebagai ligan. Selain itu, pada tahun 2005, Martak, dkk., telah berhasil mensintesis senyawa kompleks $[(C_4H_9)_4N][Fe(II)Cr(III)(C_2O_4)_3].H_2O$ berupa padatan kristalin berwarna hijau kekuningan. Ligan oksalat pada kompleks tersebut berfungsi sebagai jembatan antara ion besi(II) dengan krom(III).

2.1.1 Senyawa kompleks inti ganda

Senyawa kompleks inti ganda merupakan senyawa yang terbentuk dari dua atau lebih ion logam yang dihubungkan oleh ligan jembatan. Pembentukan senyawa kompleks inti ganda lazim menggunakan ligan jembatan sebagai mediator interaksi magnetik diantara ion logam transisi pusat dengan ion logam transisi yang lainnya (Martak dan Emila, 2011). Umumnya momen magnetik senyawa kompleks berinti ganda (binuklir) lebih tinggi dari senyawa kompleks berinti tunggal (mononuklir).

Penelitian tentang senyawa kompleks inti ganda yang telah dilakukan yaitu $[N(n-C_4H_9)_4][Mn(II)Besi(III)(ox)_3]$ dengan nilai momen magnet sebesar 7,81 *Bohr Magneton* (BM) (Putri, D., 2010). Selain itu Martak, dkk., 2009 juga telah berhasil menguji karakterisasi senyawa inti ganda $[P(C_4H_9)_4][M(II)Cr(C_2O_4)_3]$ dimana M(II) merupakan logam Mn, Fe, Co, Ni dan Cu. Hasil karakterisasi sifat magnetik diketahui bahwa kompleks ini bersifat feromagnetik yang ditunjukkan dengan nilai sebesar 8,5; 7,5; 6,9; 5,6; dan 4,8 *Bohr Magneton* (BM). Senyawa kompleks inti ganda dengan ion logam yang sama dapat disintesis dengan cara mereaksikan senyawa kompleks tunggal dengan ligan jembatan sesuai dengan perbandingan stokiometrinya.

2.2. Besi(III)

Besi merupakan salah satu unsur yang menyusun kerak bumi dan memiliki kelimpahan yang besar di alam. Besi memiliki titik leleh $1540\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan titik didih $3000\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Sugiyarto, 2012). Besi mudah larut dalam asam mineral. Dengan adanya udara atau dapat digunakan HNO_3 encer panas, besi menjadi besi(III) (Svehla, 1996).

Besi mempunyai banyak kegunaan, seperti dalam dunia industri maupun dunia kesehatan. Khususnya dalam dunia kesehatan, besi diperlukan oleh tubuh untuk mengangkut oksigen dalam jaringan (Marcos, 1998). Besi juga diterapkan dalam berbagai variasi obat-obatan dengan menggunakan ion besi(III) dikomplekskan dengan ligan mefloquinen hidrokarbon sebagai obat antimalaria. Pada ilmu toksikologi menunjukkan bahwa ligan mefloquinoline dan kompleks logam besi(III) memiliki toksisitas rendah terutama pada hati dan ginjal. (Adediji, 2009). Selain itu, besi(III) juga aman sebagai *contrast agent* (Kazanci N dan Yurt, 2008). Sebagai contoh, penelitian tentang senyawa kompleks besi(III) yang telah dilakukan, adalah superparamagnetik besi oksida (Fe_2O_3) dikomplekskan dengan kitosan dan mempunyai sifat kemagnetan yang tinggi, sehingga dapat digunakan sebagai *contrast agent* (Tsai, 2010).

Oleh karena luasnya penggunaan besi, maka diperlukan metode yang tepat untuk menganalisisnya. Senyawa kompleks besi dapat dianalisis dengan berbagai metode, seperti metode spektrofotometri UV – Vis dan IR (Amani, 2009).

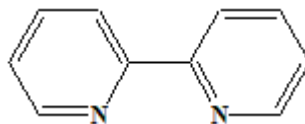
Untuk membentuk senyawa kompleks besi maka besi harus dikomplekskan dengan suatu ligan yang spesifik, misalnya adalah ligan bidentat. Kestabilan

relativitas dari besi(III) dan besi(II) sangat luas dengan sifat dari ligan, Fe(II) sebagai d^6 dan besi(III) sebagai d^5 .

Besi(III) sangat stabil, bersifat paramagnetik dengan momen magnetik sebesar 5,9 *Bohr Magneton* (BM). Nilai momen magnetik ini mengidentifikasi adanya 5 elektron yang tidak berpasangan (spin tinggi) dalam konfigurasi elektronnya. Besi(III) jika ditinjau dari konfigurasi elektronnya $[Ar]3d^54s^0$, dan ion besi(III) ini memiliki 5 elektron yang tidak berpasangan sehingga mudah dipelajari sifat kemagnetannya (Sugiyarto, 2012).

2.3. Ligan 2,2'-bipiridin

Ligan 2,2'-bipiridin merupakan ligan bidentat karena memiliki dua atom donor dan mampu menyumbangkan dua pasang elektron bebasnya. Ligan ini cenderung mengkoordinasi atom pusat yang sama (Effendi, 2007). Ligan 2,2'-bipiridin memiliki kerapatan elektron π yang tinggi sehingga dapat meningkatkan sifat magnetik atom pusat (Candra, 2008). Selain itu, ligan ini dapat membentuk kompleks yang memiliki intensitas warna yang kuat, sehingga ligan-ligan ini dapat dipakai luas dalam reaksi-reaksi warna pada kompleks kelat yang sangat stabil (Simamora, 1997). Struktur ligan 2,2'-bipiridin seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Ligan 2,2'-bipiridin (Effendi, 2007)

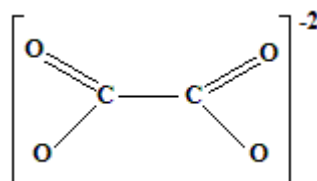
Ligan bidentat secara termodinamika memiliki kestabilan pembentukan kompleks yang lebih besar dibandingkan ligan monodentat sehingga senyawa-

senyawa kompleks yang terbentuk mempunyai serapan warna yang jelas. Ligan 2,2'-bipiridin telah banyak disintesis, misalnya $[\text{Fe}(\text{II})(4,4\text{-dikarbosilat } 2,2'\text{-bipiridin})_2(\text{CN})_2]$ yang memiliki nilai absorpsi yang tinggi ($\lambda_{\text{max}}=567,367 \text{ nm}$ dalam etanol) dan memiliki warna yang peka (DSSC) (Ferrere, S., 2001). Selain itu, Amani, dkk., 2009 juga berhasil mensintesis $[\text{Fe}(\text{dmbipy})\text{Cl}_4][\text{dmbipyH}]$ dimana (dmbipy adalah 4,4-dimethyl-2,2-bipyridine) yang dibuat dari $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan 4,4-dimetil-2,2-bipiridin.

2.4. Ligan Oksalat

Ligan oksalat merupakan ligan yang memiliki dua gugus karboksilat. Asam oksalat tidak berwarna, tidak berbentuk kristal, dan menjadi anhidrat pada pemanasan sampai 110°C (Svehla, 1996).

Ligan ini dapat digunakan sebagai ligan jembatan karena oksalat dapat bertindak sebagai mediator interaksi magnetik diantara ion-ion logam yang dihubungkan dan dapat mentransmisikan pengaruh elektron yang dimilikinya melalui pasangan elektron (Reinoso, dkk., 2005). Ion-ion logam dengan ligan oksalat dapat membentuk kompleks inti ganda homonuklir atau heteronuklir. Penelitian yang telah dilakukan adalah sintesis kompleks inti ganda $[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{P}][\text{Fe}(\text{II})\text{Cr}(\text{III})(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ berupa padatan kristalin berwarna hijau kekuningan dan pada suhu ruang senyawa kompleks tersebut menunjukkan momen magnet sebesar $7,5 \text{ Bohr Magneton}$ (BM) dan bersifat paramagnetik (Martak, dkk., 2009). Berikut struktur ligan oksalat ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Struktur ligan Oksalat

2.5. Material Magnetik

Material magnetik yang berkembang dewasa ini adalah senyawa kompleks. Salah satu aplikasi material magnetik yang berkembang dapat diaplikasikan dalam bidang kesehatan. Pemanfaatan material magnetik dalam bidang kesehatan dapat diaplikasikan sebagai bahan *contrast agent*. *Contrast agent* adalah senyawa pengontras yang dapat menjelaskan visualisasi jaringan tubuh (Maulana, dkk., 2008). *Contrast agent* pada umumnya ditetapkan berdasarkan sifat magnetik (Saebo, 2004). *Contrast agent* dalam diagnose penyakit digunakan pada alat *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) (Yan, dkk., 2007).

Sejumlah penelitian sebelumnya telah menyarankan penggunaan bahan superparamagnetik sebagai *contrast agent* yang memiliki momen magnet yang tinggi (Toma, dkk., 2005). Pada penelitian juga telah difokuskan bahwa material magnetik yang aman digunakan untuk *contrast agent* yaitu pada kompleks-kompleks ion paramagnetik gadolinium(III) dan besi(III) karena memiliki momen magnet dan relaksifitas proton yang tinggi (Kazanci dan Yurt, 2008).

Sebagai contoh, material besi oksida pada *contrast agent* memiliki ukuran yang bervariasi, sifat fisikokimia dan farmakokimia serta aplikasi klinis. Partikel besi oksida yang digunakan yaitu dalam bentuk magnetit (Fe_3O_4). Nanopartikel

(Fe₃O₄) yang digunakan dibentuk dengan bahan pelapis yang berbeda, seperti surfaktan, dekstran, dan karbodekstran (Yan, dkk., 2007).

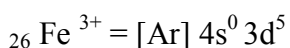
Selain itu, senyawa kompleks gadolinium juga dapat digunakan sebagai *contrast agent* yaitu untuk penelitian biomedikal dan diagnosis (Chan dan Wong, 2007). Pada tahun 2011, Samir menunjukkan bahwa garam magnetik yang digunakan sebagai *contrast agent* dapat meningkatkan gambar pada alat MRI dan teknik ini layak untuk diagnosis yang lebih baik.

2.6. Teori Pembentukan Senyawa Kompleks

Pembentukan senyawa kompleks dikenal tiga macam teori yaitu teori ikatan valensi (*Valence Bond Theory*), teori medan kristal (*Crystal Field Theory*), dan teori orbital molekul (*Molekular Orbital Theory*).

2.6.1. Teori ikatan valensi

Menurut Pauling, ikatan kovalen terjadi karena adanya tumpang tindih antara orbital kosong logam dengan orbital ligan yang berupa molekul atau ion yang mempunyai pasangan elektron bebas (Huheey and Keither, 1993). Pada tahun 1931, Linus Pauling mengembangkan ikatan valensi modern untuk senyawa koordinasi, yang kemudian dikenal dengan *Valence Bond Theory* (VBT), dengan mengenalkan konsep hibridisasi. Sebagai contoh, pembentukan ikatan pada kompleks [FeF₆]³⁺ yang berbentuk oktahedral adalah sebagai berikut:



dan ion logam, dimana ligan diasumsikan bermuatan negatif dan ion logam bermuatan positif (Huheey dan Keither, 1993).

Teori ini dengan konsep hibridisasi, cukup baik untuk menjelaskan bentuk geometri molekul maupun sifat magnetik senyawa kompleks dan menunjukkan adanya dua kemungkinan konfigurasi elektron d^x dengan spin tinggi maupun spin rendah.

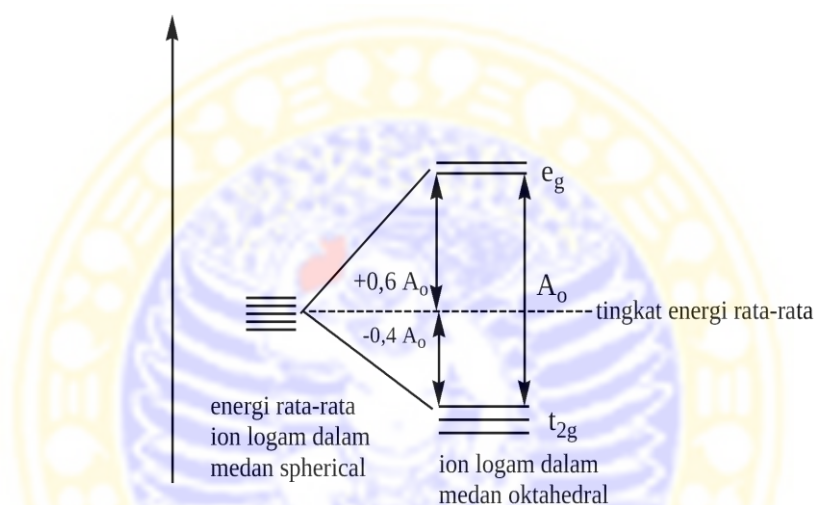
Dalam atom atau ion bebas (dalam keadaan gas), energi elektron-elektron kelima orbital d adalah sama atau setingkat karena sama sekali tidak ada pengaruh dari luar. Kelima orbital seperti ini dikatakan bersifat *degenerat* yang artinya mempunyai energi setingkat, dan atom dikatakan dalam tingkat dasar (*Ground state*), tanpa adanya pengaruh medan. Namun dalam senyawa kompleks, pasangan elektron atom-atom donor ligan diarahkan kepada atom pusat untuk membentuk ikatan kovalen kompleks. Dengan demikian, ligan memberikan medan ligan listrik negatif di seputar atom pusat sehingga menghasilkan interaksi tolakan dengan elektron-elektron d^x terluar dari atom pusat ini. Akibatnya, energi elektron-elektron d^x mengalami kenaikan (Sugiyarto, 2012).

Pada kompleks oktahedral, pengisian orbital t_{2g} menurunkan energi kompleks yang akan membuatnya lebih stabil, sebesar $0,4 \Delta_0$ per elektron. Sementara pengisian orbital e_g menaikkan energi sebesar $0,6 \Delta_0$ per elektron. Sehingga Total *Crystal Field Stabilization Energi* (CFSE) atau energi yang terstabilkan oleh medan kristal adalah:

$$CFSE_{\text{oktahedral}} = 0,6 \Delta_0 - 0,4 \Delta_0$$

Nilai $0,4 \Delta_0$ dan $0,6 \Delta_0$ berturut-turut adalah jumlah elektron yang mengisi orbital e_g dan t_{2g} . Nilai CFSE konfigurasi d^0 dan d^{10} adalah nol baik di medan ligan kuat maupun lemah. Perubahan *Crystal Field Stabilization Energy* (CFSE) memiliki efek yang sangat penting pada stabilitas relatif (Mackay, dkk., 2002).

Diagram pemisahan orbital d pada medan oktahedral ditunjukkan oleh Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Diagram pemisahan orbital d medan oktahedral (Huheey dan Keither, 1993).

Sebagai contoh, senyawa kompleks $[\text{FeF}_6]^{3+}$, bersifat paramagnetik dengan lima elektron tidak berpasangan. Hal ini dikarenakan ligan F merupakan ligan lemah dan mempunyai konfigurasi elektronik $t_{2g}^3 e_g^2$. Sehingga diperoleh CSFE nilai konfigurasi d^5 sebesar nol pada medan ligan lemah (Lee, 1994).

Fajans dan Tsuchida berhasil membuat urutan relatif kekuatan beberapa ligan. Beberapa ligan tersebut dapat dideretan dalam suatu deret spektrokimia atau deret Fajans-Tsuchida berdasarkan kekuatan medannya, yang tersusun sebagai berikut: $\text{I}^- < \text{Br}^- < \text{S}^{2-} < \text{SCN}^- < \text{Cl}^- < \text{NO}_3^- < \text{F}^- < \text{OH}^- < \text{Ox}^{2-} < \text{H}_2\text{O} < \text{NCS}^-$

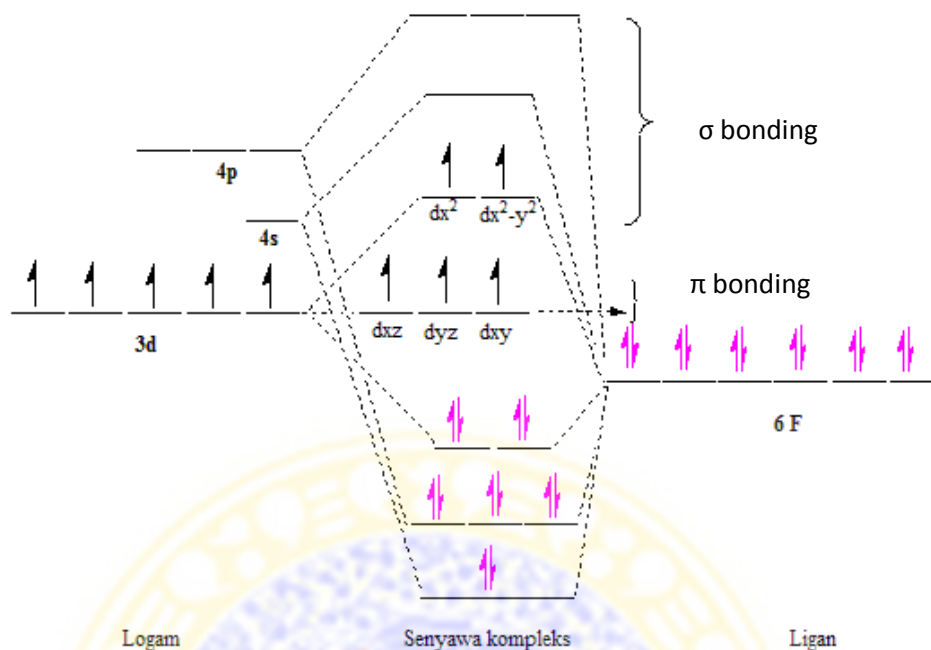
$< \text{NH}_3 < \text{en} < \text{bipy} < \text{fen} < \text{NO}_2^- < \text{fosfina} < \text{C}_6\text{H}_5^- < \text{CN}^- < \text{CO}$, dengan Ox = oksalat, en = etilendiamin, bipy = dan fen = fenantrolin (Effendi, 2007). Ligan bipyridin dalam deret spektrokimia lebih kuat dibandingkan ligan oksalat dan lebih lemah dari ligan CN. Faktor-faktor yang mempengaruhi kekuatan medan Kristal yaitu muatan atom pusat, jumlah ligan dan geometri dari kompleks.

2.6.3. Teori orbital molekul

Dalam teori orbital molekul elektron valensi dianggap bergabung dengan seluruh inti dari molekul, sehingga orbital-orbital atom dari atom yang berbeda bergabung membentuk orbital molekul (Lee, 1994). Perkembangan teori orbital molekular pada mulanya dipelopori oleh Hund dan Mulliken. Seperti halnya pada senyawa-senyawa sederhana, konsep orbital molekular juga dapat diterapkan pada senyawa kompleks sekalipun lebih rumit. Namun, dapat disederhanakan dengan hanya mempertimbangkan orbital-orbital atomik yang benar-benar berperan dalam pembentukan orbital molekular (OM) yaitu orbital $3d$, $4s$ dan $4p$ bagi atom pusat dari logam transisi pertama dan orbital $s - p$ atau bentuk hibridisasinya bagi atom donor dari ligan yang bersangkutan (Sugiyarto, 2012).

Teori orbital menunjukkan orbital ligan yang bersesuaian simetrinya akan mengalami tumpang tindih (*overlapping*) dengan orbital logam dan membentuk orbital molekul bonding dan orbital molekul antibonding (Cotton dan Wilkinson, 1995).

Sebagai contoh, teori orbital molekul pada kompleks $[\text{FeF}_6]^{3+}$ dapat dijelaskan dengan diagram pembentukan teori orbital molekul sebagai berikut.



Gambar 2.5. Diagram pembentukan teori orbital molekul $[\text{FeF}_6]^{3+}$

Pada diagram tersebut tingkat energi ligan F^- lebih rendah karena atom donor F^- lebih elektronegatif. Adanya dua elektron yang menempati orbital molekul pada d_{x^2} dan $d_{x^2-y^2}$ mengakibatkan ikatan kovalen logam-ligan, Fe-F dalam $[\text{FeF}_6]^{3+}$ lebih lemah. Dalam teori orbital molekul, $[\text{FeF}_6]^{3+}$ memiliki bentuk octahedral dan bersifat paramagnetik. Sifat paramagnetik dari ion kompleks $[\text{FeF}_6]^{3+}$ ditunjukkan dengan adanya lima elektron yang tidak berpasangan pada orbital molekul kompleks tersebut (Effendi, 2007).

Kelebihan dari teori ini dibandingkan teori medan kristal adalah bahwa teori ini menjelaskan adanya ikatan π yang terjadi antara ligan dan atom pusat. Ikatan π dapat menjelaskan posisi ligan dalam deret spektrokimia. Kelemahan dari teori orbital molekul adalah teori ini tidak dapat digunakan untuk menghitung entalpi pembentukan kompleks dan energi ikatan (Lee, 1994).

2.7 Karakterisasi Hasil Sintesis Senyawa Kompleks

Karakterisasi senyawa kompleks inti tunggal dan inti ganda dapat dilakukan dengan menggunakan berbagai metode seperti, spektrofotometri UV-Vis, spektroskopi FT-IR, konduktometri, dan *Magnetik Susceptibility Balance* (MSB).

