

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPLEKS
DIAQUADIHYDANTOINNIKEL(II) SULFATMONOHIDRAT**

**(SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF COMPLEX DIAQUADIHYDANTOIN
NICKEL(II) SULFAT MONOHIDRAT)**

Sentot Budi Rahardjo*, Soerya Dewi Marlina, Nur Asih Siwi Wulandari

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, UNS Jl. Ir.Sutami 36 A
Ketingan Surakarta 57126 Tlp/fax: 0271-663375

*email: sentotbr@yahoo.com

Received 16 September 2013 , Accepted 17 April 2014, Published 01 September 2014

ABSTRAK

Penelitian tentang kompleks Nikel(II) dengan hidantoin bertujuan untuk mengetahui cara sintesis, formula dan karakteristik kompleks yang terbentuk. Kompleks Ni(II) dengan hidantoin telah disintesis dengan perbandingan mol logam dan mol ligan 1 : 1. Formula kompleks yang diperkirakan dari analisis kadar Ni dalam kompleks dengan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) adalah $\text{Ni}(\text{hid})_2(\text{H}_2\text{O})_3 \cdot \text{SO}_4$. Perbandingan muatan kation dan anion ditentukan dari pengukuran daya hantar listrik dengan konduktivimeter, menunjukkan perbandingan muatan kation : anion = 1 : 1. Analisis thermal dengan *Differential Thermal Analyzer* (DTA) mengindikasikan adanya 3 mol H_2O dalam tiap mol kompleks, dengan demikian formula kompleks yang mungkin adalah $[\text{Ni}(\text{hid})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (*Diaquadihydantoinnikel(II) sulfat monohidrat*). Data spektra IR menunjukkan adanya pergeseran serapan gugus fungsi N-H dan gugus N tersier yang mengindikasikan gugus fungsi tersebut terkoordinasi pada ion pusat Ni^{2+} . Pengukuran momen magnet dengan *Magnetic Susceptibility Balance* (MSB) menunjukkan bahwa kompleks bersifat paramagnetik dengan $\mu_{\text{eff}} = 3,2$ BM. Spektra UV-Vis menghasilkan 2 puncak serapan pada panjang gelombang 740 nm (13.513 cm^{-1}) dan 405 nm (24.691 cm^{-1}). Hal ini menunjukkan kompleks oktahedral dengan transisi ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{1g}(\text{P})(\nu_2)$ dan transisi ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{1g}(\text{F})(\nu_3)$. Ada satu transisi yang tidak nampak yaitu transisi ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{2g}(\text{F})(\nu_1)$ yang juga merupakan perkiraan harga 10 Dq. Perkiraan harga 10 Dq (Δ_0) untuk kompleks $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sebesar $103,615 \text{ kJmol}^{-1}$.

Kata kunci: hidantoin, karakterisasi, kompleks Ni(II), sintesis

ABSTRACT

The purpose of the research is to find out the synthesis, formula and characteristic of complex of Nickel(II) with hydantoin (hyd). Complex of nickel(II) with hydantoin have been synthesized in 1 : 1 mole ratio of metal to ligand in methanol. The formula of complex which are predicted from analysis of % Ni in complex by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) is $\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_3 \cdot \text{SO}_4$. Ratio of cation and anion of complex is measured by conductivitymeter correspond to 1: 1. The thermal analysis is determined by Differential Thermal Analyser (DTA) indicate that complex contain some hydrate, thus possibility formula of complex is $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (*Diaquadihydantoinnikel(II) sulfat monohidrat*). Data of infra red spectra show a shift of N-H group and tertier N group

absorption and indicate this functional group coordinated to the center ion. Magnetic Susceptibility measurement show that the complex is paramagnetic with $\mu_{\text{eff}} = 3.2$ BM. The UV-Vis spectra appear do to 2 transition peak on $\lambda = 740$ nm ($13,513$ cm^{-1}) and 405 nm ($24,691$ cm^{-1}). The peak indicate that structure of complex is octahedral with transition ${}^3A_{2g} \rightarrow {}^3T_{1g}(P)(v_2)$ and transition ${}^3A_{2g} \rightarrow {}^3T_{1g}(F)(v_3)$. One peak which is not appear is transition ${}^3A_{2g} \rightarrow {}^3T_{2g}(F)(v_1)$ which also estimate of $10 Dq (\Delta_0)$ is 103.615 kJ mol^{-1} .

