

AMOBILISASI KOMPLEK BESI(II) PADA P4VP DAN  
KARAKTERISASINYA

SKRIPSI

Oleh

Januris Setiawan

06 132 072



JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA & ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2010

## ABSTRAK

### Amobilisasi kompleks besi(II) pada P4VP dan karakterisasinya

Oleh :

Januris Stiawan

Dibimbing oleh Dr. Syukri dan Admi, M.Si

Katalis memiliki peranan penting dalam dunia industri, seperti industri energi, bahan bakar, farmasi dan bahan kimia, karena memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat pada suhu yang lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mensintesis dan melihat kestabilan kompleks besi(II) dengan ligan pelarut air dan asetonitril pada support P4VP, serta mempelajari kestabilan amobilat terhadap proses *leaching*. Keberhasilan proses grafting dilihat dengan menggunakan Fourier Transform-Infra Red (FT-IR), Scanning Electron Microscopy (SEM), dan Thermo Gravimetry Analysis (TGA), sedangkan kandungan logam yang terikat pada support P4VP di ukur dengan Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS). Pada penelitian ini kompleks besi(II) dengan ligan pelarut air dan asetonitril telah berhasil diamobilisasi pada polimer Poli-(4-vinilpiridin). Kedua material katalis yang dihasilkan cukup stabil terhadap proses *leaching*, hal ini ditegaskan dengan kecilnya persentase *leaching* yang terjadi yaitu berkisar antara 0,3-0,6 %.

## I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Katalis memiliki peranan penting dalam dunia industri, seperti industri energi, bahan bakar, farmasi dan bahan kimia. Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat pada suhu yang lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Dengan adanya katalis, reaksi yang awalnya memerlukan waktu yang lama bisa dibuat menjadi lebih singkat dengan hasil yang seragam.

Banyak katalis, termasuk kompleks logam transisi sampai sekarang telah diaplikasikan ke dalam fasa homogen dan heterogen. Pada fasa homogen, katalis dapat memberikan hasil yang signifikan pada beberapa reaksi, akan tetapi masalah utamanya adalah sulitnya memisahkan katalis dengan produk yang terbentuk, sehingga tidak dapat dipakai ulang. Selain itu akumulasi logam transisi dan ligan organik yang bersifat toksik dapat mencemari lingkungan sekitar. Usaha alternatif yang terus dikembangkan terkait dengan nilai ekonomi dan isu lingkungan dari katalis homogen ini adalah dengan mengambobilisasinya pada material pendukung (*support*), sehingga dihasilkan katalis yang heterogen <sup>(1)</sup>.

Beberapa logam transisi seperti tembaga(II) dan ruthenium(II) telah berhasil diamobilisasi pada support organik seperti poli-4-vinilpiridin (P4VP). Dalam banyak kasus, proses amobilisasi dilakukan melalui ikatan kovalen. Metoda ikatan kovalen ini dilaporkan dapat memberikan pengaruh pada kereaktifan dan selektivitas dari katalis<sup>(2,7)</sup>, karena ikatan kovalen tidak mengurangi jumlah anion dan mampu mempertahankan asiditas Lewis.

Pada penelitian ini diamobilisasi suatu katalis senyawa kompleks besi(II) dengan ligan pelarut air ( $H_2O$ ) dan asetonitril ( $NCCH_3$ ) pada permukaan material support (P4VP) dimana sebagai anion *counternya* adalah anion sulfat ( $SO_4^{2-}$ ). Material yang dihasilkan tersebut akan dikarakterisasi dengan *fourier Transform Infra Red* (FT-IR), *Spektrofotometri Serapan Atom* (SSA), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Thermo Gravimetry Analysis* (TGA).

Pemilihan polimer poli-4-vinilpiridin atau P4VP sebagai material *support* dikarenakan pada P4VP terdapat atom nitrogen yang memiliki pasangan elektron

sunyi sehingga memungkinkan berinteraksi dengan atom logam, Selain itu P4VP ini bersifat ramah lingkungan dan merupakan ligan berantai yang stabil, serta dari struktur 3 dimensi memiliki perangkap molekul sehingga memungkinkan berlangsungnya proses katalitis<sup>(1,2)</sup>.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Berdasarkan uraian di atas dapat dirumuskan masalah sebagai berikut :

1. Apakah P4VP dapat digunakan sebagai material support yang stabil terhadap senyawa kompleks besi(II) dengan ligan air dan asetonitril.
2. Apakah amobilat stabil terhadap terjadinya proses leaching.

## **1.3 Tujuan dan Manfaat**

### **1.3.1 Tujuan**

Berdasarkan permasalahan diatas penelitian ini bertujuan :

1. Mempelajari proses amobilisasi kompleks besi(II) pada material *support* P4VP.
2. Mempelajari bagaimana kestabilan amobilat terhadap kemungkinan terjadinya proses *leaching*.

### **1.3.2 Manfaat**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi landasan teori dan riset yang kuat untuk mengembangkan berbagai katalis dari amobilat kompleks besi(II) pada P4VP.