2.7.1 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan metode yang digunakan untuk mengukur panjang gelombang suatu senyawa. Spektrum UV-Vis merupakan absorbansi radiasi UV dan Visibel sebagai fungsi dari panjang gelombang oleh molekul. Pada spektrometer panjang gelombang sinar UV dimulai pada cahaya tampak sekitar 400 nm dan berakhir pada sekitar 200 nm sedangkan panjang gelombang sinar tampak (Visibel) pada cahaya 800 nm dan berakhir pada sekitar 400 nm. Ketika energi elektron sedikit, senyawa dalam keadaan *ground state*. Senyawa dapat menyerap radiasi dan berpindah ke energi lebih tinggi yang disebut dengan keadaan eksitasi. Proses perpindahan elektron ke energi lebih tinggi disebut eksitasi elektronik. Radiasi yang dipilih untuk transisi elektron dalam daerah UV dan visible dari spektrum elektromagnetik (Robinson, dkk., 2005). Energi eksitasi elektron dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$E = h \nu \quad (2.2)$$

$$E = \frac{hc}{\lambda} \quad (2.3)$$

Keterangan : λ : panjang gelombang (cm)

c : kecepatan cahaya ($2,998 \times 10^{10}$ cm s⁻¹)

h : konstanta planck, $6,6 \times 10^{-27}$ erg-det.

ν : frekuensi (Hertz)

sedangkan absorbtivitas dapat dihitung dengan menggunakan hukum Lambert Beer's (Robinson, dkk.,2005):

$$A = \epsilon bc \quad (2.4)$$

Keterangan : A : absorbansi

ϵ : absorptivitas molar ($L \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$)

b : panjang sel, dalam cm

c : konsentrasi, dalam M

Adapun spektrum cahaya tampak dengan warna dari cahaya yang diserap dan warna komplementernya pada berbagai rentang panjang gelombang tertera pada Tabel 2.1.

Table 2.1. Spektrum cahaya tampak dengan warna komplementer (Housecroft dan Sharpe, 2005).

Panjang gelombang (nm)	Warna dari cahaya yang diserap	Warna komplementer
700 - 620	Merah	Hijau
620 - 580	Orange	Biru
580 - 560	Kuning	Ungu
560 - 490	Hijau	Merah
490 - 430	Biru	Orange
430 - 380	Ungu	kuning

Spektra elektronik ion logam transisi dan kompleks diamati pada daerah sinar tampak dan ultra violet (UV-Vis). Spektra akan timbul saat elektron berpromosi dari tingkat energi yang lebih rendah menuju tingkat energi di atasnya (Robinson, 2005).

Transisi elektronik yang terjadi pada senyawa kompleks adalah akibat dari pembelahan tingkat energi pada orbital – orbital *d* oleh suatu medan ligan. Pada

transisi elektronik d-d, elektron tereksitasi dari orbital d yang satu ke orbital d yang lain, misalnya dari orbital t_{2g} ke orbital e_g . Intensitas transisi d-d relatif rendah yang disebabkan pemisahan energi d-d yang relatif kecil. Warna larutan ion logam transisi pada umumnya diakibatkan adanya transisi d-d ini, misalnya pada senyawa koordinasi akuo, transisi d-d terjadi di daerah tampak (Huheey, 1993). Transisi perpindahan elektron dalam ligan terjadi pada senyawa ligan organik yang memiliki ikatan σ , ikatan π , ikatan n (*non bonding*), anti ikatan σ (σ^*) dan ikatan π (π^*) (Fessenden, 1992).

Sebagai contoh, penelitian senyawa kompleks yang telah berhasil dilakukan dengan menggunakan uji spektrofotometri UV-Vis yaitu senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{acac})_3]$ dari hasil analisis diperoleh bahwa panjang gelombang maksimum senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{acac})_3]$ adalah 435 nm. Selain itu, senyawa kompleks inti ganda juga telah berhasil dianalisis dengan menggunakan uji spektrofotometri UV-Vis yaitu $[(\text{acac})_2\text{Fe}(\mu\text{-ox})\text{Fe}(\text{acac})_2]$ dengan panjang gelombang sebesar 452 nm (Fujino, dkk., 2004). Dari penelitian ini membuktikan bahwa antara senyawa kompleks inti tunggal dan inti ganda mengalami pergeseran ke panjang gelombang yang lebih panjang (Rilyanti, 2008). Hal ini dapat disebabkan oleh perubahan pelarut, dan auksokrom.

2.7.2. Spektroskopi FT-IR

Pada senyawa kompleks, spektrum inframerah merupakan spektrum spesifik yang ditunjukkan oleh ikatan kompleks yang terletak pada bilangan gelombang lebih dari 500 cm^{-1} (daerah sidik jari). Spektroskopi FT-IR merupakan spektroskopi modern yang dikendalikan komputer dan sistem video pencitraan

yang memungkinkan gambar dari sampel yang akan ditampilkan berupa gambar 2D. Spektroskopi FT-IR dapat mengidentifikasi senyawa polimer dan senyawa aditif (Robinson, dkk., 2005). Pada umumnya spektra infra merah berhubungan dengan vibrasi molekul. Adanya vibrasi menyebabkan molekul mempunyai tingkat energi vibrasi selain tingkat energi elektron dan energi rotasi. Jenis vibrasi molekul tergantung pada kompleksitas dan struktur molekul, sehingga spektroskopi inframerah adalah salah satu metode yang digunakan untuk menunjukkan adanya gugus fungsi dan ikatan antar logam dalam ligan dari senyawa kompleks.

Energi yang diemisikan pada daerah infra merah cukup untuk mengubah tingkat vibrasi ikatan dalam suatu molekul. Daerah yang paling banyak digunakan dalam penentuan struktur senyawa organik adalah pada daerah $4000-1300\text{ cm}^{-1}$ disebut daerah gugus fungsi. Daerah $2000-1660\text{ cm}^{-1}$ disebut daerah gugus aromatis sedangkan pada daerah $1300-500\text{ cm}^{-1}$ disebut daerah fingerprint (Robinson, 2005).

Molekul-molekul diatom memperlihatkan dua jenis vibrasi yaitu ulur (*stretching*) dan vibrasi tekuk (*bending*). Vibrasi *stretching* ada dua yaitu simetri dan asimetri. Vibrasi asimetri terdiri dari *scissoring*, *rocking*, *wagging*, dan *twisting*. Makin rumit struktur suatu molekul semakin banyak bentuk-bentuk vibrasi yang mungkin terjadi, akibatnya akan terlihat banyak pita-pita absorpsi yang diperoleh pada spektrum infra merah (Nakamoto, 2009). Pembentukan senyawa kompleks menghasilkan perubahan kekuatan ikatan antar atom pada molekul. Sehingga senyawa kompleks memiliki serapan gugus fungsi yang

berbeda dari ligan bebasnya. Spektra inframerah senyawa kompleks sudah banyak dipelajari. Salah satu, adalah menganalisis puncak-puncak tertentu spektra inframerah yang diduga berasal dari ikatan kompleks ion pusat dengan ligan (Atkins dan Shiver, 2010).

Penelitian yang telah berhasil dilakukan yaitu sintesis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{dmbipy})\text{Cl}_3(\text{DMSO})]$ dimana vibrasi F-N muncul diantara daerah bilangan gelombang 256 cm^{-1} (Amani, dkk., 2009). Selain itu, penelitian yang telah berhasil dilakukan juga yaitu $[\text{Fe}(\text{III})(\text{salapn})_2(\text{C}_2\text{O}_4)]$ yang menunjukkan adanya oksalat sebagai ligan jembatan pada bilangan gelombang 1662 cm^{-1} untuk $\nu_{\text{as}}(\text{C}=\text{O})$, 1303 cm^{-1} untuk $\nu_{\text{s}}(\text{C}=\text{O})$, dan 798 cm^{-1} untuk $\delta(\text{O}-\text{C}-\text{O})$ (Jia, dkk. 2006).

2.7.3. Analisis kemagnetan

Sifat magnetik senyawa kompleks dibedakan menjadi dua yaitu sifat paramagnetik dan diamagnetik. Kompleks dengan medan ligan lemah menghasilkan pemisahan orbital d yang tidak terlalu besar, sehingga setelah elektron memenuhi orbital d energi rendah elektron berikutnya akan mengisi orbital d energi tinggi, sehingga elektron cenderung tidak berpasangan. Keadaan ini dinamakan spin tinggi (Lee, 1994).

Kompleks dengan medan ligan kuat menghasilkan pemisahan orbital d yang cukup besar, sehingga elektron cenderung berpasangan. Keadaan ini dinamakan spin rendah yang menimbulkan sifat diamagnetik yaitu senyawa yang semua elektronnya berpasangan akan ditolak oleh medan magnet. Sedangkan adanya elektron yang tidak berpasangan akan menyebabkan sifat paramagnetik yaitu mengakibatkan senyawa tersebut tertarik medan magnet.

Sifat kemagnetan senyawa kompleks hasil sintesis ditentukan oleh jumlah elektron yang tidak berpasangan dan hal ini sangat bergantung pada jenis dan kekuatan ligan. Sebagai contoh, senyawa kompleks yang berhasil dilakukan yaitu senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ yang mempunyai momen magnet sebesar 5,83 *Bohr Magneton* (BM) (Rahardjo, dkk., 2007). Pengukuran besarnya momen magnet suatu senyawa kompleks dapat dilakukan dengan menggunakan *Magnetik Susceptibility Balance* (MSB). Ukuran sifat magnetik, μ_{eff} , dalam satuan *Bohr Magneton* (BM) (Sugiyarto, 2012). Secara teoritis rumus yang digunakan seperti persamaan:

$$X_g = \frac{C_{\text{balance}} \times l \times (R - R_0)}{10^9 m} \quad (2.5)$$

Keterangan : $C_{\text{balance}} = 1$

l = Panjang sampel (cm)

R = Nilai tabung dari sampel yang terbaca

R_0 = Nilai tabung kosong yang terbaca

m = Massa sampel (gram)

Semua besaran-besaran yang terlibat dalam pengukuran tersebut telah diketahui, sehingga X_m dapat dihitung menurut persamaan:

$$X_m = X_g \times Mr \quad (2.6)$$

Selanjutnya nilai momen magnetik, μ_{eff} , dihitung menurut persamaan:

$$\mu_{\text{eff}} = 2,828 \sqrt{X_m T} \text{ BM} \quad (2.7)$$

keterangan : Mr = Massa molekul relatif sampel

T = Suhu (K)

Nilai X_m dan X_g pada rumus penentuan besarnya momen magnet dengan menggunakan *Magnetik Susceptibility Balance* (MSB) menunjukkan sifat kemagnetannya (Magway, 2005).

2.7.4. Konduktometri

Konduktometri merupakan metode elektroanalisis yang digunakan untuk mengukur daya hantar listrik pada suatu larutan (Robinson, dkk., 2005). Daya hantar listrik (konduktivitas) merupakan ukuran kekuatan larutan yang dapat menghantarkan listrik. Molekul–molekul elektrolit akan terdisosiasi menjadi ion yang dapat menghantarkan arus listrik bila dilarutkan dalam suatu pelarut (Garland, 2003).

Daya hantar listrik larutan elektrolit disebut juga daya hantar molar (*molar conductivity*). Untuk dapat mengetahui muatan suatu larutan senyawa kompleks maka perlu membandingkan daya hantar listrik larutan kompleks dengan larutan standar. Adapun penelitian yang telah dilakukan dengan menggunakan metode konduktometri yaitu senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n = 0, 1, 2, 3, 4$) dengan membandingkan daya hantar listrik larutan kompleks dengan larutan standar mempunyai perbandingan muatan kation : anion = 2:1 (Rahardjo, dkk., 2007). Selain itu senyawa kompleks yang telah dilakukan perbandingan yaitu $[\text{Co}(\text{II})-(2\text{-feniletilamin})_2(\text{H}_2\text{O})_4]\text{Cl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan muatan kation : anion yang diperoleh sebesar 2:1 (Illiya, 2011).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret sampai dengan Juli 2012 di Laboratorium Penelitian, Departemen Kimia, Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Airlangga.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

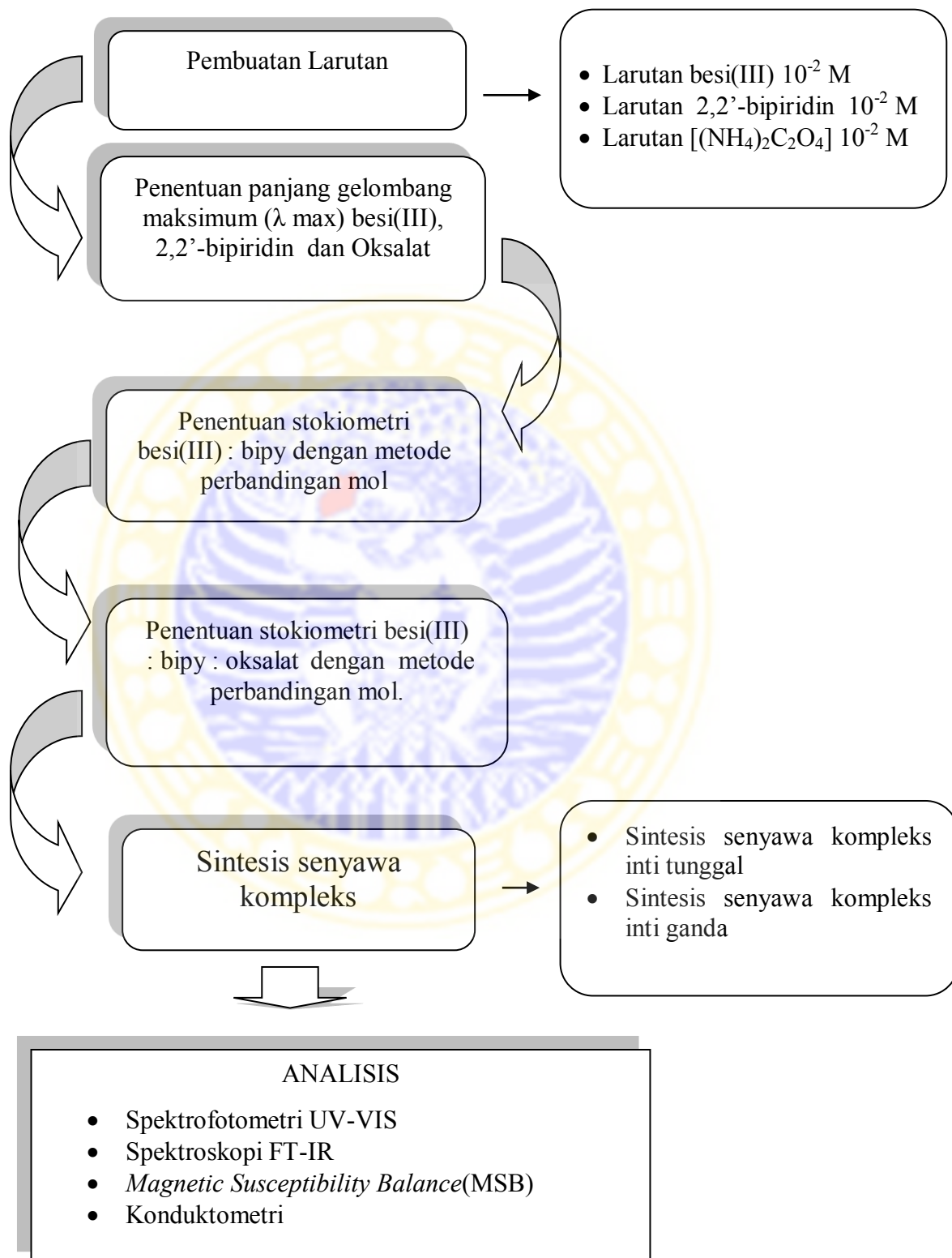
3.2.1. Bahan penelitian

Pada penelitian ini bahan-bahan yang dibutuhkan untuk sintesis adalah bahan-bahan kimia yang berderajat kemurnian *pro analysis* (p.a) yaitu 2,2'-bipiridin; ammonium oksalat; metanol; besi(III)kloro heksahidrat sedangkan air yang digunakan adalah akuabides.

3.2.2. Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam praktikum ini adalah Spektrofotometer Shimadzu UV-1800, spektroskopi Jasco FT-IR 5300, *Magnetik Susceptibility Balance* (MSB) *Sherwood scientific*, konduktometer, timbangan analisis Metler AE 200, oven, kertas saring, dan peralatan gelas lainnya.

3.3. Diagram Alir Penelitian



3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Pembuatan larutan besi(III) 10^{-2} M

Menimbang 0,0270 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kemudian dilarutkan dengan aquabides 10 mL. Setelah larut semua lalu dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL dan ditambah akuabides sampai tanda batas, setelah itu dihomogenkan.

3.4.2. Pembuatan larutan 2,2'-bipiridin 10^{-2} M

Ditimbang 0,1560 gram 2,2'-bipiridin dan dilarutkan dengan akuabides pada gelas piala 100 mL. Setelah larut dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuabides sampai tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.4.3. Pembuatan larutan ammonium oksalat 10^{-2} M

Ammonium oksalat ditimbang sebanyak 0,1240 gram dan dilarutkan dengan akuabides dalam gelas beker 100 mL. Setelah larut dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuabides sampai tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.4.4. Penentuan panjang gelombang maksimum (λ Max) besi(III) 10^{-2} M

Larutan kerja besi(III) 10^{-2} M dimasukkan dalam kuvet yang telah dibersihkan, kemudian diukur panjang gelombang maksimum pada daerah visible dengan panjang gelombang 200-700 nm.

3.4.5. Penentuan panjang gelombang maksimum 2,2'-bipiridin 10^{-2} M

Larutan kerja 2,2'-bipiridin 10^{-2} M dimasukkan dalam kuvet, kemudian diukur panjang gelombang maksimumnya pada daerah UV dengan panjang gelombang 200-380 nm.

3.4.6. Penentuan panjang gelombang maksimum oksalat 10^{-2} M

Larutan kerja Ammonium oksalat 10^{-2} M dimasukkan dalam kuvet yang telah dibersihkan, kemudian diukur panjang gelombang maksimumnya pada daerah visible dengan panjang gelombang 200 -380 nm.

3.4.7. Penentuan stokiometri besi(III)-bipy dengan metode perbandingan mol

Penentuan stokiometri besi(III)-bipy dengan metode perbandingan mol dilakukan dengan membuat tujuh campuran dengan larutan besi(III) dan larutan 2,2'-bipiridin pada konsentrasi 10^{-2} M dengan perbandingan volume masing-masing yang ditunjukkan pada tabel, kemudian ditambahkan dengan metanol sebanyak 3 tetes lalu dimasukkan kedalam labu ukur 5 mL dan ditambahkan akuabides sampai tanda batas, lalu dihomogenkan.

Masing-masing campuran tersebut diukur absorbansinya. Kemudian absorbansi dari masing-masing campuran ditumpuk (overlay) dan dicari panjang gelombang maksimumnya. Larutan blanko yang digunakan merupakan campuran aquabides ditambah 2 tetes metanol. Perbandingan masing-masing volume campuran tertera pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Penambahan larutan bipiridin 10^{-2} M secara bertahap kedalam larutan besi(III) 10^{-2} M dengan metode perbandingan mol.

Larutan ke	Volume Larutan (mL)		Perbandingan mol $\text{Fe}^{3+} : \text{bipy}$	Volume total *
	besi(III)	bipy		
1	0,25	0	1 : 0	5,0
2	0,25	0,25	1 : 1	5,0
3	0,25	0,50	1 : 2	5,0
4	0,25	0,75	1 : 3	5,0
5	0,25	1,00	1 : 4	5,0
6	0,25	1,25	1 : 5	5,0
7	0,25	1,50	1 : 6	5,0

Keterangan: * : volume total dengan penambahan akuabides sampai 5 mL.

3.4.8. Penentuan stokiometri besi(III)-bipy-oksalat dengan metode perbandingan mol

Penentuan stokiometri besi(III)-bipy-oksalat dengan metode perbandingan mol dilakukan dengan membuat enam campuran dengan larutan besi(III), larutan 2,2'-bipiridin dan larutan oksalat pada konsentrasi 10^{-2} M dengan perbandingan 2:4:1. Pada penentuan ini langkah pertama memasukkan larutan dengan konsentrasi dan volume tertentu dengan perbandingan mol yang tertera pada Tabel 3.2. ke dalam labu ukur 5 mL. Kemudian ditambahkan metanol sebanyak 3 tetes dan diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

Masing-masing campuran tersebut diukur absorbansinya. Kemudian absorbansi dari masing-masing campuran ditumpuk (overlay) dan dicari panjang gelombang maksimumnya. Larutan blanko yang digunakan merupakan campuran aquabides ditambah 2 tetes metanol. Adapun jumlah mol larutan oksalat yang ditambahkan ke dalam larutan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ tertera pada Tabel 3.2.

Table 3.2. Penambahan mol oksalat ke dalam senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$. Konsentrasi masing-masing besi(III) 10^{-2} M, bipy 10^{-2} M, dan oksalat 10^{-2} M.