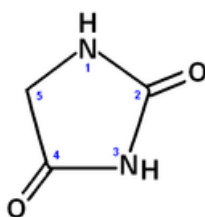
Keywords: characterization, complex Ni(II), hydantoin, synthesis

PENDAHULUAN

Dewasa ini penelitian pemanfaatan energi surya telah berkembang, misalnya untuk *photocatalytic* dengan TiO_2 . TiO_2 mempunyai serapan pada daerah ultra violet sehingga belum semua energi sinar matahari termanfaatkan terutama daerah sinar tampak. Untuk itu perlu penambahan zat lain yang mempunyai serapan daerah tampak, zat tersebut biasa disebut *dye*. Sebagai bahan *dye* biasanya zat-zat organik seperti *chlorophyl* dan *coumarin*, namun bahan organik tersebut tidak tahan terhadap pemanasan pada suhu tinggi. Oleh karena itu perlu diupayakan bahan *dye* yang tahan terhadap suhu tinggi yang juga dapat menyerap sinar tampak, misalnya senyawa kompleks.

Senyawa kompleks yang menyerap daerah sinar tampak adalah kompleks ion-ion logam transisi yang sub kulit dnya belum penuh, misalnya nikel. Nikel(II) mempunyai daerah serapan sinar tampak pada dua panjang gelombang maksimum sebagai akibat adanya transisi ${}^3A_{2g} \rightarrow {}^3T_{1g}(P)(v_2)$ dan transisi ${}^3A_{2g} \rightarrow {}^3T_{1g}(F)(v_3)$, besarnya panjang gelombang maksimum yang diserap tergantung ligan yang terikat pada kompleks dan juga geometri kompleks. Nikel(II) mempunyai konfigurasi elektron $3d^8$ dengan dua elektron tidak berpasangan, memiliki stabilitas kompleks yang cukup jika dibandingkan dengan logam transisi deret pertama yang lain. Geometri kompleks Ni(II) bervariasi tergantung pada ligan, geometri kompleks oktahedral (Bruda *et al.*, 2006) berbeda serapannya dengan *square planar* (Kang *et al.*, 2002).

Hidantoin (Gambar 1) mengandung gugus $-\text{NH}_2$ dan N-pyridin disamping atom donor yang lain $-\text{C}=\text{O}$.



Gambar 1. Struktur hidantoin.

Gugus-gugus tersebut masing-masing memungkinkan terkoordinasi pada ion pusat (Ni^{2+}). Hidantoin memiliki dua gugus -NH yang berbeda, -NH pertama terletak diantara dua gugus karbonil sedang gugus -NH kedua terletak antara gugus karbonil dan $-\text{CH}_2-$, keduanya memiliki kesempatan yang sama untuk terkoordinasi pada ion Ni^{2+} . Dengan demikian terdapat beberapa kemungkinan struktur yang akan terbentuk dengan sifat-sifat kompleks tertentu.

Untuk mengetahui apakah hidantoin dapat terkoordinasi pada ion Ni^{2+} serta gugus mana yang terkoordinasi, maka penelitian ini bertujuan mensintesis kompleks antara hidantoin dengan ion Ni^{2+} dan mempelajari sifat-sifat kompleks yang terbentuk.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :nikel(II)sulfat heksahidrat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (E.Merk), Hidantoin (E.Merk), methanol p.a (E.Merk), besi(II)sulfat hepta hidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)(E.Merk), besi(II)klorida tetrahidrat ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) (E.Merk), kobalt(II)nitrat heksahidrat ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (E.Merk), tembaga(II)klorida dihidrat ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (E.Merk), alumunium(III)klorida heksahidrat ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (E.Merk), kalium bromida (KBr) (E.Merk), dimetilformamid (DMF), dimetil Sulfoxide (DMSO), asam klorida (HCl) pekat 37% (E. Merck), asam nitrat (HNO_3) pekat (E. Merck), KBr kering (E. Merck), aquades, kertas saring.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain :Spektrofotometer Serapan Atom (SAA) Shimadzu AA-6650, spektrofotometer *UV-VIS Double Beam* Shimadzu 1601 PC, spektrofotometer FTIR Shimadzu PC 1821, *Differential Thermal Analyzer* (DTA) Shimadzu 50, *Magnetic Susceptibility Balance* (MSB) AUTO Sherwood Scientific 10169, konduktivimeter Jenway CE 4071.

Sintesis kompleksnikel(II) dengan hydantoin(L)

$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1,052 g; 4 mmol) dalam metanol (30 mL) ditambahkan pada hydantoin (0,400 g; 4 mmol) dalam metanol panas (20 mL) secara bertetes-tetes kemudian direfluks selama ± 24 jam. Setelah direfluks, larutan didiamkan selama ± 24 jam hingga terbentuk endapan. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan metanol kemudian dikeringkan dalam desikator selama semalam.