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan pada hasil penelitian ini, telah dapat diambil kesimpulan bahwa katalis dari kompleks besi(II) dengan ligan pelarut air dan asetonitril yang diamobilisasi pada polimer P4VP diprediksi telah berhasil disintesis. Hal ini ditunjukkan oleh spektra FTIR yang menyatakan adanya pergeseran bilangan gelombang pada gugus C=N piridin dari  $1600\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1637\text{ cm}^{-1}$ , yang menunjukkan bahwa telah terjadinya donor akseptor antara N piridin dengan logam pusat dan disertai dengan melemahnya intensitas resapan. Material katalis P4VP-/-Fe(NCCH<sub>3</sub>) dan P4VP-/-Fe(H<sub>2</sub>O) yang diamobilisasi secara langsung maupun tidak langsung memiliki kestabilan yang baik terhadap kemungkinan terjadinya *leaching*, hal ini dibuktikan dengan kecilnya persentase *leaching* yang hanya berkisar antara 0,3-0,6 %. Nilai ambang batas persentase *leaching* yang disepakati adalah 10 %. Katalis yang paling baik adalah katalis yang disintesis melalui metoda langsung dengan persentase *leaching* 0,34 – 0,37 %, sedangkan metoda tak langsung berkisar antara 0,59 – 0,60 %

### 5.2 Saran

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diajukan beberapa saran untuk melakukan penelitian selanjutnya :

1. Pengembangan penelitian selanjutnya diarahkan untuk meneliti kemampuan katalis terhadap berbagai reaksi organik maupun anorganik,
2. Untuk mendapatkan hasil yang lebih baik, disarankan melakukan eksperimen ini pada atmosfer inert (argon atau nitrogen).

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan pada hasil penelitian ini, telah dapat diambil kesimpulan bahwa katalis dari kompleks besi(II) dengan ligan pelarut air dan asetonitril yang diamobilisasi pada polimer P4VP diprediksi telah berhasil disintesis. Hal ini ditunjukkan oleh spektra FTIR yang menyatakan adanya pergeseran bilangan gelombang pada gugus C=N piridin dari  $1600\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1637\text{ cm}^{-1}$ , yang menunjukkan bahwa telah terjadinya donor akseptor antara N piridin dengan logam pusat dan disertai dengan melemahnya intensitas resapan. Material katalis P4VP-/Fe(NCCH<sub>3</sub>) dan P4VP-/Fe(H<sub>2</sub>O) yang diamobilisasi secara langsung maupun tidak langsung memiliki kestabilan yang baik terhadap kemungkinan terjadinya *leaching*, hal ini dibuktikan dengan kecilnya persentase *leaching* yang hanya berkisar antara 0,3-0,6 %. Nilai ambang batas persentase *leaching* yang disepakati adalah 10 %. Katalis yang paling baik adalah katalis yang disintesis melalui metoda langsung dengan persentase *leaching* 0,34 – 0,37 %, sedangkan metoda tak langsung berkisar antara 0,59 – 0,60 %

### 5.2 Saran

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diajukan beberapa saran untuk melakukan penelitian selanjutnya :

1. Pengembangan penelitian selanjutnya diarahkan untuk meneliti kemampuan katalis terhadap berbagai reaksi organik maupun anorganik,
2. Untuk mendapatkan hasil yang lebih baik, disarankan melakukan eksperimen ini pada atmosfer inert (argon atau nitrogen).

## DAFTAR PUSTAKA

1. Syukri, S., Sun, W., and Kühn, F. E., **2006**. Immobilization of Ruthenium(II) Salen Complexes on Poly(4-vinylpyridine) and their Application in Catalytic Aldehyde Olefination. *Tetrahedron Letters*, 48, 1613
2. Syukri, S., Hijazi, A. K., Sakhtivel, A., Al-Hmaideen, A. I., Kühn, F. E. **2006**. Heterogenization of Solvent-Ligated Copper(II) Complexes on Poly(4-vinylpyridine) for the Catalytic Cyclopropanation of olefins. *Inorganica Chimica Acta* 360 (2007): 197-201
3. Housecroft, C. E., and Sharpe, A. G. **2005**. *Inorganic Chemistry 2<sup>nd</sup> Edition*. Edinbrugh Gate. England. 786-787
4. Santen. R. A., Moulijn, J. A., A. N. van Leeuwen Piet., Averill, B. A. **1999**. *Catalysis An Integrated Approach*, 2<sup>nd</sup> Ed., Elsevier Science and Technology Books.
5. Purwanita, W. **2009**. *Validasi dan Pengembangan Penetapan Kadar tablet besi(II) sulfat dengan Metode Titrasi Permanganometri dan Serimetri sebagai Pembanding*. Universitas Muhammadiyah Surakarta: Surakarta. 4
6. Blaser, H. U., indolese, A. and Schnyder, A. **2000**. Applied Homogeneous Catalysis by Organometallic Complexes, *Current Science*, Vol. 78, No. 11, p.1336
7. Sakhtivel, A., Hijazi, A. K., Hanzlik, M., Chiang, A. S. T., Kühn, F. E. **2005**. Heterogenization of  $[\text{Cu}(\text{NCCH}_3)_6][\text{B}(\text{C}_6\text{F}_5)_4]_2$  and its Application in Catalytic Olefin Aziridination. *Applied Catalysis A : General* 294 (2005) 161.
8. Cotton, F. A., Wilkinson, G. and Gaus, P. L., (Suharto, S. Terj.), **1976**, *Kimia Anorganik Dasar*, UI-Press : Jakarta, 419
9. Zhao, S. X., Bao, X. Y., Guo, W., and Lee, F. Y. **2006**. Immobilizing Catalysts on Porous Material, *Materials Today*, Vol. 9, No. 3, p. 32
10. Sakhtivel, A., Syukri, S., Hijazi, A. K., and Kühn, F. E. **2006**. Heterogenization of  $[\text{Cu}(\text{NCCH}_3)_6][\text{BF}_4]_2$  on Mesoporous AlMCM-41/AlMCM-48 and its Application as Cyclopropanation Catalyst, *Catalysis Letter*, 111, p.43