Larutan ke-	Volume larutan (mL)			Volume total *
	besi(III)	2,2-bipy	Oksalat	
1	0,1	0,3	0	5,0
2	0,1	0,3	0,05	5,0
3	0,1	0,3	0,1	5,0
4	0,1	0,3	0,15	5,0
5	0,1	0,3	0,2	5,0
6	0,1	0,3	0,25	5,0
7	0,1	0,3	0,3	5,0

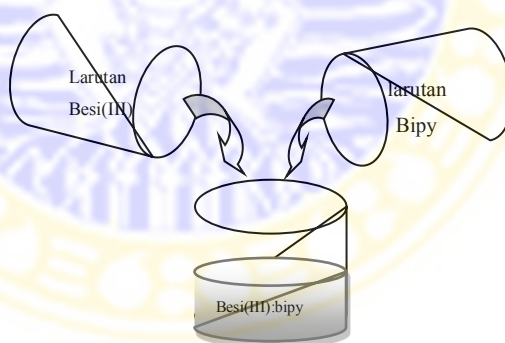
Keterangan: * : volume total dengan penambahan akuabides sampai 5 mL.

3.5 Sintesis Senyawa Kompleks

3.5.1 Sintesis senyawa kompleks inti tunggal

Sintesis senyawa ini dilakukan dengan menggunakan gelas beker. Sebanyak 0,1352 gram besi(III) dari senyawa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam metanol sampai larut. sebanyak 0,2340 gram 2,2 bipyridin dilarutkan kedalam metanol. Kedua larutan direaksikan bersama dengan cara masing-masing larutan diaduk menggunakan spatula lalu dicampur secara perlahan-lahan.

Pengadukan dilakukan untuk mempercepat reaksi supaya larutan larut sempurna. Larutan yang sudah jadi ditutup dengan kertas saring agar tidak terkontaminasi. Lalu dibiarkan selama 1-2 minggu dalam suhu ruang. Kristal yang dihasilkan selanjutnya diambil dengan hati-hati. Pada Gambar 3.2 Tercantum proses untuk sintesis senyawa kompleks inti tunggal.

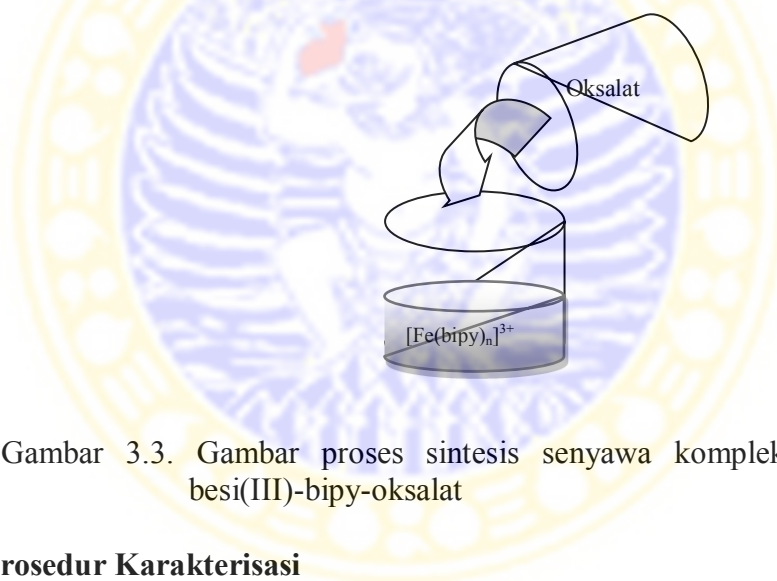


Gambar 3.2. Gambar proses sintesis senyawa kompleks tunggal besi(III)-bipy

3.5.2 Sintesis senyawa kompleks inti ganda

Sintesis senyawa ini dilakukan dengan menggunakan gelas beker. Sebanyak 0,2705 gram besi(III) dari senyawa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam metanol sampai larut, sebanyak 0,03120 gram 2,2 bipyridin dilarutkan kedalam metanol sampai

larut dan sebanyak sebanyak 0,0620 gram oksalat dilarutkan dalam akuabides sampai larut. Kemudian larutan besi(III) dicampurkan terlebih dahulu dengan larutan 2,2'-bipiridin ke dalam gelas beker 100 mL. Selanjutnya ditambahkan larutan oksalat ke dalam gelas beker yang berisi campuran larutan tadi. Lalu dipanaskan lagi sebentar dengan suhu rendah dan diamkan sampai suhu dingin. Kemudian endapannya disaring. Setelah itu, gelas beker tersebut ditutup dengan kertas saring agar tidak terkontaminasi, lalu dibiarkan selama 1-2 minggu pada suhu ruang. Kristal yang dihasilkan selanjutnya diambil dengan hati-hati. Gambar 3.3 menunjukkan proses sintesis senyawa kompleks inti ganda.



Gambar 3.3. Gambar proses sintesis senyawa kompleks inti ganda besi(III)-bipy-oksalat

3.6 Prosedur Karakterisasi

3.6.1 Spektrofotometri UV-Vis

Masing-masing kristal senyawa kompleks inti tunggal dan senyawa kompleks inti ganda hasil sintesis dihaluskan dengan mortar kemudian dilarutkan dengan akuabides. Setelah itu, ditentukan spektranya di daerah 200-700 nm.

3.6.2 Spektroskopi FT-IR

Masing-masing padatan kristal senyawa kompleks inti tunggal dan inti ganda hasil sintesis dicampur dengan KBr dibuat pelet. Kemudian diukur serapan inframerahnya pada bilangan gelombang 4000-300 cm^{-1} .

3.6.3 Analisis kemagnetan dengan *Magnetik Susceptibility Balance* (MSB)

Padatan senyawa kompleks di atas ditumbuk sampai halus kemudian dimasukkan ke dalam kuvet sampai homogen. Masing-masing padatan halus diukur momen magnetnya dengan menggunakan *Magnetik Susceptibility Balance* (MSB).

3.6.4 Analisis daya hantar (Konduktometri)

Dengan membandingkan daya listrik larutan sampel dengan larutan standar pada konsentrasi yang sama dengan larutan sampel dapat diketahui muatan ion kompleks yang memberi dukungan pada rumus molekul senyawa kompleks. Larutan standar yang digunakan dalam analisis ini ialah KCl, MgCl_2 dan FeCl_3 .

Larutan senyawa kompleks tunggal dan ganda dibuat dengan konsentrasi $2 \cdot 10^{-3}$ M pada labu ukur 25 mL dan dilarutkan dengan aquabides. Larutan yang digunakan sebagai standar untuk muatan +1 adalah KCl. Larutan KCl dibuat dengan melarutkan 0,0149 gram KCl $2 \cdot 10^{-3}$ M dalam 100 mL aquabides pada labu ukur 100 mL. Adapun larutan standart +2 yang digunakan adalah larutan MgCl_2 . Di dalam labu ukur 100 mL dimasukkan 0,0375 gram MgCl_2 $2 \cdot 10^{-3}$ M dan dilarutkan dalam 100 mL aquabides. Selanjutnya larutan standart +3 digunakan larutan FeCl_3 . Di dalam labu ukur 100 mL dimasukkan 0,0540 gram FeCl_3 $2 \cdot 10^{-3}$ M dan dilarutkan dalam 100 mL aquabides. Kemudian keempat larutan yang

sudah dibuat diukur dengan alat konduktometri sehingga diperoleh konduktivitas masing-masing larutan. Dari harga konduktivitas tersebut diperoleh prediksi muatannya sehingga dapat dibandingkan muatan senyawa kompleks tunggal dan ganda dengan larutan standar.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penentuan Stokiometri Senyawa Kompleks Inti Tunggal Besi(III)-Bipy.

Untuk dapat mensintesis kristal senyawa kompleks besi(III)-bipy, maka terlebih dahulu mencari kondisi optimum reaksi pembentukan kristal senyawa kompleks. Salah satunya ialah penentuan stoikiometri antara logam besi(III) dengan ligan 2,2'-bipiridin.

Pada penentuan stoikiometri ini metode yang digunakan yaitu metode perbandingan mol. Dari penentuan stoikiometri ini kita akan mendapatkan perbandingan mol antara logam besi(III) dan ligan 2,2'-bipiridin yang digunakan untuk mensintesis senyawa kompleks besi(III)-bipy. Selain itu, kita juga akan mengetahui jumlah ligan 2,2'-bipiridin yang terikat pada ion pusat besi(III) sehingga akan memudahkan proses pengkajian secara teoritis.

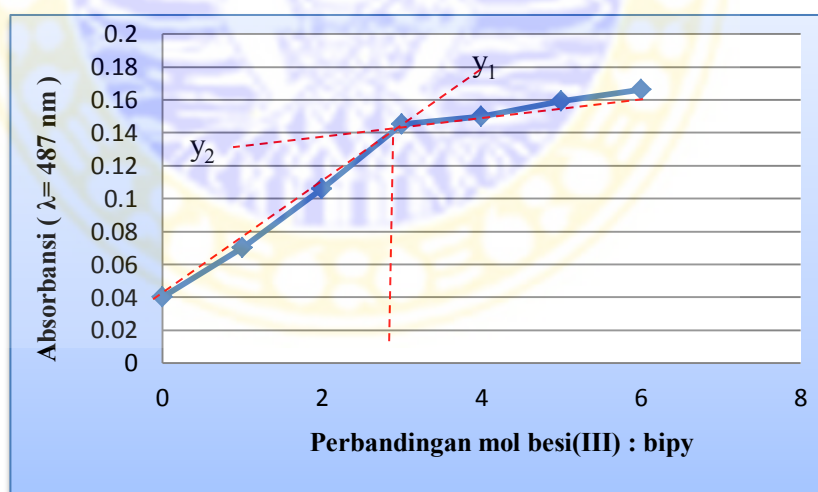
Pada penentuan stoikiometri dibuat larutan besi(III) dan larutan ligan 2,2'-bipiridin dengan konsentrasi yang sama yaitu 10^{-2} M. Setelah selesai membuat larutan, kemudian menentukan panjang gelombang maksimum yang digunakan untuk penentuan stoikiometri senyawa kompleks inti tunggal besi(III)-bipy dengan metode perbandingan mol, lalu diukur spektranya dengan cara ditumpuk (overlay). Panjang gelombang yang dihasilkan sebesar 487,0 nm dengan warna komplementer jingga (tertera pada Lampiran 1.d).

Setelah menentukan panjang gelombang maksimum besi(III)-bipy pada stoikiometri, ketujuh larutan diukur absorbansinya dengan panjang gelombang

maksimum tersebut dan diperoleh hasil penentuan stokiometri (tertera pada Lampiran 2.a).

Dari data penentuan stokiometri yang telah dilakukan kemudian dibuat grafik antara perbandingan mol sebagai sumbu x terhadap absorbansi sebagai sumbu y. Grafik penentuan stokiometri ditunjukkan pada Gambar 4.1. Pada gambar tersebut diperoleh garis regresi linier y_1 sebesar $0.035x + 0.037$ dan y_2 sebesar $0.008x + 0.118$.

Stokiometri senyawa koordinasi besi(III)-bipy ditentukan dari perpotongan dua buah garis regresi linier pada kurva tersebut. Perpotongan ke dua garis lurus pada kurva tersebut terletak pada perbandingan mol besi(III)-bipy=3,0 (perhitungan tertera pada Lampiran 2.a). Dengan demikian perbandingan mol besi(III):bipy = 3 atau 1:3.



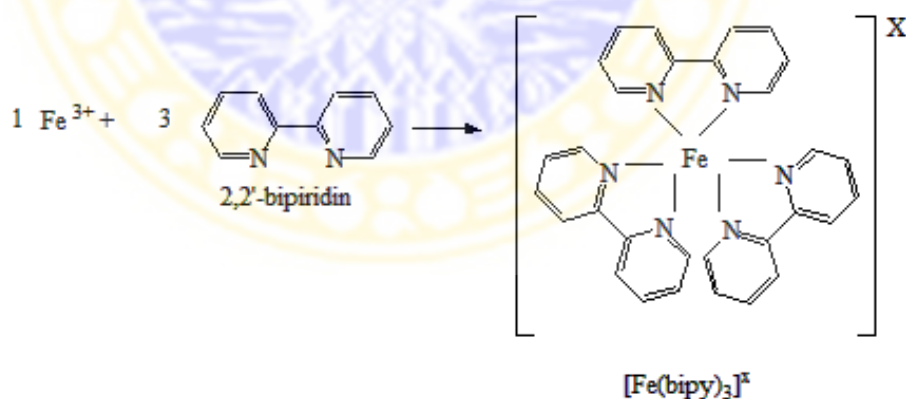
Gambar 4.1. Grafik penentuan stokiometri senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$

Sebelum titik perpotongan kurva naik secara tajam, karena secara bertahap membentuk spesi senyawa koordinasi. Setelah melampaui titik potong absorbansi tidak begitu berubah, karena pada tahap ini seluruh titik ekuivalen 2,2'-bipiridin

telah terikat dengan besi(III). Dari hasil penentuan stokiometri diatas bahwa tiga ligan 2,2'-bipiridin dapat berikatan dengan satu logam besi(III). Oleh karena, ligan 2,2'-bipiridin merupakan ligan bidentat, maka senyawa kompleks antara besi(III) dengan 2,2'-bipiridin mempunyai rumus $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dan bilangan koordinasi ini berjumlah enam sehingga senyawa kompleks ini berstruktur oktahedral (Rahajeng, 1997).

4.2 Sintesis Senyawa Kompleks Inti Tunggal Besi(III)-Bipy

Pada sintesis senyawa kompleks inti tunggal besi(III)-bipy digunakan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan ligan 2,2'-bipiridin dengan komposisi 1:3, berdasarkan pada hasil stokiometri dengan metode perbandingan mol yang telah dilakukan sebelumnya. Dalam hal ini perbandingannya yaitu 1 mol $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 3 mol 2,2'-bipiridin. Perkiraan proses terbentuknya senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dapat ditunjukkan pada Gambar 4.2 .



Gambar 4.2. Proses pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$

Dalam sintesis ini kristal yang dihasilkan berwarna jingga, berbentuk persegi dengan berat sebesar 0,1529 gram yang ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Kristal senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dengan perbesaran 600x.

Terbentuknya kristal dibutuhkan waktu selama 1-2 minggu. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi pertumbuhan kristal yaitu pengadukan saat mencampurkan larutan logam dan ligan, serta kondisi udara disekitar larutan (Safarina, 2011). Kristal yang telah terbentuk kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui komponen kristal senyawa kompleks tersebut.

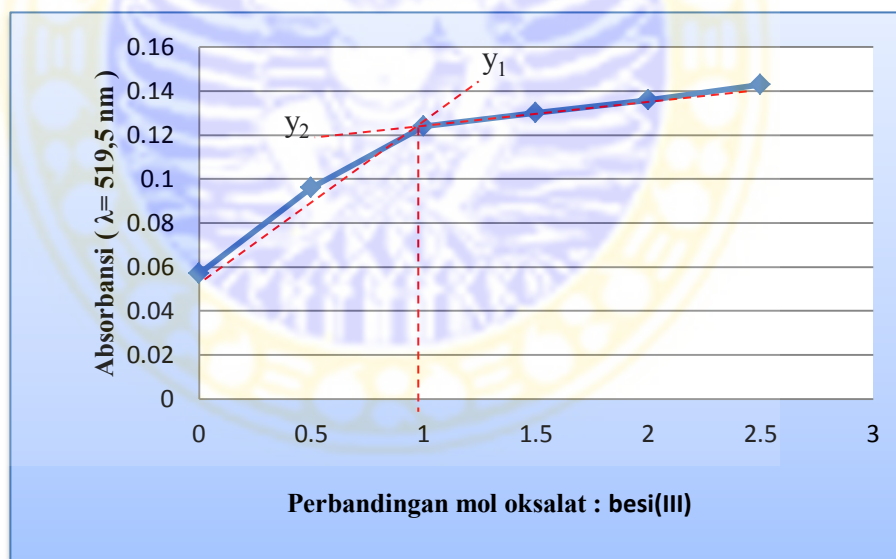
4.3 Penentuan Stokiometri Senyawa Komplek Inti Ganda Besi(III)-Bipy-Oksalat

Setelah mensintesis senyawa kompleks inti tunggal, maka dilanjutkan mensintesis senyawa kompleks inti ganda. Untuk dapat mensintesis senyawa kompleks inti ganda besi(III)-bipy-oksalat maka terlebih dahulu melakukan penentuan stokiometri antara logam besi(III), ligan 2,2'-bipiridin dan ligan oksalat. Penentuan stokiometri menggunakan metode perbandingan mol.

Dalam penentuan stokiometri kali ini konsentrasi besi(III) dan 2,2'-bipiridin serta ligan oksalat dibuat sama yaitu 10^{-2} M, namun volum yang berbeda sesuai dengan perbandingan yang telah ditentukan. Setelah selesai membuat larutan, kemudian menentukan panjang gelombang maksimum yang digunakan untuk

penentuan stokiometri senyawa kompleks inti ganda besi(III)-bipy-oksalat dengan perbandingan mol lalu diukur spektranya dengan cara ditumpuk (overlay). Dan panjang gelombang yang diperoleh sebesar 519,5 nm dengan larutan berwarna merah (tertera pada Lampiran 1.e).

Hasil dari metode perbandingan mol tersebut menjadi acuan dalam sintesis senyawa kompleks inti ganda. Hasil penentuan stokiometri besi(III)-bipy-oksalat tertera pada Lampiran 2.b. Dari data penentuan stokiometri yang telah dilakukan kemudian dibuat grafik antara perbandingan mol sebagai sumbu x terhadap absorbansi sebagai sumbu y. Grafik penentuan stokiometri yang ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4. Grafik penentuan stokiometri senyawa kompleks inti ganda.

Pada gambar tersebut diperoleh dua garis regresi linier y_1 sebesar $0,067x + 0,058$ dan y_2 sebesar $0,013x + 0,110$. Stokiometri senyawa koordinasi inti ganda besi(III)-bipy-oksalat ditentukan dari perpotongan dua buah garis regresi linier pada kurva tersebut. Perpotongan ke dua garis lurus pada kurva tersebut terletak

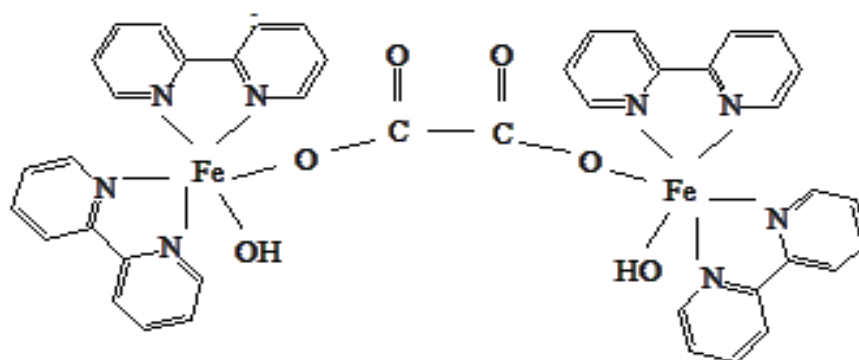
pada perbandingan mol oksalat : besi(III) sebesar 0,962 (perhitungan tertera pada Lampiran 2.b). Dengan demikian perbandingan mol oksalat : besi(III) = 1:1. Hal ini berarti satu ligan 2,2'-bipiridin yang terikat pada $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dapat digantikan dengan satu ligan oksalat. Satu mol ligan oksalat disini mampu mengikat dua logam besi(III), sehingga oksalat dapat berfungsi sebagai ligan jembatan dalam menjembati senyawa kompleks inti tunggal besi(III)-bipy untuk membentuk senyawa kompleks inti ganda. Sehingga rumus senyawa kompleks inti ganda dapat diperkirakan $[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^y$.

4.4 Sintesis Senyawa Kompleks Inti Ganda Besi(III)-Bipy-Oksalat

Seperti sintesis sebelumnya untuk dapat mensintesis senyawa kompleks inti ganda besi(III)-bipy-oksalat terlebih dahulu dilakukan penentuan stokiometri antara besi(III), ligan 2,2'-bipiridin dengan ligan oksalat. Ligan oksalat disini berfungsi sebagai ligan jembatan.

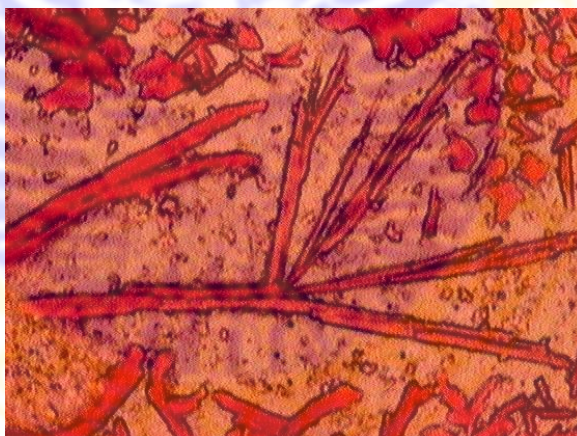
Berdasarkan penentuan stokiometri besi(III)-bipy-oksalat yang telah dilakukan sebelumnya maka, dapat dilakukan sintesis dengan perbandingan mol besi(III), 2,2'-bipiridin, oksalat adalah 2:4:1, dalam hal ini terdapat 2 mol logam besi(III), 4 mol ligan 2,2'-bipiridin, dan 1 mol ligan oksalat.