PEMBAHASAN

Sintesis kompleks Ni(II) dengan hidantoin

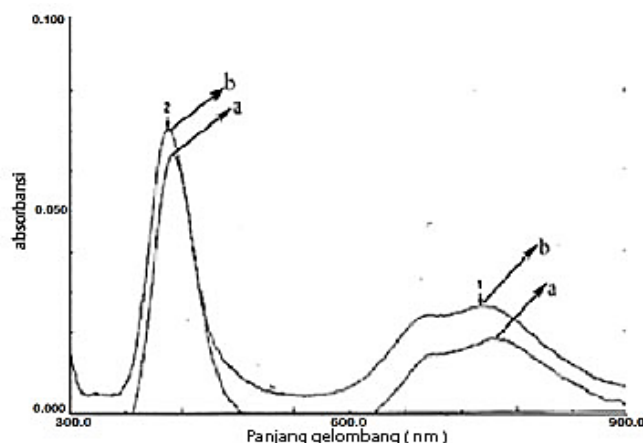
Sintesis kompleks antara $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan hidantoin telah dicoba dengan berbagai perbandingan mol logam : ligan dari 6 : 1 sampai dengan 1 : 1 dalam metanol akan tetapi zat yang dihasilkan tidak sesuai dengan formula yang diharapkan secara teoritis. Kompleks Ni(II)-hidantoin disintesis dengan perbandingan mol logam : ligan = 1 : 1 dalam metanol karena memberikan pergeseran spektra UV/Vis yang paling baik diantara perbandingan mol logam : ligan yang lain, kompleks yang diperoleh 0,734 g (85,95 %).

Sintesis dengan perbandingan mol logam : ligan yang tidak stoikiometri misalnya 16 : 1 dalam pyridine terjadi pada sintesis kompleks *Bis(5,5-diphenylhydantoinato) bispyridinecopper(II)* (Pezeshk and Pezeshk, 1991). Sedangkan sintesis dengan perbandingan mol logam : ligan 1 : 1 dalam pelarut metanol terjadi pada kompleks SbCl_5 , CdCl_2 atau HgCl_2 dengan hidantoin misalnya kompleks *Hexachloro tetrahydantoino hydrochloride.MeOH antimony(V)* (Abu-Samn *et al.*, 1987).

Indikasi terbentuknya kompleks Ni(II)-hidantoin ditandai oleh :

1. Bergesernya serapan maksimum daerah sinar tampak

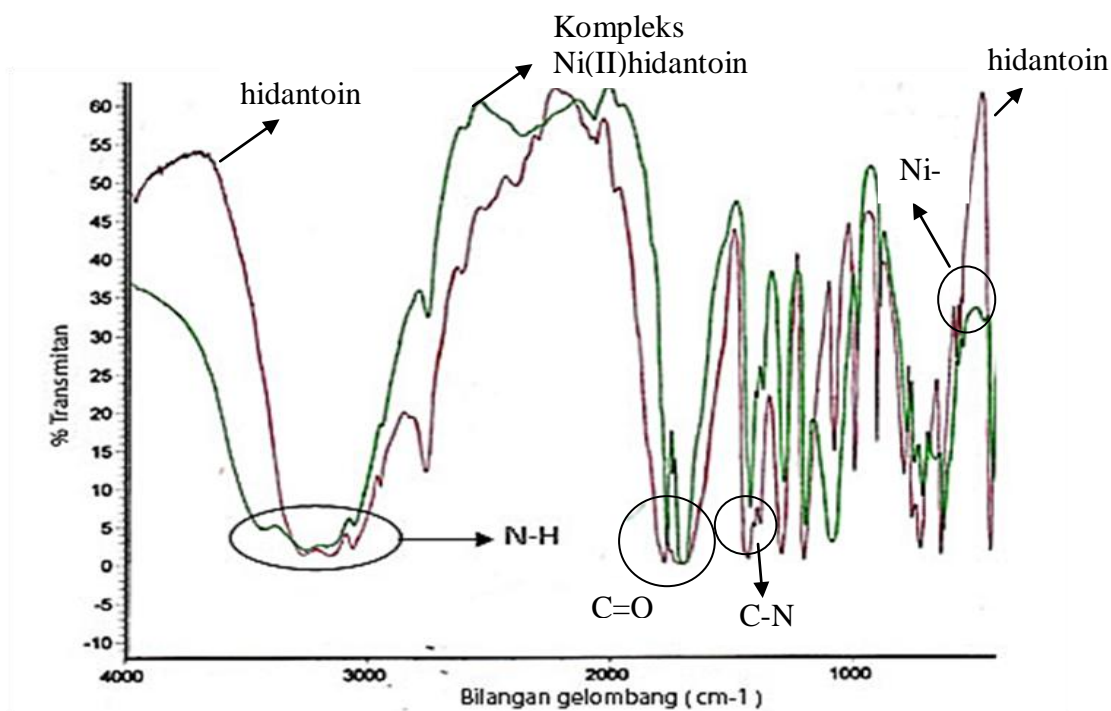
Spektra kompleks Ni(II) dengan hidantoin dan $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam DMF ditunjukkan oleh Gambar 2. Pada Gambar 2 terlihat bahwa spektra $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (748,50 nm dan 408 nm) mengalami pergeseran serapan panjang gelombang maksimum ke arah panjang gelombang yang lebih kecil pada kompleks Ni(II)-hidantoin (740 nm dan 405 nm). Hal ini mengindikasikan terbentuknya kompleks Ni(II)-hidantoin, kecilnya pergeseran serapan ini mengindikasikan kekuatan medan ligan hidantoin tidak jauh berbeda dengan kekuatan medan ligan yang telah ada sebelumnya (H_2O).



Gambar 2. Spektra elektronik (a) $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan (b) Kompleks Ni(II)-hidantoin dalam DMF.

2. Bergesernya serapan IR gugus fungsi ligan pada kompleks Ni(II)-hidantoin

Spektra IR gugus fungsi N-H sekunder, C=O, C-N, dan Ni²⁺-N hidantoin dan kompleks Ni(II)-hidantoin ditunjukkan oleh Gambar 3 sedangkan data serapan IR ditunjukkan oleh Tabel 1.



Gambar 3. Spektra gugus fungsi N-H pada hidantoin dan kompleks Ni(II)hidantoin.

Tabel 1. Serapan Gugus Fungsi Hydantoin dan Kompleks Ni(II)-hidantoin (cm⁻¹)

Gugus Fungsi	ν N-H	ν C=O ulur	ν C-N siklik	ν Ni-N
Hydantoin	3264,67	1774,9	1430,4	-
	3153,29	1700,9		
	3061,14			
Ni-hydantoin	3266,00	1776,4	1431,7	466,48
	3064,25	1705,1		

Pada Gambar 3 dan Tabel 1 terlihat bahwa serapan IR gugus fungsi N-H sekunder hidantoin mengalami pergeseran dari 3264,67; 3153,29 dan 3061,14 cm⁻¹ menjadi 3266,00 dan 3064,25cm⁻¹; sedangkan gugus C=O mengalami pergeseran dari 1774,9 cm⁻¹ menjadi 1776,4cm⁻¹ dan 1700,9 cm⁻¹menjadi 1705,1cm⁻¹. Adanya pergeseran tersebut dan munculnya puncak baru pada 466,48(Ni-N) yang ditunjukkan pada Gambar 3 mengindikasikan terbentuknya kompleks. Dalam senyawa tersebut hanya terdapat hidantoin, nikel(II), H₂O dan sulfat. Atom-atom O pada H₂O dan sulfat sangat kecil

kemungkinan terkoordinasi pada ion Ni^{2+} , karena kekuatan medan ligan H_2O dan sulfat yang lemah terhadap Ni^{2+} . Selain itu pola spektra ligan bebas hidantoin dengan kompleks Ni(II)-hidantoin berbeda, hal ini mengindikasikan bahwa hidantoin mengalami sesuatu dalam kompleks tersebut (hidantoin tidak terpisah dari Ni^{2+}).

Penentuan formula senyawa kompleks

Pengukuran kadar Ni dalam kompleks Ni(II)-hidantoin

Hasil analisis kadar Ni dalam kompleks ditunjukkan oleh Tabel 2 sedangkan perhitungan secara teoritis ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 2. Kadar Ni dalam Kompleks Ni(II)-Hidantoin Hasil Analisis dengan AAS

Konsentrasi I (mg/50 mL larutan)	Pengenceran (Konsentrasi II)		Kadar Ni hasil AAS (ppm)	Massa Ni (mg)	Ni (%)	Ni rata- rata (%)
	Volume larutan I	Volume larutan II				
11	10	100	3,053	1,526	13,875	13,865 ± 0,124
			3,018	1,509	13,719	
			3,040	1,520	13,819	
13	10	100	3,572	1,786	13,739	
			3,626	1,813	13,944	
			3,554	1,777	13,668	
14	10	100	3,903	1,952	13,941	
			3,938	1,969	14,063	
			3,926	1,963	14,020	