Adapun proses terbentuknya senyawa koordinasi inti ganda ini dapat diduga dengan reaksi sebagai berikut.



Gambar 4.5. Proses pembentuk senyawa kompleks inti ganda

Dalam sintesis ini kristal yang dihasilkan berwarna merah, berbentuk jarum dengan berat sebesar 0.199 gram yang ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Kristal senyawa kompleks inti ganda dengan perbesaran 600x

Terbentuknya kristal dibutuhkan waktu selama 1-2 minggu sama dengan pada pembuatan sintesis senyawa kompleks inti tunggal. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi pertumbuhan kristal yaitu pengadukan saat mencampurkan larutan logam dan ligan, serta kondisi udara disekitar larutan (Safarina, 2011). Kristal yang telah terbentuk kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui komponen kristal senyawa kompleks tersebut.

4.5 Karakterisasi Senyawa Kompleks Inti Ganda Besi(III)-Bipy-Oksalat

Untuk mengetahui karakterisasi senyawa kompleks inti ganda yang telah disintesis maka pada penelitian ini telah dilakukan analisis terhadap kristal yang terbentuk. Adapun analisisnya meliputi pengukuran spektra dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis, spektroskopi FT-IR, analisis kemagnetan, dan analisis daya hantar listrik (konduktometri).

4.5.1 Uji spektrofotometri UV-Vis

Perbandingan antara senyawa kompleks inti tunggal dan senyawa kompleks inti ganda pada penelitian ini dapat dilakukan dengan uji spektrofotometri UV-Vis. Uji spektrofotometri ini digunakan untuk mengetahui panjang gelombang suatu senyawa. Kristal yang terbentuk pada penelitian ini diukur panjang gelombang maksimumnya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada daerah panjang gelombang 200–700 nm.

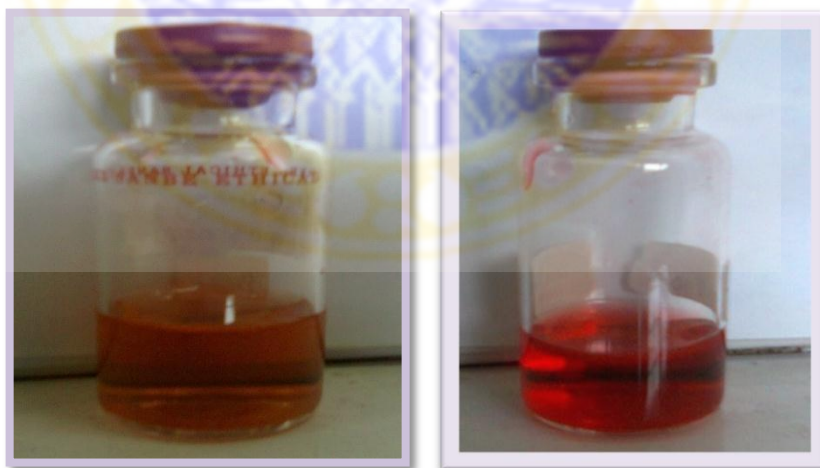
Pada uji dilakukan pengukuran logam besi(III) dari senyawa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ligan 2,2'-bipiridin, ligan jembatan oksalat, senyawa kompleks inti tunggal dan senyawa kompleks inti ganda yang tertera pada Lampiran 1a, 1b, 1c, 1f, dan 1g. Adapun hasil sintesis kedua senyawa yang diukur yaitu senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ $5 \cdot 10^{-4}$ M dan senyawa kompleks inti ganda $5 \cdot 10^{-5}$ M tertera pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Perbandingan spektrofotometri UV-Vis senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dengan senyawa kompleks inti ganda.

Senyawa	Panjang gelombang (nm)	Absorbansi
Senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$	494	0.348
Senyawa kompleks inti ganda	522,50	0,831

Dari data terlihat bahwa panjang gelombang maksimum dari kedua senyawa kompleks tersebut berbeda. Dengan demikian dapat diramalkan bahwa senyawa kompleks tersebut merupakan senyawa yang berbeda. Hal ini dikarenakan sebagian zat memiliki struktur elektron tertentu, sehingga dapat memberikan nilai panjang gelombang maksimum tertentu pula (Setyawati, 2007).

Dari data tersebut bisa dilihat terjadi kenaikan panjang gelombang maksimum yang signifikan antara senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dan senyawa kompleks inti ganda. Panjang gelombang senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ lebih kecil dari pada senyawa kompleks inti ganda. Senyawa kompleks inti tunggal memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 494 nm dengan warna komplementer yaitu warna jingga sedangkan senyawa kompleks inti ganda memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 522,50 nm dengan warna komplementer yaitu merah. Hal ini dapat ditunjukkan pada Gambar 4.



(a). Senyawa kompleks inti tunggal. (b). Senyawa kompleks inti ganda

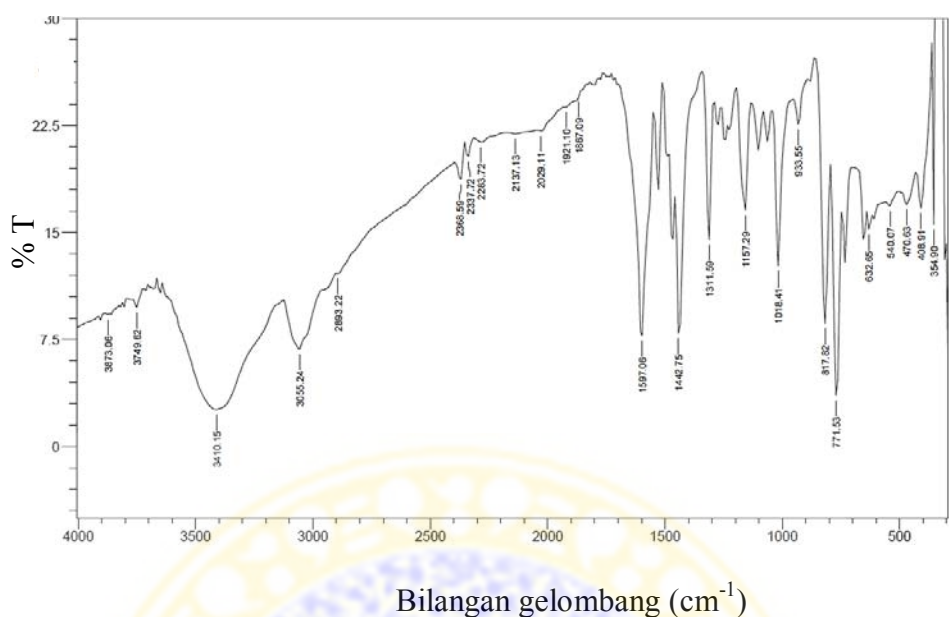
Gambar 4.7. Larutan hasil sintesis (a). senyawa kompleks inti tunggal dan (b). senyawa kompleks inti ganda.

Pada senyawa kompleks inti ganda panjang gelombangnya lebih panjang dari pada senyawa kompleks inti tunggal sehingga halangan rintangannya semakin kecil dan proses transisi elektronnya menjadi lebih mudah (Fessenden, 1992).

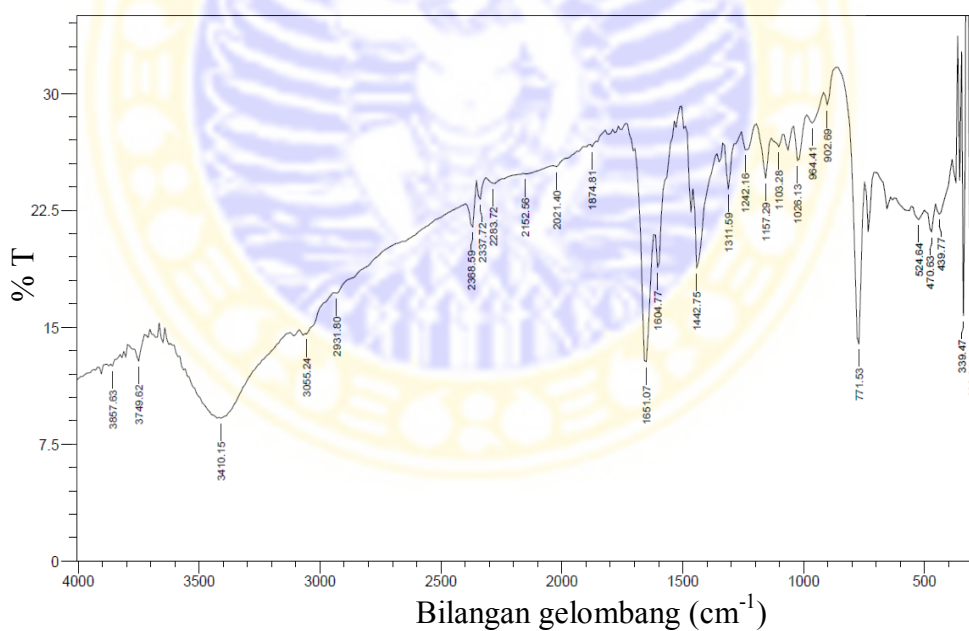
Adanya ikatan rangkap dua yang terkonjugasi pada gugus bipyridin, maka elektronnya akan semakin mudah tereksitasi. Hal ini dikarenakan dalam orbital molekul, elektron π dianggap terdelokalisasi oleh proses konjugasi, artinya elektron π dapat berpindah tempat di dalam molekul. Pengaruh delokalisasi ini menurunkan tingkat energi orbital π^* dan membuatnya kurang bersifat anti bonding (Hendayana, 1994). Akibatnya absorbansi maksimum akan bergeser ke panjang gelombang yang lebih besar (Rilyanti, dkk., 2008). Hal ini dapat disebabkan oleh perubahan pelarut dan auksokrom.

4.5.2 Uji spektroskopi FT-IR

Pada uji ini kristal hasil sintesis senyawa kompleks inti tunggal dan inti ganda yang telah terbentuk dianalisis dengan menggunakan uji spektroskopi FT-IR. Tujuannya ialah untuk mengetahui apakah rumus molekul yang terbentuk sudah sesuai ditinjau dari gugus-gugus fungsi yang saling berikatan antara logam dan ligan. Pada uji ini akan dilakukan perbandingan antara logam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ligan 2,2'-bipyridin, ligan jembatan oksalat, senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dan senyawa kompleks inti ganda. Spektrum FT-IR untuk ke lima senyawa tersebut dapat dilihat pada Lampiran 3a, 3b, 3c, 3d, dan 3e. Dari spektrum tersebut dapat diketahui hasil sintesis antara senyawa kompleks inti tunggal dan senyawa kompleks inti ganda sebagai berikut.

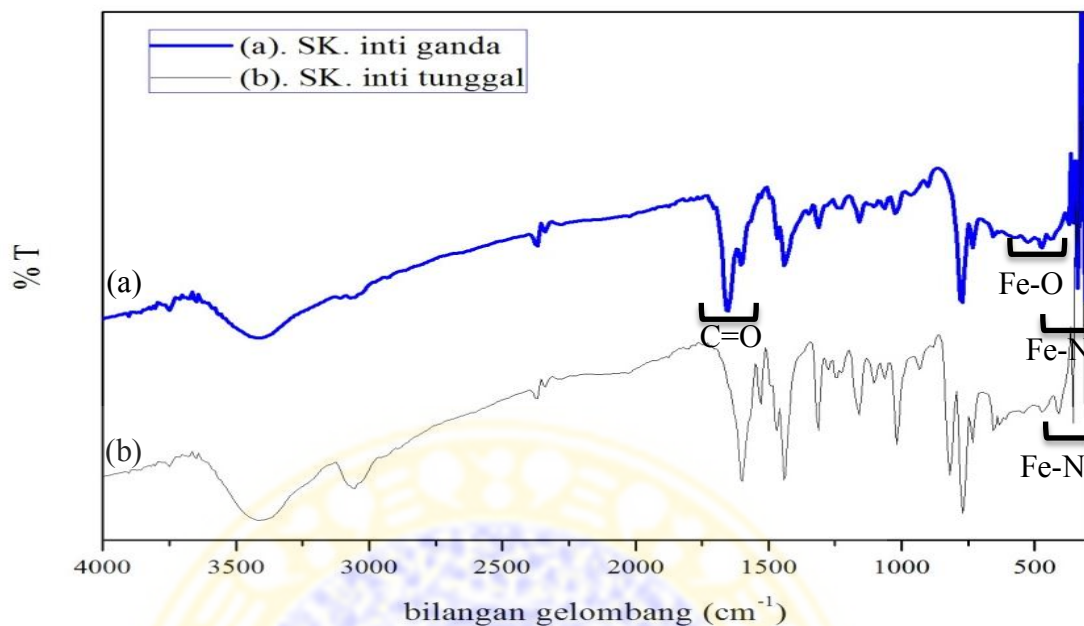


Gambar 4.8. Data hasil pengukuran FT-IR senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$



Gambar 4.9. Data hasil pengukuran FT-IR senyawa kompleks inti ganda.

Dari kedua gambar spektrum tersebut dapat dibuat perbandingan hasil sintesis antara senyawa kompleks inti tunggal dan senyawa kompleks inti ganda yang ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10. Spektra FT-IR (a). Senyawa kompleks inti ganda dan (b). Senyawa kompleks tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$

Dari spektrum tersebut terlihat puncak yang paling tinggi berada disekitar bilangan gelombang $3410,15 \text{ cm}^{-1}$. Puncak khas yang melebar pada bilangan gelombang $3410,15 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan bahwa terdapat gugus O-H pada senyawa kompleks inti tunggal dan senyawa kompleks inti ganda. Sesuai dengan hasil teoritis vibrasi O-H terletak pada bilangan gelombang $3000\text{-}3700 \text{ cm}^{-1}$. Sedangkan bilangan gelombang 3055 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi C-H yaitu secara teoritis pita C-H pada bilangan gelombang $3000\text{-}3300 \text{ cm}^{-1}$ (Fessenden, 1992).

Bilangan gelombang yang menunjukkan adanya pita C=O terdapat pada bilangan gelombang $1650\text{-}1800 \text{ cm}^{-1}$ sedangkan yang terdapat pada senyawa kompleks inti ganda ini muncul pada bilangan gelombang $1651,07 \text{ cm}^{-1}$. Secara teoritis vibrasi C=C aromatis ditunjukkan pada bilangan gelombang $1650 - 1550$

cm^{-1} , pada penelitian ini vibrasi C=C ditunjukkan pada bilangan gelombang 1597 cm^{-1} untuk senyawa kompleks inti tunggal dan 1604,77 cm^{-1} untuk senyawa kompleks inti ganda (Pavia, 2001).

Vibrasi C=N menunjukkan karakteristik ikatan yang kuat pada daerah bilangan gelombang 1471,69 cm^{-1} dan 1442,75 cm^{-1} (Rilyanti, 2008). Pada senyawa kompleks inti tunggal dan inti ganda vibrasi C=N ditunjukkan pada bilangan gelombang 1442,75 cm^{-1} . Vibrasi C-N secara teoritis muncul pada serapan 1000-1350 cm^{-1} , pada senyawa kompleks inti tunggal dan ganda vibrasi C-N muncul pada bilangan gelombang 1311,59 cm^{-1} . Frekuensi vibrasi C-C untuk alkana muncul pada serapan bilangan gelombang 1100-1200 cm^{-1} (Pavia, 2001). Pada senyawa kompleks inti tunggal dan ganda ditunjukkan pada bilangan gelombang 1157,29 cm^{-1} . Pita C-O terletak pada bilangan gelombang 1260-1000 cm^{-1} , pada senyawa kompleks inti ganda yang berikatan dengan ligan oksalat terdapat pada bilangan gelombang 1242 cm^{-1} (Pavia, 2001).

Alkil halida yang diperkirakan atom -Cl dari logam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ juga terdapat pada senyawa kompleks inti tunggal dan ganda dengan bilangan gelombang 771,53 cm^{-1} sesuai dengan teoritis C-Cl terdapat pada bilangan gelombang 785-540 cm^{-1} (Pavia, 2001). Pada panjang gelombang 524,64 cm^{-1} muncul pita Fe-O yang berarti ligan oksalat terikat pada Fe untuk senyawa kompleks inti ganda. Hal ini sesuai dengan literatur yang menyebutkan bahwa vibrasi logam dengan gugus O dari ligan akan muncul pada bilangan gelombang 600-400 cm^{-1} (Nakamoto, 2009).

Secara teoritis vibrasi serapan untuk Fe-N dari ligan 2,2'-bipiridin muncul pada bilangan gelombang antara 300-390 cm^{-1} (Nakamoto, 2009). Fenomena ini dapat dijelaskan bahwa ligan yang terikat pada masing-masing senyawa kompleks tidak mutlak kekuatannya dalam menggeser ligan agar berpasangan untuk membentuk low spin atau high spin. Sehingga vibrasi Fe-N pada sintesis ini muncul diantara daerah bilangan gelombang high spin dan low spin yaitu sebesar 354,90 cm^{-1} untuk senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dan sebesar 339,47 cm^{-1} untuk senyawa kompleks yang diduga $[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^y$.

4.5.3 Uji kemagnetan

Pada uji ini kristal hasil sintesis senyawa kompleks inti tunggal dan inti ganda akan diukur momen magnetnya. Dalam mengukur sifat kemagnetan suatu senyawa dapat digunakan alat *magnetik susceptibility balance* (MSB). Analisis perhitungan momen magnet untuk kedua senyawa hasil sintesis terdapat pada Lampiran 4a dan 4b. Adapun hasil perbandingan hasil sintesis senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dan senyawa kompleks inti ganda yang diduga $[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^y$ yang tertera pada Tabel 4.2.

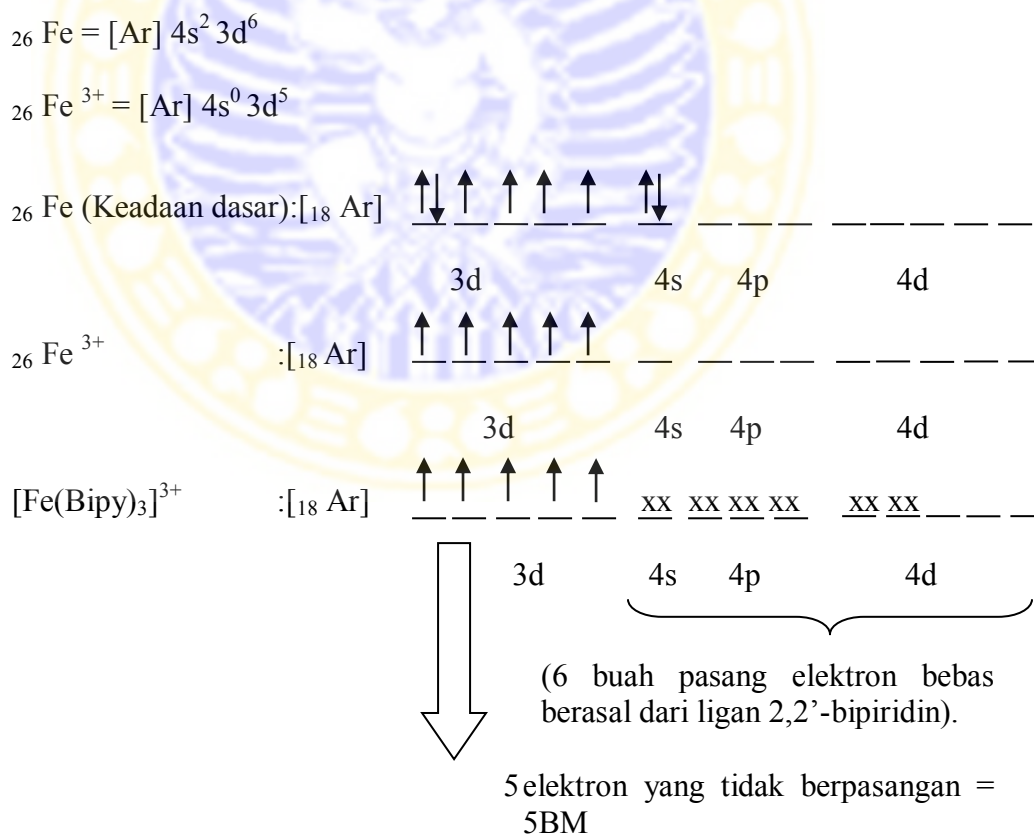
Table 4.2 Perbandingan hasil sintesis senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ dan senyawa kompleks ganda.

Senyawa	Momen magnet (BM)
$[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$	5,26
$[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^y$ *)	6,29

*diduga berdasarkan hasil karakterisasi.