Tabel 3. Kadar Ni dalam Kompleks Ni(II)-Hidantoin secara Teoritis

No	Rumus Perbandingan	Mr	Ni (%)
1.	$\text{Ni}(\text{hyd})_2\text{SO}_4$	372,927	15,743
2.	$\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})\text{SO}_4$	390,942	15,018
3.	$\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2\text{SO}_4$	408,958	14,356
4.	$\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_3\text{SO}_4$	426,973	13,750
5.	$\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_4\text{SO}_4$	444,988	13,194
6.	$\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_5\text{SO}_4$	463,004	12,680
7.	$\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_6\text{SO}_4$	481,002	12,205

Jika % Ni hasil eksperimen dibandingkan dengan % Ni secara teoritis pada berbagai kemungkinan formula kompleks seperti ditunjukkan oleh Tabel 3, maka dapat diperkirakan bahwa formula kompleks yang terbentuk adalah $\text{Ni}(\text{hid})_2(\text{H}_2\text{O})_3\text{SO}_4$.

1. Pengukuran daya hantar listrik

Hasil pengukuran daya hantar listrik kompleks Ni(II)-hidantoin dalam DMF dan berbagai senyawa standar dalam DMF ditunjukkan pada Tabel 4. Dari Tabel 4 dapat dilihat

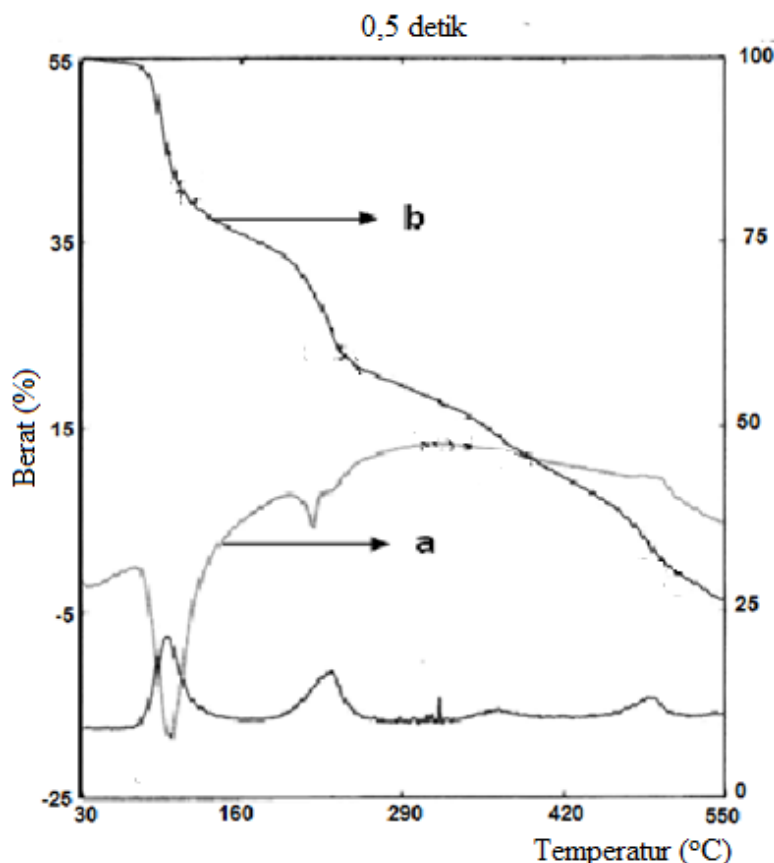
bahwa hantaran molar kompleks Ni(II)-hidantoin hasil pengukuran DHL menunjukkan perbandingan muatan kation dan anion 1 : 1.

Tabel 4. Daya Hantar Listrik Standar dan Kompleks Ni(II)-Hidantoin dalam DMF

Larutan	Λ (Scm ² mol ⁻²)	Perbandingan Muatan Kation : Anion
DMF	0	-
NiSO ₄ .6H ₂ O	11,9	1 : 1
FeSO ₄ .7H ₂ O	13,6	1 : 1
FeCl ₂ .4H ₂ O	45,4	2 : 1
Ni(II)-hidantoin	12,2 ± 1,1	1 : 1

2. Analisis termal dengan TG/DTA

Hasil analisis DTA dan TG kompleks Ni(II)-hidantoin serta Ni(II)-phenytoin Na ditunjukkan oleh Gambar 4.



Gambar 4. Hasil Analisis (a) DTA dan (b) TG kompleks Ni(II)-hidantoin.

Pada Gambar 4 terlihat bahwa kompleks Ni(II)-hidantoin mengalami dekomposisi termal secara bertahap. Puncak endoterm yang terjadi pada 103,3 °C (4a) mengindikasikan terlepasnya molekul H₂O dari senyawa kompleks Ni(II)-hidantoin yang ditandai dengan adanya pengurangan massa pada grafik TG (4b). Hal ini menunjukkan bahwa kompleks

Ni(II)-hidantoin mengandung molekul air yang memperkuat formula kompleks Ni(II)-hidantoin mengandung molekul air. Dengan demikian Formula kompleks yang terjadi adalah $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Diaquadihydantoinnikel(II) sulfat monohidrat). Sedangkan adanya puncak endoterm pada 232,5 °C menunjukkan mulai terdekomposisinya ligan karena melebihi titik leleh hidantoin sebesar 220 °C.

A. Sifat-sifat kompleks

1. Spektra elektronik

Besarnya panjang gelombang maksimum (λ_{maks}), absorbansi (A) dan absorbtivitas molar (ϵ) kompleks $[\text{Ni}(\text{hid})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ditunjukkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Panjang gelombang maksimum (λ_{maks}), Absorbansi (A) dan absorbtivitas molar (ϵ) kompleks $[\text{Ni}(\text{hid})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Senyawa	Mr	λ_m (nm)	A	ϵ ($\text{Lmol}^{-1}\text{cm}^{-1}$)
NiSO ₄ ·6H ₂ O dalam DMF	263	748,50	0,0184	3,68
		408,00	0,0615	12,3
[Ni(hid) ₂ (H ₂ O) ₂].SO ₄ .H ₂ O	426,9	740,00	0,0262	5,24
		405,00	0,0702	14,04

Salah satu karakteristik spektra kompleks oktahedral ditandai oleh harga absorptivitas molar (ϵ) yang rendah, berkisar antara 1-100 $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ (Lee, 1991). Harga absorptivitas molar (ϵ) kompleks $[\text{Ni}(\text{hid})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ relatif rendah yaitu 5,24 – 14,04 $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, hal ini mengindikasikan terbentuknya kompleks oktahedral.

Spektra elektronik kompleks oktahedral $[\text{Ni}(\text{hid})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang terlihat pada Gambar 2 menunjukkan adanya dua transisi elektronik yang tampak yaitu transisi ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{1g}(\text{P})$ (ν_3) dan transisi ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{1g}(\text{F})$ (ν_2). Satu transisi yang tidak tampak adalah transisi ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{2g}(\text{F})$, energi transisi ini paling kecil (ν_1) atau panjang gelombang paling besar (>900 nm) yang juga menunjukkan besarnya harga 10 Dq (Δ_0) karenanya berada di luar jangkauan spektrofotometer UV/Vis yang digunakan.

Perkiraan harga 10 Dq diperoleh dengan membandingkan energi transisi pada $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$. Pada kompleks oktahedral $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$, perbandingan ν_2 (14.000 cm^{-1}) dan ν_1 (9.000 cm^{-1}) sebesar 1,56 (Cotton *and* Wilkinson, 1988), dengan demikian kompleks $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ diperkirakan juga mempunyai perbandingan ν_2 dan ν_1 berkisar 1,56. Besarnya Energi transisi dan perkiraan harga 10 Dq ditunjukkan oleh Tabel 6.

Tabel 6. Energi Transisi ${}^3A_{2g} \rightarrow {}^3T_{1g}(P)$ dan transisi ${}^3A_2 \rightarrow {}^3T_{1g}(F)$ kompleks $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan perkiraan energi 10 Dq

Senyawa	λ_m (nm)	ν (cm^{-1})	Energi Transisi (kJ/mol)	Perkiraan 10Dq (kJ/mol)
$[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	740	13.513	161,64	103,615
	405	24.691	295,35	

Besarnya harga 10 Dq kedua kompleks yang mirip dengan kompleks $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ mengindikasikan bahwa hydantoin merupakan ligan lemah.

Sifat kemagnetan

Hasil pengukuran momen magnet efektif (μ_{eff}) kompleks $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ adalah 3,21 BM. Harga momen magnetik 3,21 BM menunjukkan bahwa elektron d dalam kompleks berada dalam keadaan tidak berpasangan atau berada dalam keadaan spin tinggi yang berarti bahwa ligan hydantoin tergolong ligan lemah.