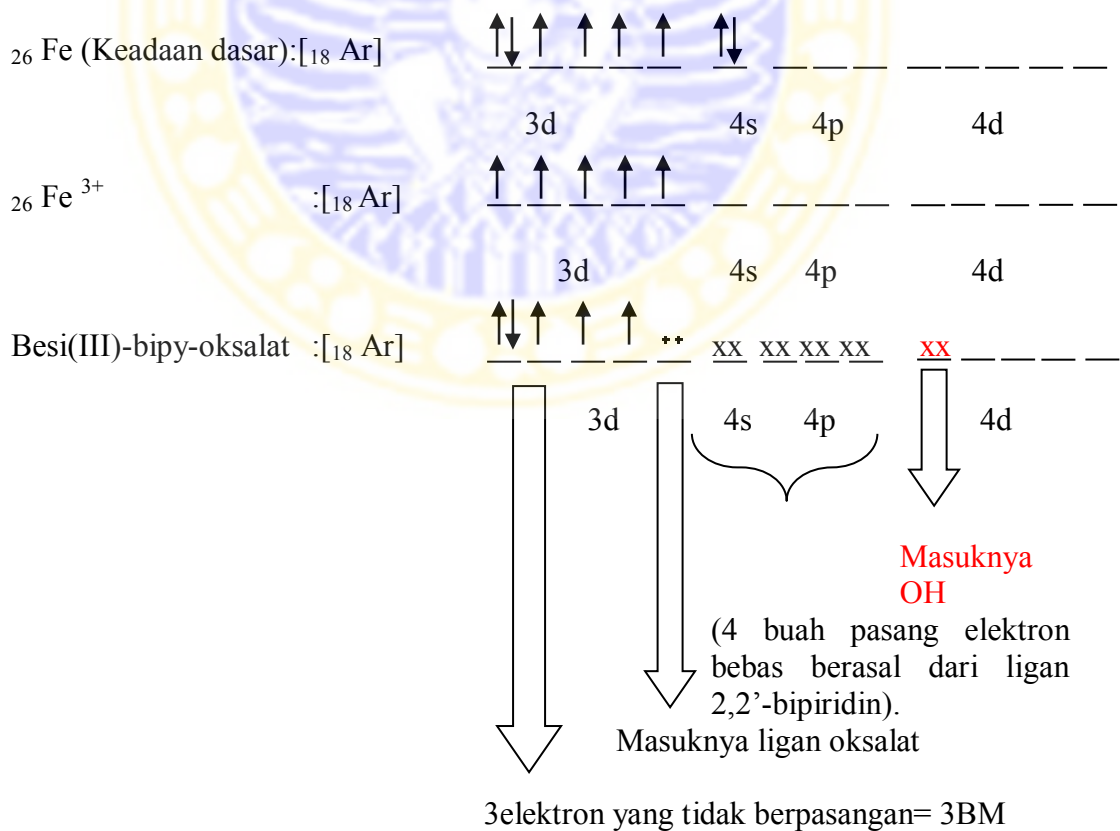
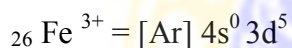
Berdasarkan data diatas terlihat bahwa hasil sintesis senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ memiliki momen magnet sebesar 5,26 *Bohr Magneton* (BM) ini menunjukkan bahwa terdapat lima elektron yang tidak berpasangan. Nilai ini lebih

kecil dari nilai momen magnet besi(III) secara teoritis sebesar $5,9 \text{ Bohr Magneton}$ (BM) hal ini dapat disebabkan karena adanya faktor koreksi diamagnetik (Huheey dan Keither, 1993). 2,2'-bipiridin merupakan ligan kuat, seharusnya bisa mendesak elektron pada orbital d besi untuk berpasangan. Namun kenyataannya tidak demikian. Hal ini bisa dijelaskan bahwa meskipun 2,2'-bipiridin termasuk ligan kuat tetapi bentuk molekul 2,2'-bipiridin besar sehingga pasangan elektron bebas dari ligan lebih memilih masuk pada outer orbital atom pusat (Setyawati, 2010). Hal ini juga dapat dijelaskan dengan mengambarkan prediksi diagram orbitalnya pada teori ikatan valensi selama proses pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{Bipy})_3]^x$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11. Prediksi diagram senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{Bipy})_3]^x$

Senyawa kompleks inti ganda memiliki nilai momen magnet yang lebih besar yaitu 6,29 *Bohr Magneton* (BM) sehingga senyawa ini bersifat paramagnetik dan mempunyai spin tinggi. Ini menunjukkan bahwa terdapat enam elektron yang tidak berpasangan yang berasal dari dua ion besi(III) pada sampel senyawa inti kompleks inti ganda yang dihasilkan dan jika disederhanakan maka terdapat tiga elektron yang tidak berpasangan pada masing-masing ion besi(III). Hal ini juga dapat dijelaskan dengan mengambarkan prediksi diagram orbitalnya pada teori ikatan valensi selama proses pembentukan senyawa kompleks inti ganda yang ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12. Prediksi diagram senyawa kompleks inti ganda

Pada senyawa kompleks inti ganda kekuatan ligan bipyridin untuk mendesak elektron agar berpasangan terhalang oleh adanya ligan oksalat dan OH yang memiliki kekuatan yang lebih lemah sehingga ligan 2,2'-bipyridin dapat digantikan oleh satu ligan oksalat dan ligan OH. Ligan oksalat dapat terikat pada sisi yang berdekatan ataupun yang berjauhan karena bisa mengurangi adanya halangan rintang molekul (faktor sterik) sehingga senyawa yang terbentuk lebih stabil. Disamping itu karena jumlah ligan yang terikat banyak sehingga faktor halangan rintang pada senyawa inti ganda ini juga lebih besar. Hal ini juga dapat menunjukkan bahwa oksalat dapat berfungsi sebagai ligan jembatan (Setyawati, 2007).

Kemagnetan senyawa kompleks inti ganda lebih besar dari senyawa kompleks inti tunggal dapat dikarenakan adanya faktor atom pusat yang lebih dari satu dan kontribusi ligan.

4.5.4. Uji konduktometri

Pada uji konduktometri kristal hasil sintesis senyawa kompleks inti tunggal dan inti ganda akan diukur daya hantar listriknya dengan membandingkan muatan kation dan anionnya.

Sedangkan larutan standar yang digunakan yaitu larutan KCl sebagai standar muatan +1, larutan $MgCl_2$ sebagai standar muatan +2 dan larutan $FeCl_3$ yang merupakan standar muatan +3. Seluruh larutan memiliki konsentrasi $2 \cdot 10^{-3}$ M dan hantarnya diukur pada suhu ruang. Hantaran molar larutan senyawa kompleks inti tunggal $[Fe(Bipy)_3]^x$ dan senyawa kompleks inti ganda $[(OH)(bipy)_2Fe(Ox)Fe(bipy)_2(OH)]^y$ tertera pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Data hantaran molar senyawa kompleks inti tunggal dan inti ganda serta beberapa senyawa pembanding.

Rumus Senyawa	Harga konduktifitas (μ_s)	Prediksi Tipe Elektrolit
KCl dalam aquabides	292	1:1
MgCl ₂ dalam aquabides	388	2:1
FeCl ₃ dalam aquabides	912	3:1
Besi(III)-bipy	812	3:1
Besi(III)-bipy-oksalat	1497	6:1

Dengan membandingkan daya hantar molar larutan sampel dengan larutan standar, terlihat bahwa sampel larutan antara senyawa kompleks inti tunggal dan inti ganda memiliki daya hantar hasil sintesis yang berbeda. Senyawa kompleks besi(III)-2,2'-bipiridin pada prediksi tipe elektrolit dengan perbandingan muatan kation : anion = 3:1. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks inti tunggal ini memiliki muatan kation + 3, sehingga rumus senyawa kompleks inti tunggal yaitu $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^{3+}$.

Dari tabel diatas daya hantar molar larutan sampel senyawa kompleks inti ganda yang diduga $[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^y$ diperkirakan pada prediksi tipe elektrolit perbandingan muatan kation : anion = 6 : 1. Ini dikarenakan hasil konduktansi hampir dua kali dari hasil konduktansi senyawa kompleks inti tunggal. Hal ini juga didukung oleh penelitian sebelumnya yang telah berhasil mensintesis senyawa kompleks inti ganda dengan menggunakan logam besi(III) yang mana muatannya lebih dari +3. Penelitian yang telah berhasil dilakukan $[(\text{H}_2\text{O})(\text{phen})_2\text{Fe}(\text{CNS})\text{Fe}(\text{phen})_2(\text{H}_2\text{O})]$ dengan muatan +5 (Setyawati, 2007).

Dengan demikian dapat diperkirakan rumus senyawa kompleks inti ganda yaitu $[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^{6+}$.

4.5.5. Aplikasi material magnetik

Dari pembahasan sebelumnya dapat dilihat bahwa karakterisasi kemagnetan senyawa kompleks inti ganda meningkat dari senyawa kompleks inti tunggal yaitu 5,26 *Bohr Magneton* (BM) untuk senyawa kompleks inti tunggal dan 6,29 *Bohr Magneton* (BM) untuk senyawa kompleks inti ganda. Hal ini membuktikan bahwa senyawa kompleks inti ganda besi(III)-bipy-oksalat memiliki sifat kemagnetan yang tinggi. Momen magnet yang besar dan bersifat paramagnetik ini dapat menunjukkan bahwa senyawa kompleks inti ganda hasil sintesis dapat digunakan sebagai bahan *contrast agent* sesuai dengan syarat senyawa kompleks yang bisa dijadikan *contrast agent* adalah memiliki sifat kemagnetan tinggi (Toma, dkk., 2005).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Sintesis senyawa kompleks inti tunggal besi(III)-bipy diperoleh berdasarkan perbandingan mol besi(III): 2,2'-bipiridin= 1:3. Sedangkan sintesis senyawa kompleks inti ganda besi(III)-bipy-oksalat diperoleh berdasarkan perbandingan mol besi(III): 2,2'-bipiridin: oksalat= 2:4:1.
2. Hasil analisis spektrofotometri UV-Vis diperoleh nilai panjang gelombang maksimum sebesar 522,5 nm dengan absorbansi sebesar 0,831. Spektrum FT-IR senyawa ini menunjukkan adanya vibrasi Fe-N dari ligan 2,2'-bipiridin, vibrasi ulur C=O dari ligan oksalat, vibrasi C-O dari ligan oksalat yang berinteraksi dengan besi, vibrasi Fe-O dari ligan oksalat yang berikatan dengan logam besi. Analisis kemagnetan dengan *Magnetic Susceptibility Balance* (MSB) diperoleh harga momen magnet sebesar 6,29 *Bohr Magneton* (BM) yang berarti senyawa kompleks inti ganda bersifat paramagnetik. Analisis konduktometri menunjukkan bahwa senyawa kompleks inti ganda bermuatan +6, sehingga diduga rumus senyawa kompleks inti ganda adalah $[(OH)(bipy)_2Fe(Ox)Fe(bipy)_2(OH)]^{6+}$.

5.2 SARAN

1. Penelitian sintesis senyawa kompleks inti ganda masih perlu dikembangkan dan diteliti terutama pada logam-logam transisi dengan menggunakan ligan yang berbeda dan mengenai manfaat senyawa kompleks inti ganda hasil sintesis, sehingga senyawa ini dapat dikembangkan penggunaannya dibidang yang lain, seperti industri.
2. Perlu diadakan penelitian lebih lanjut seperti ESR untuk kemagnetan kerana aplikasinya berhubungan dengan material magnetik serta analisis difraksi kristal tunggal yang dilanjutkan dengan XRD kristalografi untuk mengetahui struktur senyawa kompleks inti ganda hasil sintesis.

DAFTAR PUSTAKA

- Adediji, J., Obaleye, J., Adediran, G., Adebayo, M., dan Olayinka, E., 2009, **Fe(III) Complex of Mefloquine Hydrochloride : Synthesis, Antimicrobial and Toxicological**, *Journal Of Biotechnology*, Vol. 8 (21), hal. 5891-5896
- Amani, V., Safari, N., Nothasi, B., dan Reza, H., 2009, **Synthesis, Characterization and Crystal Structure Determination of Iron(III) Complexes Containing 4,40-Dimethyl-2,20-Bipiridine, Dimethyl Sulfoxide and Chloride, [Fe(Dmbipy)Cl₄][Dmbipyh] and [Fe(Dmbipy)Cl₃(DMSO)]**, *Journal Of Coordination Chemistry*, Vol. 62, hal.12
- Atkins dan Shiver.2010. *Inorganic Chemistry.Oxford*, 5thedition, Oxford University Press, hal. 230
- Candra, E, S, 2008, **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Koordinasi dari Ion Logam Cu²⁺ dengan Ligan Isokuinolin dan Ion Koordinasi [Co(SCN)₆]⁴⁻**, *Skripsi*, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Malang
- Chan, K., dan Wong, W., 2007, **Small Molekular Gadolinium(III) Complexes As MRI Contrastt Agents for Diagnostic Imaging**, *Coordination Chemistry Reviews*, Vol. 251, hal. 2428–2451
- Cotton F.A. Wilkinson G; dan Paul L. Gauss, 1995, *Inorganic Chemistry*. 3rd edition. John Willey And Sons Inc. New York.
- Effendi, 2007, *Tata Nama Senyawa Koordinasi*, Jilid I, Bayu Media Publishing, Malang, hal. 2-21
- Ferrere, S., 2001, **New Photosensitizers Based Upon [Fe(III)(L)₂(Cn)₂] and [Fe(II)l₃],Where L Is Substituted 2,2'-Bipiridine**, *Inorganica Chimica Acta*, 329, hal.79-92
- Fessenden, R., and Fessenden, J.,1992, *Kimia Organik*, edisi ketiga, Erlangga, Jakarta
- Fujino, T., Hoshino, Y., Igarashi, S., Masuda, y., dan Yukawa, Y.,2004, **Preparation, structures and properties of oxalate-bridged binuclear iron(III) complex: [(acac)₂Fe(μ-ox)Fe(acac)₂] and [(acac)₂Fe(μ-ox)Fe(acac)₂]. CH₂ClCH₂Cl**, *Inorganica Chimica Acta*, vol.357, hal:11-18

- Gerland, C., Joseph, W., Nibler, David, P., dan Shoemaker, 2003, *Experiment in physical Chemistry*, 7th edition, The MC Graw-Hill, New York, hal.228
- Gupta .A.K Dan Gupta M, 2004, **Synthesis and Surface Engineering of Iron Oxide Nanoparticles For Biomedical Applications**, *Biomaterials*, hal.3995-4021
- Housecroft, C dan Sharpe A, 2005, *Inorganic Chemistry*, 2nd edition, England
- Huheey.J., and Keither, R., 1993, *Inorganic Chemistry*, 4th Edition, Hamper Collies College Publisher, New York
- Illiya, W., 2011, **Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Logam Kobalt(II) Dengan 2-Feniletilamin**, *Prosiding Tugas Akhir*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya
- Janes, R., dan Moore, E., 2004, *Metal-Ligan Bonding*, The Open University Walton Hall, Milton Keynes, hal. 33-43
- Jia, Li W, Ju Z., dan Zhang J., 2006, **Synthesis, Crystal Structure and Magnetic Propertis of an Oxalate-bridge diiron(III) complex [Fe(II)(salapn)]₂(C₂O₄)**. *Jurnal of Molecular Structure*, Vol. 833, hal.49-52
- Jolly, W., 1991, *Modern Inorganic Chemistry*, 2nd edition, Mcgraw-Hill Inc, New York.
- Kazanci, N dan Yurt, A., 2008, **Investigation of Magnetik Properties of Various Complexes Prepared As Contrastt Agents For MRI**, *Journal of Molekular Structure* ,Vol. 892, hal.392–397
- Krishnaveni, J., 2009, **Synthesis And Characterization of Binuclear Fe(III) Chelates of 2,4-Dihydroxy-5-Acetylacetophenonedioxime**, *Chalcogenide Letters*, india, Vol. 6, No. 11, hal: 605 – 610
- Kun Sri Budiasih, A. K. Prodjosantoso dan Septiyantinur, 2011, **Besi (II) dan Besi (III) Askorbat: Sintesis dan Prospek Biofungsi Sebagai Suplemen Anti Anemia**, *Prosiding Seminar Nasional Kimia*, Yogyakarta, Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta
- Laurence, G., 2010, *Introduction to Coordination Chemistry*, University of Newcastle, Callaghan, NSW, Australia, hal. 1

- Lee, J., 1994, *Concise Inorganic Chemistry, 4th Edition*, Chapman And Hall, London
- Mackay, K., Mackay, R., dan Henderson, W., 2002, *Introduction To Modern Inorganic Chemistry, 6th Edition*, New Zealand. Departemen Chemistry University Of Waikato Hamillton, hal.333-336
- Magway, 2005, *Magnetic Susceptibility Balance: Instructional Manual Sherwood Scientific LTD*, England.
- Marcos, F., Telxeira, Aniceto, dan Orlando, C., 1998, **Ion Selective Electrode for The Determination of Iron(III) In Vitamin Formulation**, *J. Braz. Chem. Soc.*, Vol. 9, No. 5, hal. 506-510
- Martak, F., 2009, **Studi Struktur Kompleks Ligan Karboksilat**, *Disertasi*, Institut Teknologi Bandung
- Martak, F., Onggo, D., Ismunandar, dan Bijaksana, S., 2005, **Sintesis Koordinasi Fe(II)-Cr(III) Oksalat**, *Prosending Skripsi, SK-091304*, Bandung, Departemen Kimia MIPA, ITB Dan Departemen Fisika MIPA, ITB.
- Martak, F., Onggo, D., Ismunandar, Nugroho, A.A., Mufti, N., dan Yamin, B.M., 2009, **Synthesis and Characterization of a Bimetalic Oxalate-Based Magnetic $[N(C_4H_9)_4] [MnCr(C_2O_4)_3]$** , *Current Research in Chemistry*, 1(1), hal.1-7
- Martak Dan Elmila, 2011, **Peningkatan Sifat Magnetik Koordinasi Inti ganda Oksalat $[N(C_4H_9)_4] [MnCr(C_2O_4)_3]$ dengan Menggunakan Kation Organik Tetrabutyl Amonium**, *Prosending Skripsi, SK-091304*, Surabaya, Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam ITS
- Nakamoto, 2009, *Infrared And Raman Spectra Of Inorganic And Coordination Compounds*, 6th edition, Canada. hal.74-79
- Pavia, D., Lampman, G., dan Kriz, G., 2001, *Introduction to Spectroscopy*, 3rd edition, America, hal: 13-82
- Putri, D., 2010, **Pengaruh Kation Organik Pada Koordinasi Inti ganda $[A] [Mn(II)Fe(III)(Ox)_3]$, $A=[N(N-C_4H_9)_4]^+$ Atau $[N(N-C_5H_{11})_4]^+$** , *Skripsi*, Surabaya, Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam ITS
- Rahadjeng, S., 1997, **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Koordinasi Inti Ganda Krom(III)-Polipiridil dengan Ligan Jembatan 4,4'-Bipiridin dan Pirazin**, *Tesis*, program pascasarjana UI

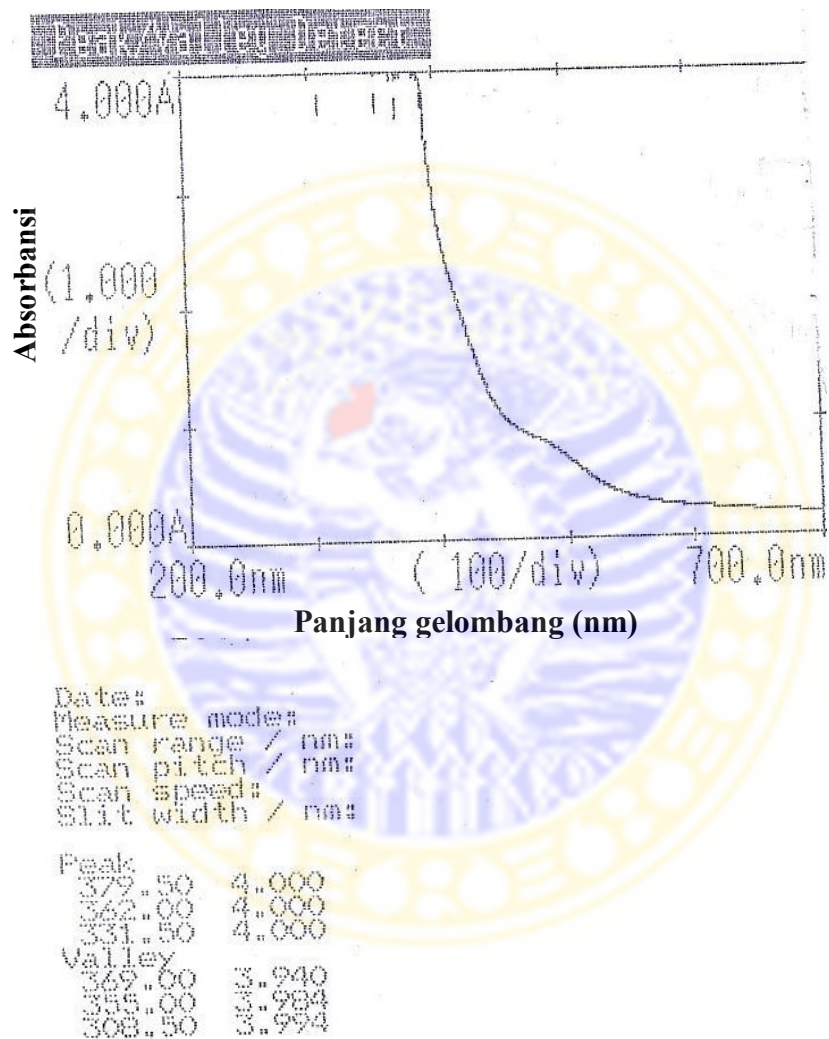
- Rahardjo, S., Wahyuningsih, S., Prasasty, V., 2007, **Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Dikhloropentasetatbesi(III) Klorida.nhidrat (N = 0 , 1 , 2, atau 3)**, *jurnal*, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta, Vol. 17, No. 1, hal: 48-53
- Reinoso, S., Vitoria, P., Juan M, Gutierrez-zorrilla, Lezama, L., Felices, L., dan Beitia, J., 2005, **Inorganic-Metal organik Hybrids Based on Copper (II)- Monosubstituted Keggin Polyanions And Dinuclear Copper (II)-Oksalat Complex. Synthesis, X-Ray Struktural Characterization And Magnetik Properties**, *Inorganic chemistry*, Vol. 44(26), hal. 973-9742
- Rilyanti, M., Sembiring, Z, R.A. Tri H., Dan Em Subki., 2008, **Sintesis Senyawa Koordinasi Cis-[Co(Bipy)₂ (Cn)₂] dan Uji Interaksinya dengan Gas NO₂ Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis Dan IR**. *Prosiding seminar Nasional Sains dan Teknologi-II 2008*, Bandar Lampung, Jurusan Kimia Fmipa Universitas Lampung
- Robinson, J., Frame, E., Frame II, G., 2005, *Undergraduate Instrumental Analysis*, 6th edition, the Taylor & Francis e-Library
- Saebo, K., 2004, **Degradation, Metabolism and Relaxation Properties of Iron Oxide Particles For Magnetik Resonance Imaging**, *Ph.D. Thesis*, Uppsala University
- Safarina, N., 2011, **Sintesis Senyawa Kompleks Ion Logam Mn(II) dengan Ligan 2-Feniletilamin**, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya
- Samir, M., Wael A., E., Yasser M., Wael A., dan Yasser M., 2011, **Magnetized Water And Saline As A Contrast Agent to Enhance MRI Images**, *Life Science Journal*, Volume 8, Issue 1
- Setyawati, H., 2007. **Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Koordinasi Inti Ganda Besi(III)-Fenantrolin Menggunakan Ligan Jembatan CNS**, *skripsi*, Universitas Airlangga, Surabaya
- Setyawati, H., 2010, **Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Besi(III)-EDTA**, *Prosiding Seminar Nasional Sains*, Jurusan Kimia ITS Surabaya
- Simamora, 1997, **Studi Pengompleksan Co(II) dan Mn(II) Dengan Ligan 1,10-Fenantolin, 4,7-Dimetil Fenantolin dan Sianida, Sintesis dan Karakterisasi**, *Thesis*, Jakarta, Universitas Indonesia.
- Sugiyarto, 2011, *Dasar-Dasar Kimia Anorganik Transisi, Edisi Pertama* Yogyakarta, Graha Ilmu. hal.69-17

- Svehla, G., 1996, *Vogel : Qualitative Inorganic Analysis*, formerly Professor of Analytical Chemistry, University College, Cork, hal.133
- Toma, A., Otsuji, E., Okamoto, Y., Ichikawa, D., Hagiwara, A., Ito, H., Nishimura, T., dan Yamagishi, H., 2005, **Monoclonal Antibody A7-Superparamagnetic Iron Oxide As Contrast Agent of MR Imaging of Rectal Carcinoma**, *Br J Cancer*, Vol. 93(1), hal.131-136.
- Tsai, Z., Wang, ., Kuo, H., Ruishen, C., Wang, J., dan Yen, T., 2010, **In Situ Preparation of High Relaxivity Iron Oxide Nanoparticles By Coating With Chitosan: A potential MRI Contrast Agent Useful For Cell Tracking**. *Journal Of Magnetism And Magnetic Materials* , Vol.322, hal. 208–213
- Vogt, P., dan Tanjaja, N., 2004, **Heterobimetallic Gadolinium(III)–Iron(III) Complex of DTPA-bis(3-hydroxytyramide)**, *Journal of Alloys and Compounds*, hal.325-329
- Yan, G., Robinson, L., dan Hogg, P., 2007, **Magnetic Resonance Imaging Contrast Agents: Overview and Perspectives** , *Journal of Radiography*, Vol. 13

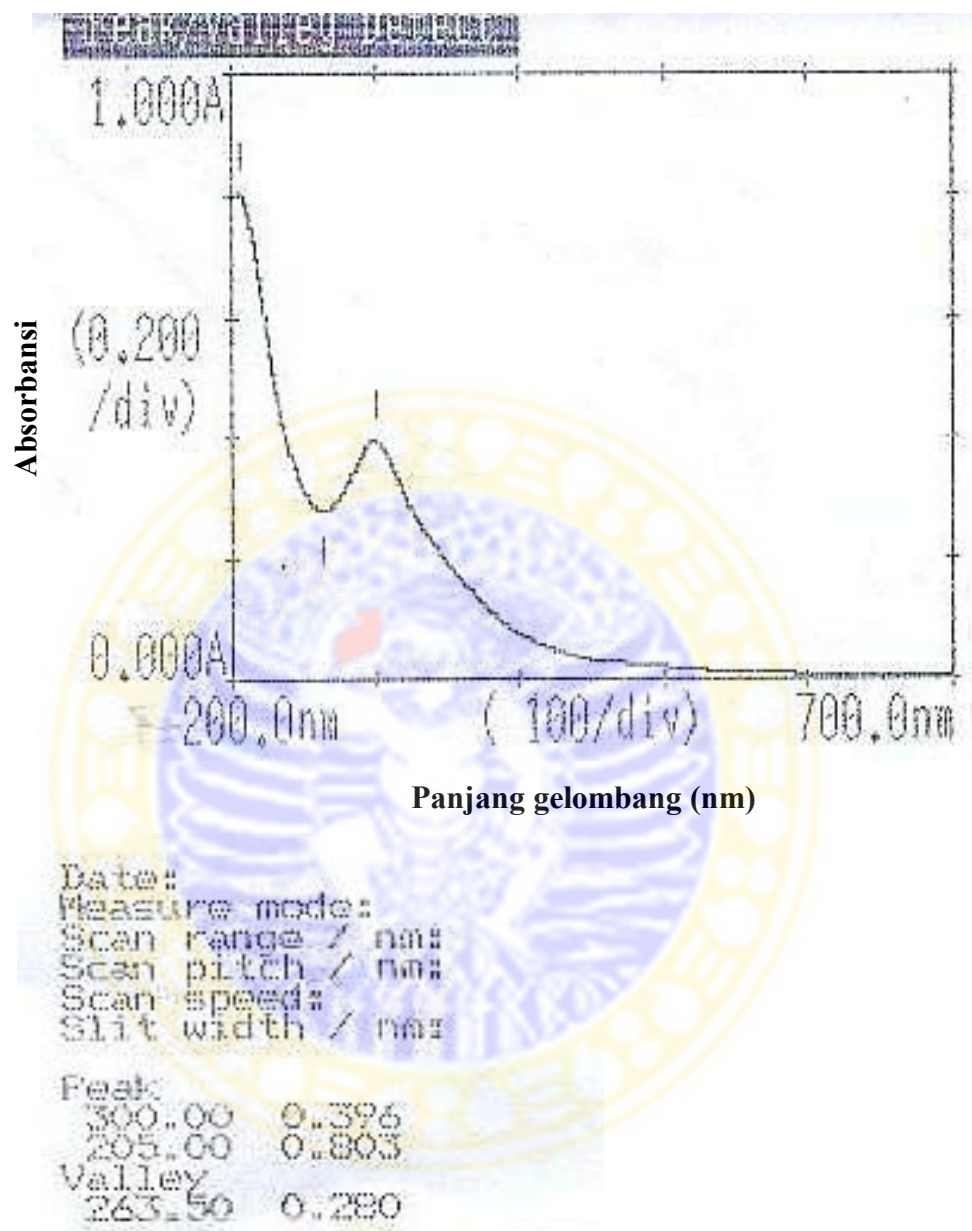
LAMPIRAN
Lampiran 1
Spektrum UV-Vis

Lampiran 1.a

- Spektrum logam besi(III) 10^{-2} M di daerah 200 – 700 nm.

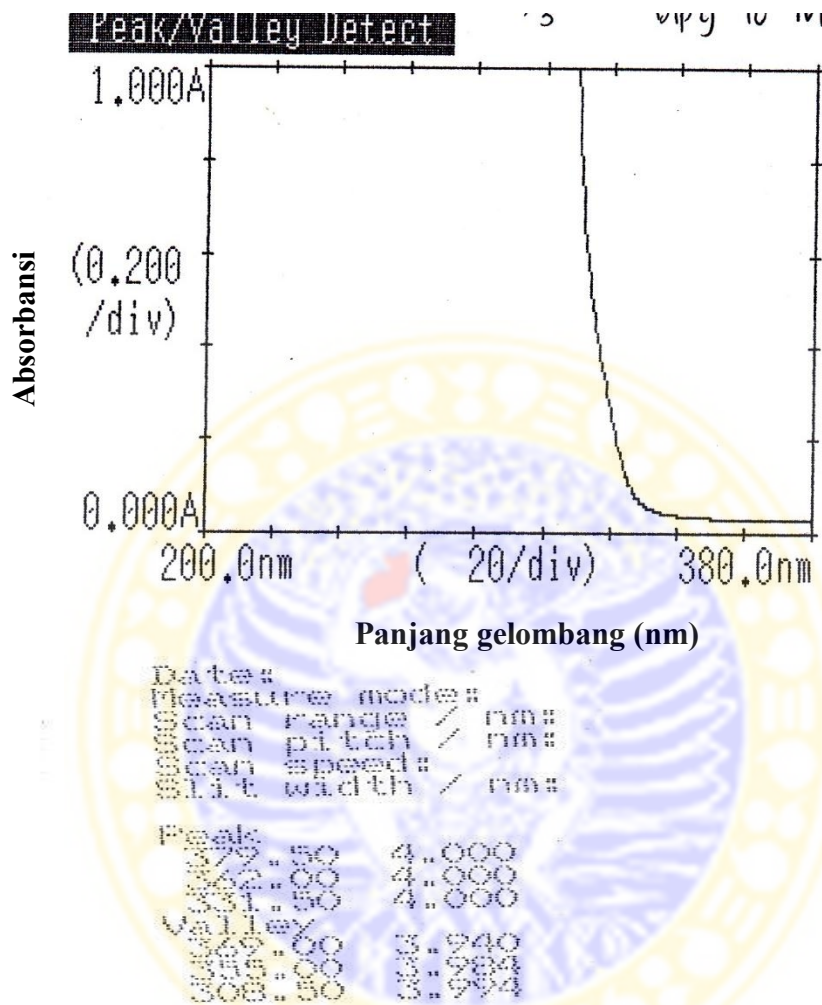


- Spektrum logam besi(III) 10^{-4} M di daerah 200 – 700 nm.

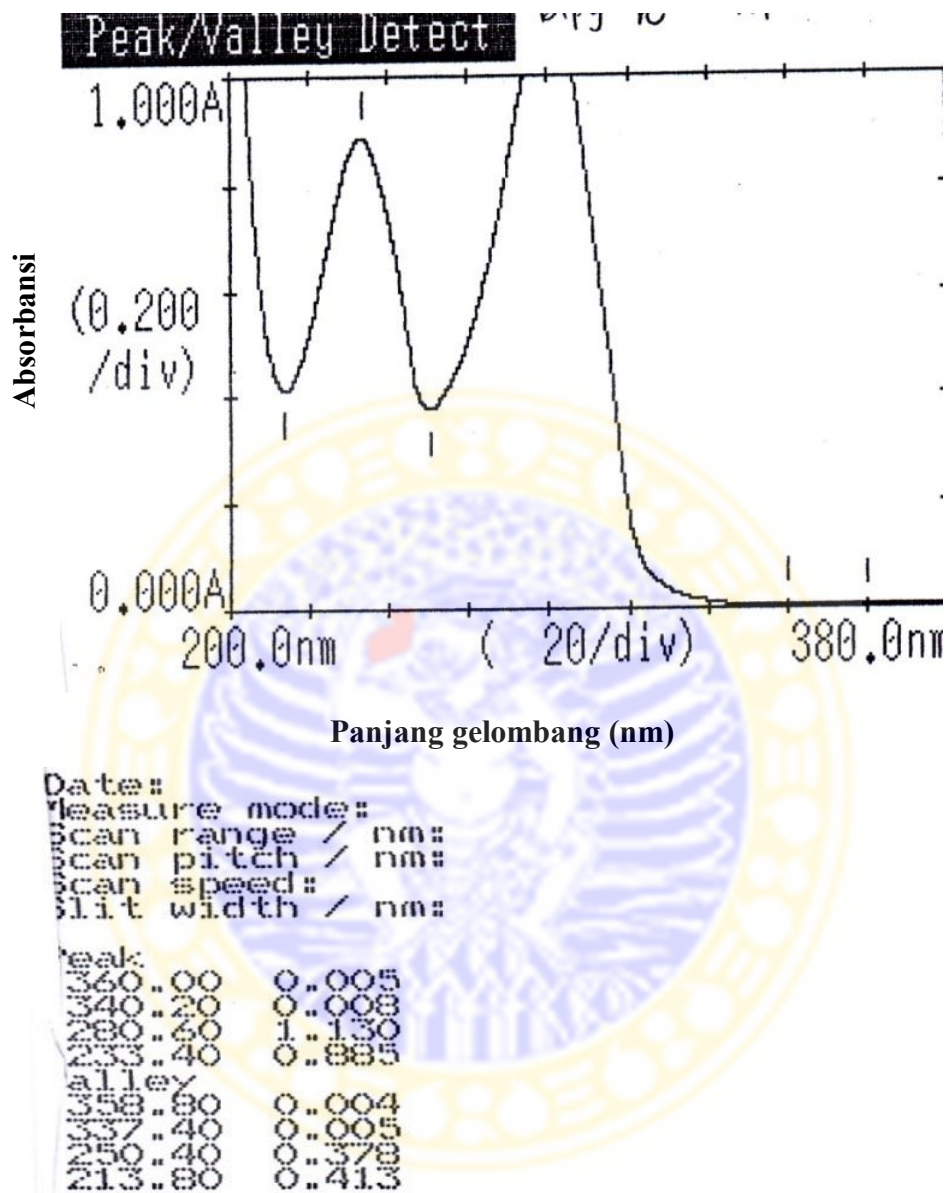


Lampiran 1.b

- Spektrum ligan 2,2'-bipiridin 10^{-2} M di daerah 200 – 700 nm.

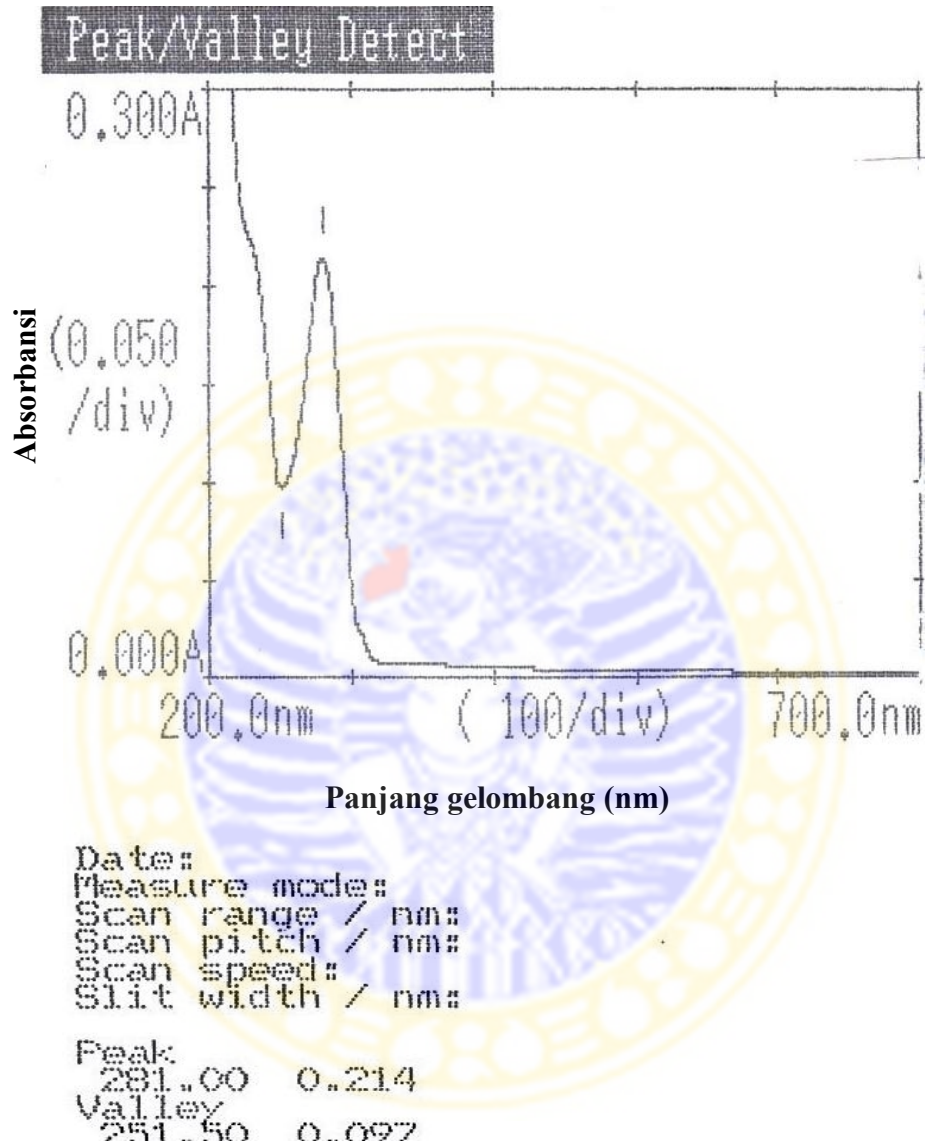


- Spektrum ligan 2,2'-bipiridin 10^{-4} M di daerah 200 – 700 nm.



Lampiran 1.c

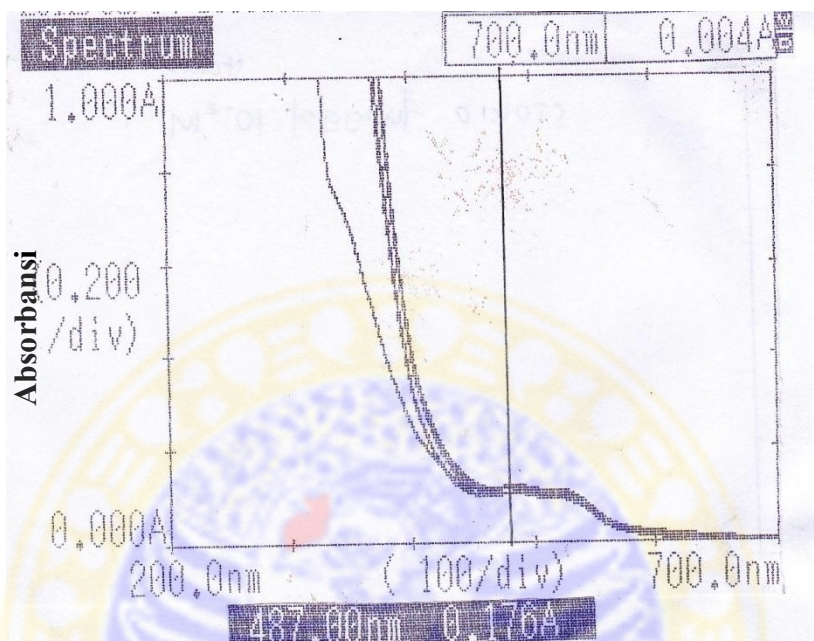
- Spektrum ligan jembatan oksalat 10^{-2} M di daerah 200 – 700 nm



Lampiran 1.d

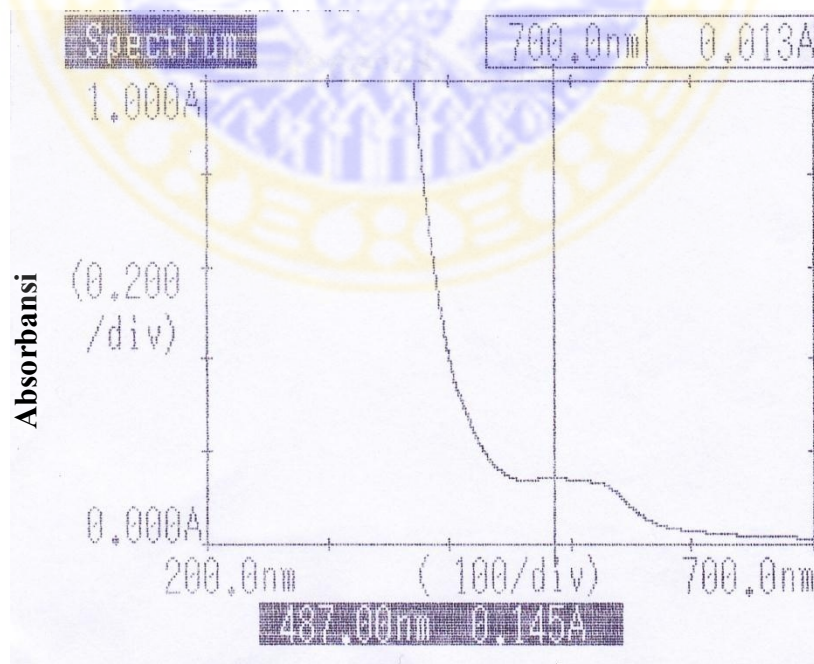
Spektrum larutan kompleks besi(III)-2,2'-bipiridin 10^{-2} M di daerah 200 -700 nm.