Hasil pengukuran nilai momen magnet pada Kompleks $[\text{Ni}(\text{L1})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (L1= 1-amino-5-benzoyl-4-phenyl-1H pyrimidin-2-on dengan 2-hydroxynaphthaldehid) berada pada kisaran 2,8-3,5 BM berstruktur oktahedral (Sonmez, 2003). Hal yang sama juga terjadi pada kompleks oktahedral $[\text{Ni}(\text{L2})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$ (L2= ligan benzyl-2,4-dinitrophenylhydrazon aniline) yang memiliki harga momen magnet 2,8 BM (Raman *et al.*, 2004). Dengan demikian kompleks Ni(II)-Hidantoin diperkirakan juga bergeometri oktahedral.

Spektra infra merah

Spektra IR dan serapan gugus fungsi N-H sekunder, C=O ulur, C-N siklik, Ni-N ligan hydantoin dan kompleks $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ditunjukkan oleh Gambar 3, 4, 5 dan Tabel 1

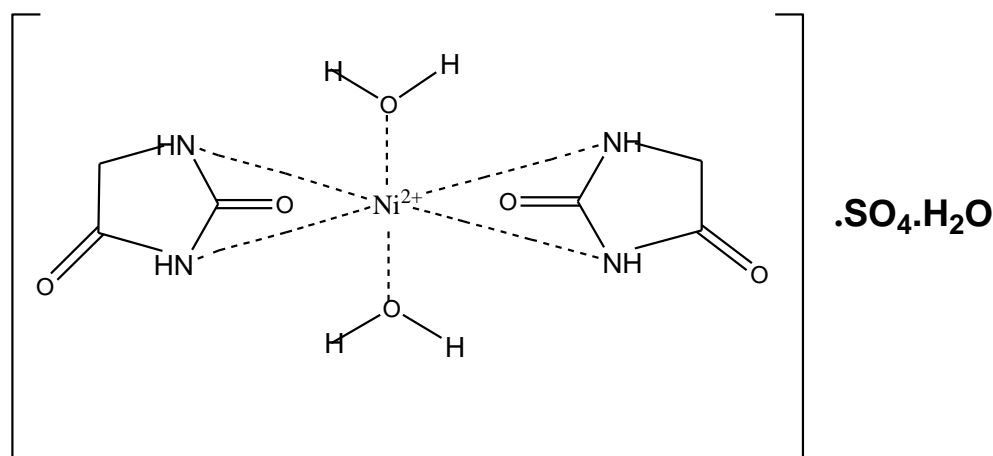
Pada Gambar 3, tampak adanya sedikit pergeseran spektra kompleks gugus N-H sekunder ligan bebas hydantoin dari 3264,67; 3153,29; 3061,14 menjadi 3266,00 dan 3064,25 (cm^{-1}). Meskipun hanya terjadi sedikit pergeseran spektra, ini mengindikasikan bahwa gugus N-H terkoordinasi pada ion Ni^{2+} . Pergeseran serapan N-H ke arah yang lebih besar juga terjadi pada kompleks $[\text{Pt}(\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2)_2(\text{NH}_3)_2](\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (PtCBH) yang menunjukkan terkoordinasinya N pada ion Pt^{2+} (Bakalova *et al.*, 2005). Pada Gambar 4

terlihat adanya serapan C=O simetris dan asimetris ligan bebas dan kompleks tidak mengalami perubahan yang besar, hal ini mengindikasikan bahwa gugus C=O tidak terkoordinasi pada ion pusat (Bakalova *et al.*, 2005). Selanjutnya pada Gambar 5 menunjukkan adanya puncak baru pada bilangan gelombang 466,48 cm^{-1} , hal ini mengindikasikan terkoordinasinya N pada ion pusat Ni(II) seperti pada kompleks [Pt(5-methyl-5-phenylhydantoin) $(\text{NH}_3)_2$](NO_3) $_2$. H_2O (Bakalova *e tal.*,2003). Dengan demikian dapat diperkirakan bahwa hidantoin terkoordinasi bidentat pada ion pusat melalui gugus -NH- dan bukan dengan =C=O.

Perkiraan struktur kompleks $\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_3\text{SO}_4$

Dari hasil pengukuran kadar Ni dalam kompleks diperkirakan formula kompleks Ni(II)-hidantoin adalah $\text{Ni}(\text{hid})_2(\text{H}_2\text{O})_3\text{SO}_4$. Pengukuran daya hantar listrik kompleks dalam DMF menunjukkan perbandingan muatan kation dan anion 1 : 1 yang berarti SO_4^{2-} dalam kompleks Ni(II)-hidantoin tidak terkoordinasi pada ion pusat Ni(II). Pengukuran DTA menunjukkan terdapatnya molekul H_2O dalam kompleks Ni(II)-hidantoin, dengan demikian dapat diperkirakan formula kompleks Ni(II)-hydantoin adalah $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Hasil pengukuran momen magnet menunjukkan 3,21 BM, harga ini mengindikasikan struktur oktahedral. Terdapat pergeseran spektra IR pada daerah 3264,67 – 3061,14 cm^{-1} (gugus N-H sekunder), dan tidak terjadi pergeseran pada daerah 1700,9 – 1776,4 cm^{-1} (gugus C=O) serta munculnya puncak baru pada 466,48 (Ni-N), mengindikasikan gugus N-H ligan hydantoin terkoordinasi pada ion pusat. Dengan demikian struktur kompleks $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ diperkirakan seperti ditunjukkan oleh Gambar 4.



Gambar 6. Perkiraan struktur kompleks $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

KESIMPULAN

Formula kompleks Ni dengan hidantoin adalah $[\text{Ni}(\text{hyd})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Data spektra IR mengindikasikan gugus fungsi N-H dan gugus N tersier terkoordinasi pada ion pusat Ni^{2+} , kompleks bersifat paramagnetik dengan $\mu_{\text{eff}} = 3,2$ BM. Berdasarkan spektra UV-Vis kompleks diperkirakan berstruktur oktahedral dengan transisi ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{1g}(\text{P})(\nu_2)$ dan transisi ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{1g}(\text{F})(\nu_3)$ pada panjang gelombang 740 nm (13.513 cm^{-1}) dan 405 nm (24.691 cm^{-1}). Ada satu transisi yang tidak nampak yaitu transisi ${}^3\text{A}_{2g} \rightarrow {}^3\text{T}_{2g}(\text{F})(\nu_1)$ yang juga merupakan perkiraan harga $10 Dq$ yaitu $103,615 \text{ kJmol}^{-1}$.

DAFTAR PUSTAKA

- Abu-Samn, R.H., Abdulaziz I., Al Wassil and Salim S. A., 1987, ${}^1\text{H}$ and ${}^{13}\text{C}$ NMR Study of Hydantoin Complexes with Antimony, Cadmium and Mercuric Chlorides, *Inorganica Chimica Acta*, vol. 132, pp. 33-36.
- Bakalova, A., R. Buyukliev, I. Tcholakova, G. Momekov, S., and Konstantinov, M. K., 2003, Synthesis, Physicochemical Investigation and Cytotoxic Activity of New Pt(II) Complexes with Hydantoin Ligands, *European Journal of Medicinal Chemistry*, vol. 38, pp. 627-632.
- Bruda S., Turnbull, M.M. , Lande, C. P., and Qing, X., 2006, Synthesis, Structures and Magnetic Properties of 2-aminomethylpyridine-Ni(II) Complexes, *Inorganica Chimica Acta*, vol. 359, pp. 298-308.
- Cotton, F.A. and Wilkinson, G., 1988, *Advanced Inorganic Chemistry*, Edisi 5, Wiley and Sons, New York.
- Kang S.G., Ryu, K., and Kim, J., 2002, Synthesis of a Di-N-cyanoethylated Tetraaza Macrocyclic Containing Eight C-Methyl Groups and Its Nickel(II) Complex : Effects of the Methyl Groups on Their Properties, *Bulletin of The Korean Chemical Society*, vol. 23, pp. 81-85.
- Lee. J.D., 1994, *Concise Inorganic Chemistry*, 4th edition, Chapman and Hall, London.
- Pezeshk, A. and Pezeshk, V., 1991, Drug-Metal Interactions : Spectroscopic Studies of Copper Hydantoin Complexes, *Journal of Inorganic Chemistry*, vol. 42, pp. 267-272.
- Raman, N., Ravichandran, S and Thangaraja, C., 2004, Copper(II), Cobalt(II), Nickel(II) and Zinc(II) Complexes of Schiff Base Derived from Benzyl-2,4-dinitrophenyl Hydrazone with Aniline, *Journal of Chemical Sciences*, vol. 116. pp. 215-219.
- Sonmez, M., 2003, *Synthesis and Spectroscopic Studies of Cu(II), Co(II), Ni(II) and Zn(II) Schiff Base Complexes from with 1-Amino-5-benzoyl-1H pyrimidine-2-on with Hydroxy Naphthaldehyde*, *Inorganic Chemistry*, vol. 77, pp. 397-402.