- Hasil ditumpuk (overlay)



Panjang gelombang (nm)

- Hasil perbandingan besi(III):bipy pada sampel ke empat.

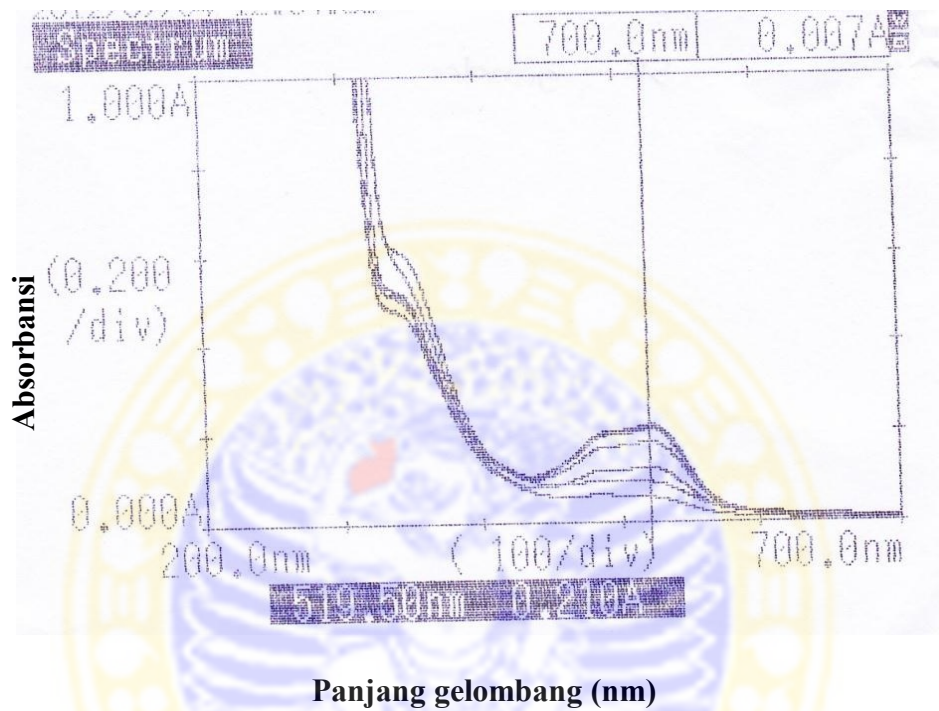


Panjang gelombang (nm)

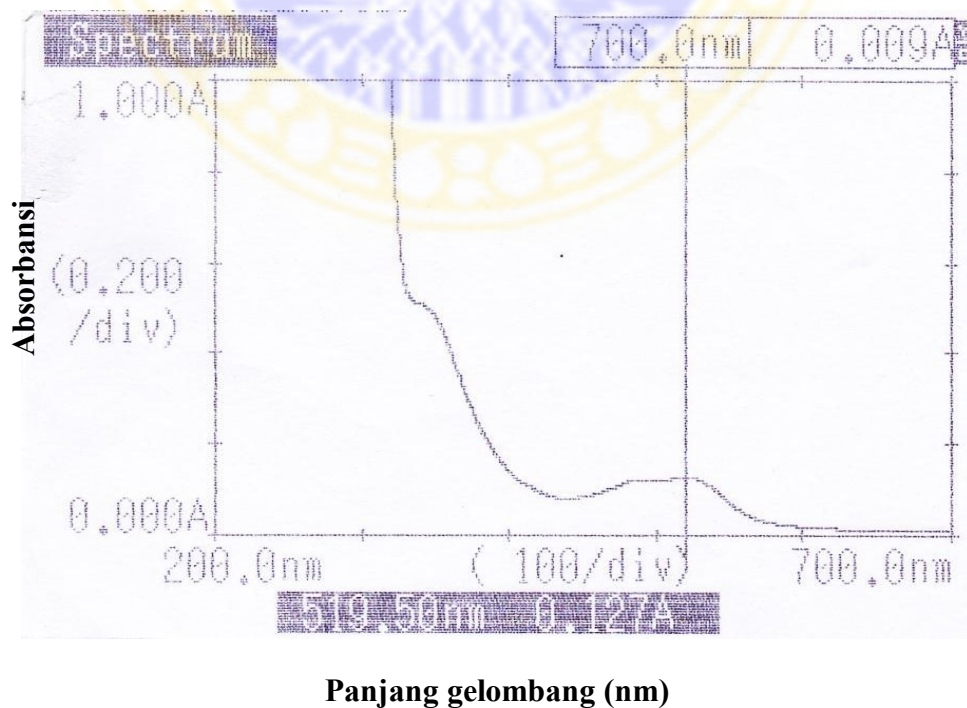
Lampiran 1.e

Spektrum larutan kompleks besi(III)-2,2'-bipiridin dengan ligan jembatan oksalat 10^{-2} M didaerah 200 – 700 nm.

- Hasil ditumpuk (overlay)

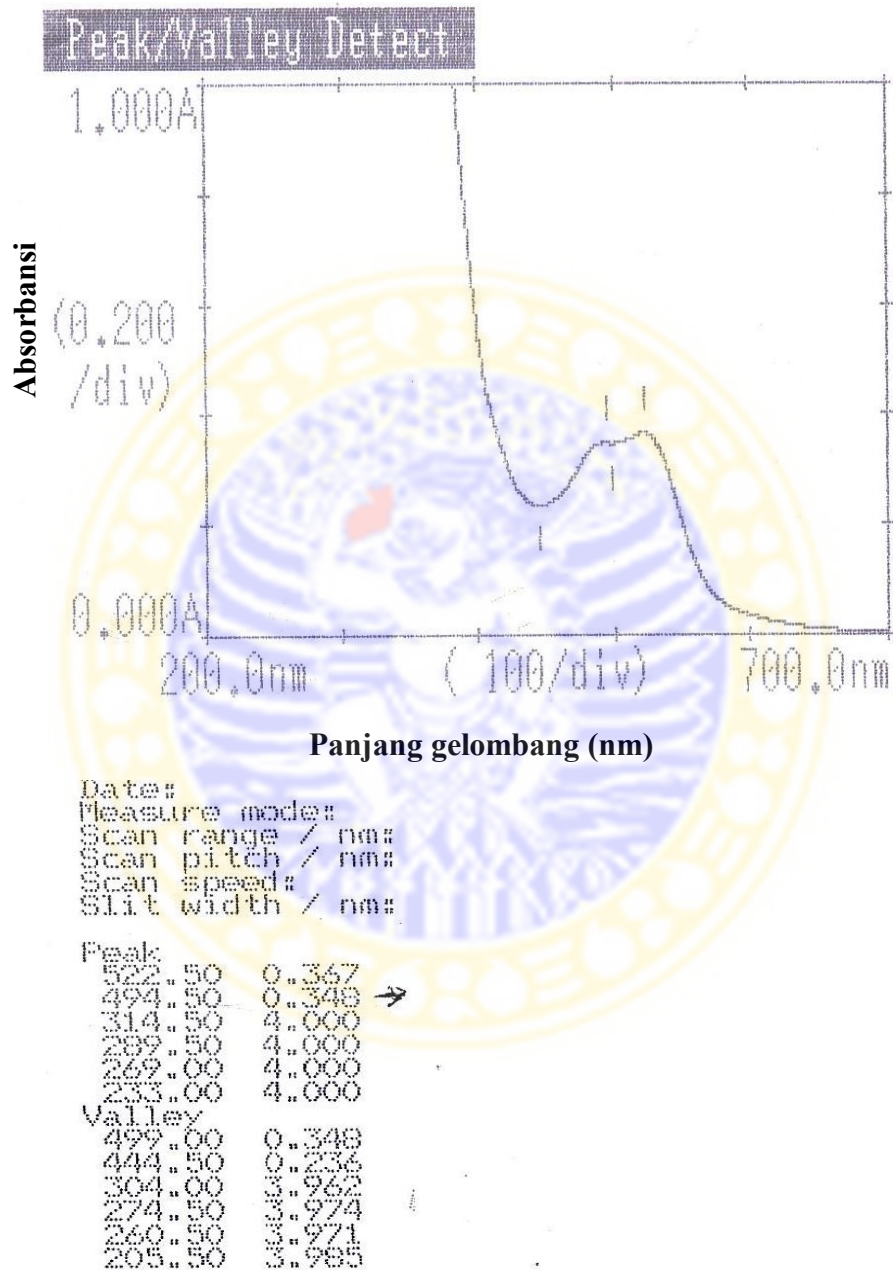


- Hasil perbandingan besi(III):bipy:oksalat pada sampel ke tiga.



Lampiran 1.f

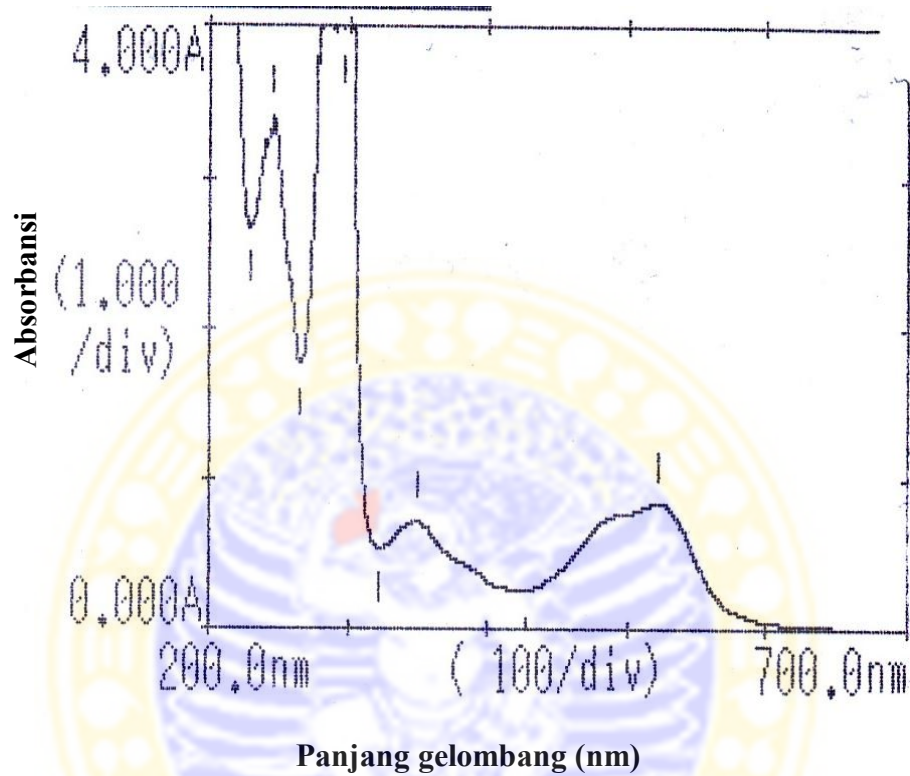
Spektrum sintesis senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipi})_3]^x$ $5 \cdot 10^{-4}$ M di daerah 200 -700 nm.



Lampiran 1.g

Spektrum sintesis senyawa kompleks inti ganda

$[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^y$ $5 \cdot 10^{-5}$ M di daerah 200 – 700 nm.



Date:
 Measure mode:
 Scan range / nm:
 Scan pitch / nm:
 Scan speed:
 Slit width / nm:

Peak	
522.50	0.831
349.50	0.706
299.50	4.000
288.00	4.000
246.00	3.328
210.50	4.000
Valley	
426.50	0.246
323.50	0.527
297.00	3.269
246.00	1.759
229.00	2.664

Lampiran 2

Stokimetri dengan Metode Perbandingan Mol (Metode Job)

Lampiran 2.a

Penentuan stokimetri besi(III)-2,2'-bipiridin pada konsentrasi 10^{-2} M dengan menggunakan metode perbandingan mol (λ 487 nm)

Besi(III) : Bipy (mmol)	Perbandingan gelombang (X)	Absorbansi (Y)
1 : 0	0	0.040
1 : 1	1	0.070
1 : 2	2	0.106
1 : 3	3	0.145
1 : 4	4	0.150
1 : 5	5	0.159
1 : 6	6	0.166

Persamaan garis lurus :

1. Perbandingan mmol bipy : besi(III) (0-3), $y_1 = 0.035x + 0.037$

2. Perbandingan mmol bipy : besi(III) (4-5), $y_2 = 0.008x + 0.118$

Analisis perhitungan :

$$y_1 = y_2$$

$$0.035x + 0.037 = 0.008x + 0.118$$

$$0.035x - 0.008x = 0.118 - 0.037$$

$$0,027 x = 0,081$$

$$x = 3$$

Perpotongan kedua garis lurus pada perbandingan mmol 3. Jadi, perbandingan mmol bipy : besi(III) = 3: 1 .

Lampiran 2.b

Penentuan stokiometri besi(III)-2,2'-bipiridin dengan ligan jembatan oksalat pada konsentrasi 10^{-2} M dengan menggunakan metode perbandingan mol (λ 519,5 nm).

Perbandingan mol (mmol) (X)	Absorbansi (Y)
0	0,057
0,5	0,096
1,0	0,124
1,5	0,130
2	0,136
2,5	0,143

Persamaan garis lurus :

1. Perbandingan mmol oksalat : besi(III) (1-3), $y_1 = 0,067x + 0,058$

2. Perbandingan mmol oksalat : besi(III) (1,5-2), $y_2 = 0,013x + 0,110$

Analisis perhitungan :

$$y_1 = y_2$$

$$0,067x + 0,058 = 0,013x + 0,110$$

$$0,067x - 0,013x = 0,110 - 0,058$$

$$0,054x = 0,052$$

$$x = 0,962$$

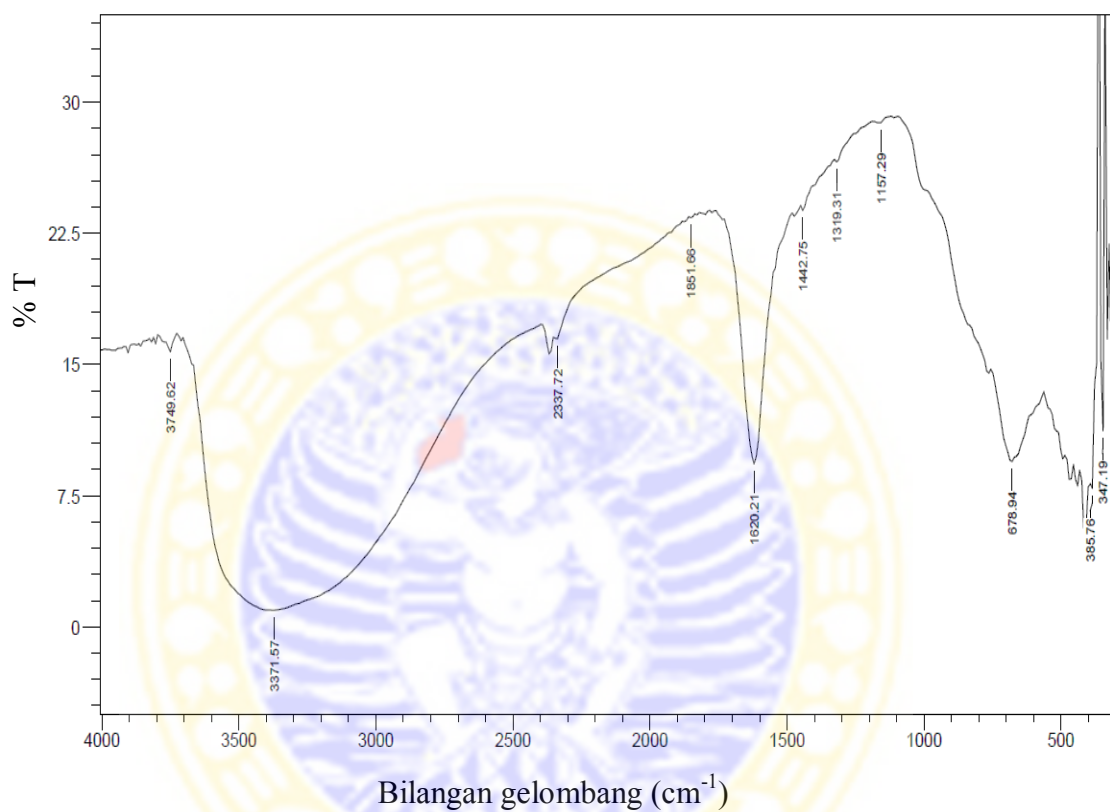
perpotongan kedua garis lurus pada perbandingan mmol yaitu 0,962. Jadi, perbandingan mmol oksalat : besi(III) = 1 : 1 atau 1:1.

Lampiran 3

Spektra Inframerah (FT-IR)

Lampiran 3.a

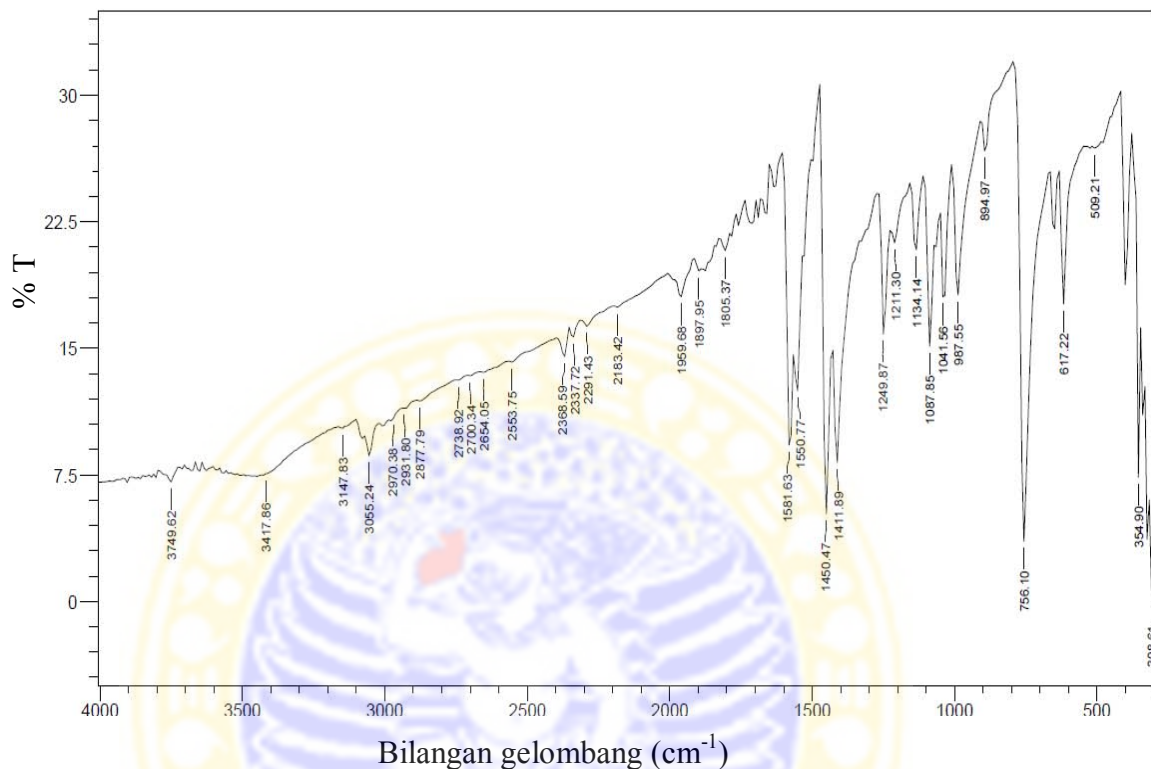
Spektrum inframerah (FT-IR) logam besi(III)



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	316.33	14.675	22.011	324.04	308.61	8.654	2.772
2	347.19	11.197	32.043	362.62	339.47	16.897	8.316
3	385.76	7.914	11.791	393.48	362.62	23.521	5.821
4	678.94	9.442	4.506	748.38	570.93	168.057	15.178
5	1157.29	28.806	0.202	1180.44	1126.43	29.052	0.06
6	1319.31	26.576	0.257	1327.03	1188.15	76.736	0.062
7	1442.75	23.8	0.449	1450.47	1334.74	68.85	0.114
8	1620.21	9.31	14.323	1759.08	1489.05	204.454	35.283
9	1851.66	23.386	0.109	1859.38	1820.8	24.238	0.041
10	2337.72	16.47	0.289	2353.16	1882.52	324.704	0.087
11	3371.57	0.942	0.274	3387	2399.45	1221.109	2.005
12	3749.62	15.727	0.753	3765.05	3726.47	30.445	0.337

Lampiran 3.b

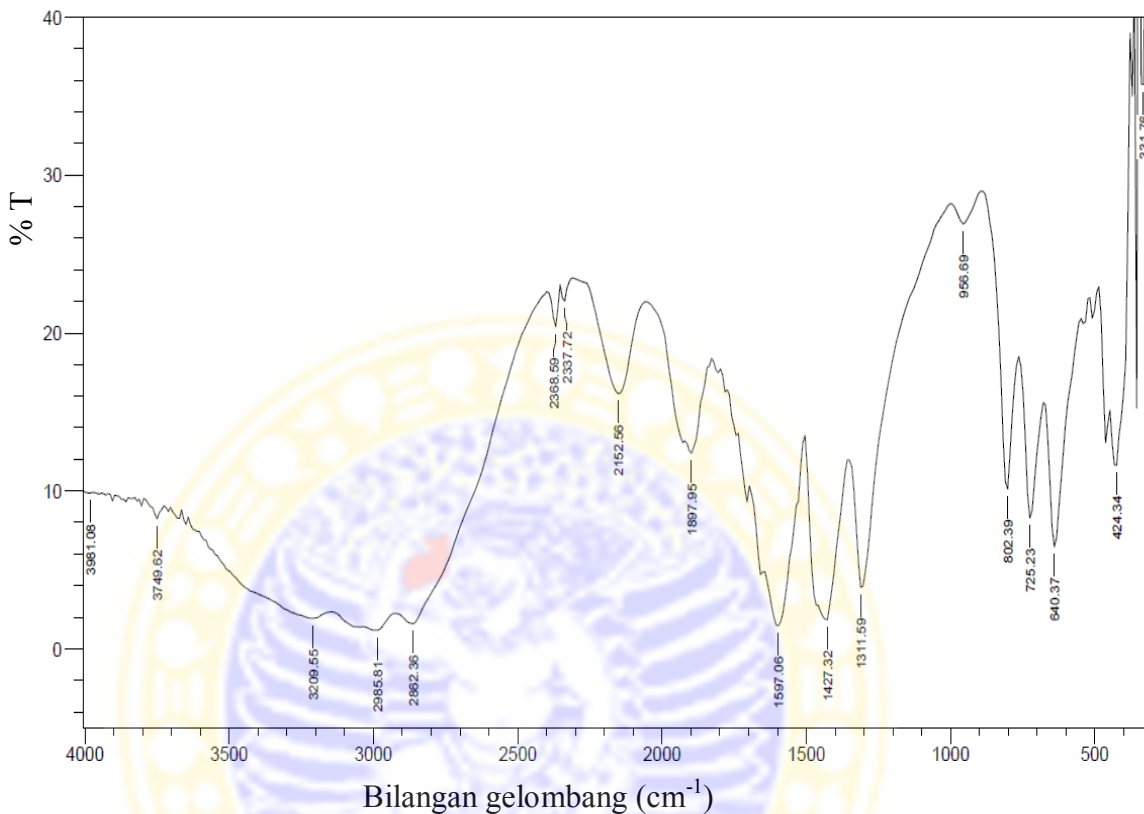
Spektrum inframerah (FT-IR) ligan 2,2'-bipiridin.



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	308.61	0.308	11.691	331.76	300.9	47.043	18.751
2	354.9	7.348	12.661	362.62	347.19	14.841	3.296
3	509.21	26.869	0.359	516.92	424.34	51.074	0.648
4	617.22	17.629	8.149	632.65	547.78	52.566	3.343
5	756.1	3.565	26.304	786.96	671.23	91.803	27.936
6	894.97	26.699	1.903	902.69	794.67	56.352	0.464
7	987.55	18.164	6.984	1002.98	910.4	57.745	4.448
8	1041.56	18.066	5.533	1049.28	1010.7	25.728	2.304
9	1087.85	15.122	8.726	1103.28	1056.99	33.037	3.772
10	1134.14	20.833	3.745	1149.57	1111	24.7	1.328
11	1211.3	21.249	0.94	1219.01	1157.29	39.083	0.277
12	1249.87	15.847	7.433	1265.3	1226.73	27.607	2.855
13	1411.89	8.237	7.573	1427.32	1273.02	114.392	5.61
14	1450.47	5.191	15.707	1473.62	1435.04	37.093	9.689
15	1550.77	12.475	4.858	1566.2	1481.33	57.146	1.691
16	1581.63	9.257	10.159	1604.77	1566.2	32.718	4.694
17	1805.37	20.812	0.992	1820.8	1774.51	30.902	0.516
18	1897.95	19.582	0.96	1913.39	1828.52	58.874	1.292
19	1959.68	18.053	1.818	2005.97	1921.1	61.118	1.553
20	2183.42	17.447	0.216	2198.85	2013.68	136.452	0.552
21	2291.43	16.307	0.459	2306.86	2198.85	83.158	0.321
22	2337.72	15.683	0.746	2353.16	2314.58	30.533	0.356
23	2368.59	14.522	1.463	2391.73	2353.16	31.522	0.801
24	2553.75	14.174	0.121	2561.47	2399.45	133.689	0.056
25	2654.05	13.579	0.075	2661.77	2569.18	79.37	0.135
26	2700.34	13.367	0.072	2708.06	2669.48	33.552	0.034
27	2738.92	13.128	0.062	2746.63	2715.77	27.081	0.024
28	2877.79	11.866	0.134	2885.51	2754.35	118.332	0.148
29	2931.8	11.442	0.084	2939.52	2893.22	43.168	0.084
30	2970.38	10.698	0.151	2978.09	2939.52	36.663	0.002
31	3055.24	8.619	1.43	3070.68	3024.38	47.059	1.215
32	3147.83	10.259	0.193	3163.26	3109.25	52.986	0.227
33	3417.86	7.478	0.086	3425.58	3170.97	266.107	0.053
34	3749.62	7.08	0.786	3788.19	3726.47	69.453	1.238

Lampiran 3.c

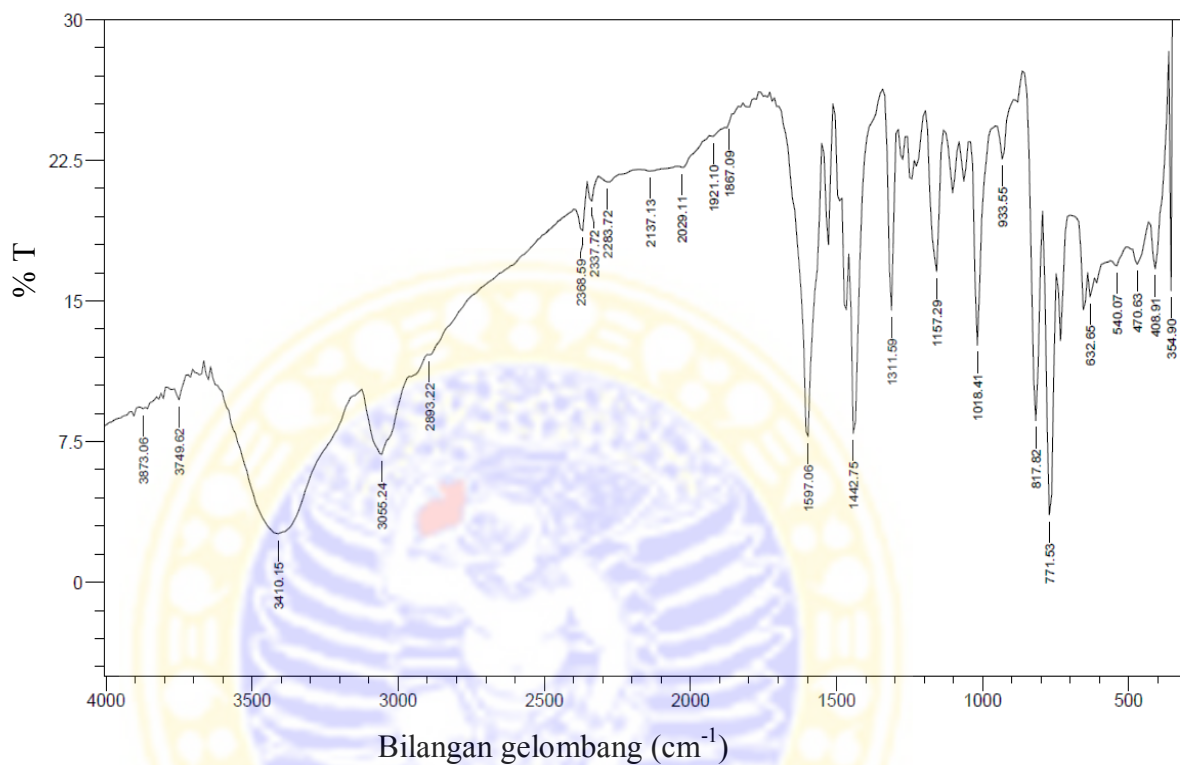
Spektrum inframerah (FT-IR) ligan jembatan ammonium oksalat



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	331.76	35.73	61.06	347.19	293.18	11.13	11.86
2	424.34	11.62	11.44	447.49	378.05	53.91	12.78
3	640.37	6.46	10.34	671.23	555.5	104.49	18.34
4	725.23	8.28	8.71	756.1	678.94	71.24	11.06
5	802.39	10.14	11.63	887.26	763.81	91.1	12.14
6	956.69	26.89	1.59	995.27	894.97	55.81	1.29
7	1311.59	3.91	9.83	1350.17	1002.98	274.32	27
8	1427.32	1.86	10.83	1504.48	1357.89	195.11	63.56
9	1597.06	1.47	6.27	1643.35	1512.19	181.06	38.55
10	1897.95	12.39	1.59	1913.39	1828.52	69.72	1.64
11	2152.56	16.17	6.36	2306.86	2059.98	173.39	14.31
12	2337.72	22.03	1.19	2353.16	2314.58	24.81	0.41
13	2368.59	20.39	2.45	2391.73	2353.16	25.68	0.94
14	2862.36	1.59	2.78	2916.37	2399.45	566.1	15.63
15	2985.81	1.18	0.58	3032.1	2924.09	196.12	7.83
16	3209.55	1.94	1.1	3633.89	3147.83	707.88	41.13
17	3749.62	8.24	0.95	3788.19	3726.47	65.17	1.25
18	3981.08	9.86	0.07	4004.22	3973.36	31.02	0.08

Lampiran 3.d

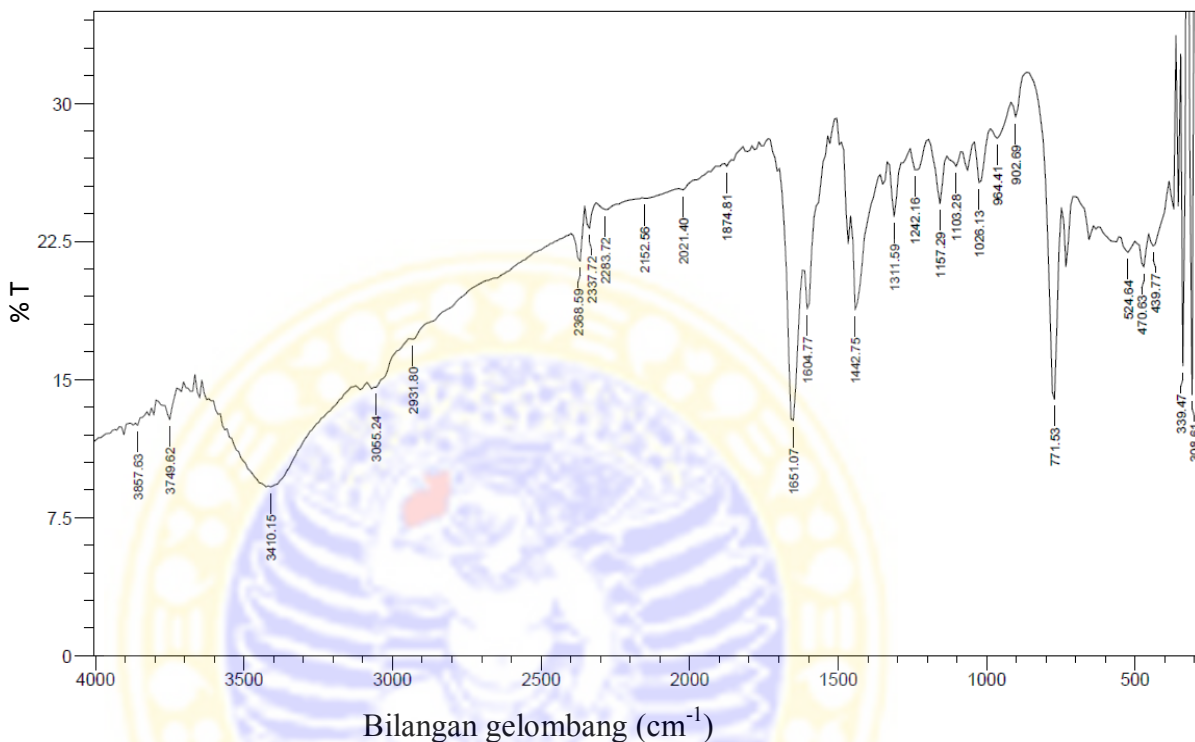
Spektrum inframerah (FT-IR) senyawa kompleks inti tunggal besi(III)-2,2'-bipiridin



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	354.9	15.546	21.025	362.62	347.19	8.924	2.778
2	408.91	16.705	3.977	424.34	370.33	38.124	2.762
3	470.63	16.946	1.52	501.49	432.05	52.033	1.313
4	540.07	16.871	0.491	555.5	509.21	35.224	0.246
5	632.65	15.228	1.339	640.37	563.21	60.449	0.815
6	771.53	3.603	14.503	794.67	748.38	49.442	14.689
7	817.82	8.616	11.321	856.39	802.39	44.238	7.509
8	933.55	22.568	2.142	948.98	894.97	33.198	0.784
9	1018.41	12.629	11.089	1041.56	956.69	59.033	6.344
10	1157.29	16.569	7.927	1195.87	1134.14	42.736	5.094
11	1311.59	14.507	10.23	1334.74	1296.16	27.659	4.243
12	1442.75	7.942	7.356	1450.47	1342.46	76.749	4.869
13	1597.06	7.778	16.328	1728.22	1550.77	131.418	23.528
14	1867.09	24.221	0.19	1874.81	1820.8	32.386	0.002
15	1921.1	23.777	0.157	1936.53	1890.24	28.717	0.051
16	2029.11	22.118	0.294	2044.54	1936.53	69.122	0.261
17	2137.13	21.92	0.124	2160.27	2052.26	70.972	0.15
18	2283.72	21.336	0.309	2306.86	2183.42	81.937	0.265
19	2337.72	20.323	1.155	2353.16	2314.58	26.154	0.431
20	2368.59	18.752	2.004	2391.73	2353.16	27.198	0.845
21	2893.22	12.119	0.146	2900.94	2399.45	395.549	0.089
22	3055.24	6.826	4.039	3124.68	2900.94	231.519	18.888
23	3410.15	2.597	7.973	3633.89	3132.4	624.095	133.694
24	3749.62	9.74	0.859	3765.05	3726.47	38.038	0.655
25	3873.06	9.255	0.195	3888.49	3834.49	55.363	0.296

Lampiran 3.e

Spektrum inframerah (FT-IR) senyawa kompleks inti ganda besi(III)-2,2'-bipiridin dengan ligan jembatan oksalat



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	308.61	14.158	34.872	324.04	300.9	13.773	6.373
2	339.47	15.737	27.584	347.19	324.04	12.11	5.436
3	439.77	22.258	0.587	447.49	393.48	34.112	0.564
4	470.63	21.109	1.595	493.78	455.2	25.405	0.564
5	524.64	21.907	0.693	547.78	501.49	30.282	0.368
6	771.53	13.921	11.974	856.39	748.38	67.959	7.688
7	902.69	29.25	0.891	910.4	864.11	23.707	0.179
8	964.41	28.106	0.991	987.55	918.12	37.521	0.611
9	1026.13	25.689	2.385	1041.56	995.27	26.431	0.987
10	1103.28	26.581	0.714	1134.14	1087.85	26.392	0.272
11	1157.29	24.558	2.612	1195.87	1141.86	31.417	0.999
12	1242.16	26.384	1.278	1257.59	1203.58	30.763	0.717
13	1311.59	23.854	2.941	1327.03	1265.3	36.183	1.076
14	1442.75	18.791	4.023	1450.47	1365.6	54.794	2.702
15	1604.77	18.845	2.687	1612.49	1512.19	60.611	0.982
16	1651.07	12.783	10.184	1728.22	1620.21	75.296	8.408
17	1874.81	26.583	0.253	1882.52	1828.52	30.669	0.099
18	2021.4	25.3	0.232	2036.83	1913.39	72.388	0.199
19	2152.56	24.842	0.052	2160.27	2044.54	69.549	0.118
20	2283.72	24.234	0.313	2306.86	2160.27	89.343	0.276
21	2337.72	23.213	1.279	2353.16	2314.58	23.955	0.412
22	2368.59	21.42	2.359	2391.73	2353.16	24.949	0.876
23	2931.8	17.18	0.117	2939.52	2399.45	374	0.045
24	3055.24	14.564	0.803	3086.11	2947.23	111.609	1.284
25	3410.15	9.178	3.946	3556.74	3124.68	408.016	31.836
26	3749.62	12.822	1.135	3765.05	3726.47	33.432	0.659
27	3857.63	12.509	0.225	3865.35	3834.49	27.496	0.06

Lampiran 4

Penentuan Momen Magnet

Lampiran 4.a

Penentuan momen magnet hasil sintesis senyawa kompleks inti tunggal besi(III)-2,2'-bipiridin

Dari alat Magnetik Susceptibility Balance nilai X_g dengan rumus :

$$X_g = \frac{C_{balance} \times l \times (R - R_0)}{10^9 m}, \text{ nilai ini dikonversikan menjadi } \mu_{eff} \text{ (momen magnet)}$$

dengan rumus :

$$X_m = X_g \times M_r$$

$$\mu_{eff} = 2,828 \sqrt{X_m T} \text{ BM}$$

dari penelitian ini diperoleh data sebagai berikut :

Replikasi	C _{balance}	l(cm)	R ₀	R	M(g)	Suhu
1	1	2	-036	692	0,0973	300
2	1	1,6	-036	712	0,0769	300

$$\text{Replikasi 1: } X_g = \frac{1 \times 2 \times (692 - (-036))}{10^9 (0,0973)} = 1,4964 \cdot 10^{-5}$$

$$X_m = 1,4964 \cdot 10^{-5} \times 738,5 = 0,01105$$

$$\mu_{eff} = 2,82 \sqrt{(0,01105 \times 300)} = 5,11 \text{ BM}$$

$$\text{Replikasi 2: } X_g = \frac{1 \times 1,6 \times (712 - (-036))}{10^9 (0,0769)} = 1,6535 \cdot 10^{-5}$$

$$X_m = 1,6535 \cdot 10^{-5} \times 738,5 = 0,0122$$

$$\mu_{eff} = 2,82 \sqrt{(0,0122 \times 300)} = 5,39 \text{ BM}$$

$$\mu_{eff \text{ total}} = \frac{5,11 + 5,39}{2} = 5,26 \text{ BM}$$

Dari kedua replikasi didapat nilai X_g dan X_m positif. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks inti tunggal $[\text{Fe}(\text{bipy})_3]^x$ bersifat paramagnetik.

Lampiran 4.b

Penentuan momen magnet hasil sintesis senyawa kompleks inti ganda Besi(III)-2,2'-bipiridin dengan ligan jembatan oksalat

Dari alat Magnetic Susceptibility Balance nilai X_g dengan rumus :

$$X_g = \frac{C_{balance} \times l \times (R - R_0)}{10^9 m}, \text{ nilai ini dikonversikan menjadi } \mu_{eff} \text{ (momen magnet)}$$

dengan rumus :

$$X_m = X_g \times M_r$$

$$\mu_{eff} = 2,828 \sqrt{X_m T} \text{ BM}$$

dari penelitian ini diperoleh data sebagai berikut :

Replikasi	C _{balance}	l(cm)	R ₀	R	M(g)	Suhu
1	1	1,6	- 035	486	0,0639	300
2	1	1,7	-036	570	0,0857	300

$$\text{Replikasi 1: } X_g = \frac{1 \times 1,6 \times (486 - (-035))}{10^9 (0,0639)} = 1,3045 \cdot 10^{-5}$$

$$X_m = 1,3045 \cdot 10^{-5} \times 1323 = 0,01725$$

$$\mu_{eff} = 2,82 \sqrt{(0,01725 \times 300)} = 6,41 \text{ BM}$$

$$\text{replikasi 2: } X_g = \frac{1 \times 1,7 \times (570 - (-036))}{10^9 (0,0857)} = 1,202 \cdot 10^{-5}$$

$$X_m = 1,202 \cdot 10^{-5} \times 1323 = 0,0159$$

$$\mu_{eff} = 2,82 \sqrt{(0,0159 \times 300)} = 6,18 \text{ BM}$$

$$\mu_{eff \text{ total}} = \frac{6,41 + 6,18}{2} = 6,29 \text{ BM}$$

Dari kedua replikasi didapat nilai X_g dan X_m positif. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks inti ganda yang diduga $[(\text{OH})(\text{bipy})_2\text{Fe}(\text{Ox})\text{Fe}(\text{bipy})_2(\text{OH})]^{6+}$ bersifat paramagnetik.