

# Karakteristik Spektra Inframerah dan Difraktogram Sinar-X Produk Sintesis Senyawa [Zn(Salen)]

**Gede Agus Beni Widana<sup>1\*</sup>, Made Vivi Oviantari<sup>2</sup>, Rachmadani<sup>3</sup>, Kadek Dwita Gayatri<sup>4</sup>**

<sup>1,2,4</sup> Program Studi Kimia Terapan, Universitas Pendidikan Ganesha, Singaraja, Indonesia

<sup>3</sup> Program Studi Kimia, Universitas Pendidikan Ganesha, Singaraja, Indonesia

\* Gede Agus Beni Widana / [gedeagusbeniwidana@undiksha.ac.id](mailto:gedeagusbeniwidana@undiksha.ac.id)

## ABSTRAK

Senyawa anorganik logam blok *d* sudah digunakan untuk tujuan pengobatan seperti seng sulfat ( $ZnSO_4$ ) dan besi sulfat ( $FeSO_4$ ). Senyawa  $ZnSO_4$  saat ini digunakan untuk mengatasi kasus diare, dan  $FeSO_4$  untuk mengatasi kasus anemia atau kurang darah. Senyawa kompleks  $Zn(II)$  dengan berbagai jenis ligan lebih efektif sebagai antibakteri gram positif dan negatif dibandingkan dengan ligan bebasnya. Kompleks  $Zn(II)$  dengan ligan yang memiliki substituen hidrofobik, menunjukkan aktivitas antibakteri yang paling kuat. Telah berhasil disintesis ligan basa Schiff jenis  $H_2\text{salen}$  dan kompleksnya dengan ion logam  $Zn(II)$  dengan perbandingan mol 1:1 dalam pelarut metanol dan terbentuk senyawa  $[Zn(\text{salen})]$ . Keberhasilan sintesis didasari dari karakteristik spektra inframerah dan difraktogram sinar X yang berbeda satu dengan lainnya. Senyawa kompleks  $[Zn(\text{salen})]$  potensial diaplikasikan sebagai antibakteri, maupun agen fotokatalis.

**Kata Kunci:**  $H_2\text{salen}$ ,  $[Zn(\text{salen})]$ , Ftir, Xrd

## 1. PENDAHULUAN

Saat ini, banyak senyawa organik berhasil diisolasi dari bahan alam dan ada pula yang disintesis menggunakan metode-metode modern. Salah satu senyawa organik yang potensial adalah basa Schiff. Perkembangan senyawa organik jenis basa Schiff dan senyawa kompleksnya sangat menjanjikan karena senyawa tersebut potensial berperan di bidang industri maupun kesehatan (Kargar, dkk., 2021). Senyawa kompleks yang potensial dikembangkan adalah kompleks antara ion  $Zn(II)$  dengan ligan organik basa Schiff. Diketahui bahwa senyawa berbasis seng seperti  $ZnSO_4$  yang saat ini digunakan untuk mengatasi kasus diare pada dewasa maupun anak-anak. Salah satu penyebab diare adalah bakteri dan kinerja  $ZnSO_4$  berkaitan dengan aktivitasnya sebagai antibakteri.

Pengembangan penelitian berbasis Zn sebagai antibakteri telah banyak dilakukan, salah satunya dengan kompleks  $[Zn(II)L]$ . Kompleks  $[ZnL]$  lebih efektif sebagai antibakteri dibandingkan ligannya. Kompleks  $[ZnL]$  dengan ligan bersubstituen hidrofobik lebih efektif dibandingkan lainnya. Keberadaan gugus yang dapat membentuk ikatan hidrogen aktivitas antibakterinya lebih tinggi (Marchetti, dkk., 2022). Masuknya spesi  $Zn^{2+}$  ke dalam sel bakteri menjadi salah satu usulan mekanisme penghambatan pertumbuhan bakteri. Keberadaan senyawa organik yang mengandung gugus bersifat lipofilik dan berperan sebagai ligan yang membentuk komplek kelat menjadi faktor penting yang dipertimbangkan dalam membuat kompleks yang akan difungsionalisasi sebagai antibakteri (Awad, dkk., 2014). Dalam penelitian ini, akan dibuat ligan kelat tridentat dan tetridentat yang mengandung cincin berikatan  $\pi$ . Sehingga dalam penelitian ini akan dibuat kompleks yang memenuhi kriteria tersebut. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  dengan dua ligan hasil kondensasi salisilaldehida dengan etilendiamina (tetridentat -ONNO-).

## 2. KAJIAN PUSTAKA

### 2.1 Basa Schiff dan senyawa kompleksnya

Senyawa organik yang mengandung gugus berikatan imina ( $-C=N-$ ) dikenal dengan banyak nama seperti basa Schiff, dan azometin. Senyawa tersebut dapat disintesis melalui reaksi kondensasi antara senyawa organik yang mengandung gugus amina primer dan aldehida atau keton dalam pelarut tertentu yang sesuai. Gugus tersebut berguna sebagai agen pengikat karena strukturnya yang beragam, metode sintesis yang mudah dilakukan, dan potensial diaplikasikan di berbagai bidang industri serta di bidang kedokteran (Kargar, dkk., 2021). Salah satu jenis basa Schiff adalah  $H_2\text{salen}$ . Senyawa ini disintesis dengan cara mereaksikan salisilaldehida dan diamina dalam perbandingan mol 2:1. Ligan  $H_2\text{salen}$  memiliki bilangan koordinasi empat (ONNO), yang dapat mengikat logam dengan membentuk dua ikatan kovalen

dan dua ikatan kovalen koordinatif untuk membentuk geometri trans planar serta posisi aksial kosong untuk ligan tambahan (Malik, dkk., 2018).

Keunggulan ligan tipe salen terletak pada kemudahan pembentukan kelat dengan ion logam transisi. Melalui sistem kelat tersebut, senyawa kompleksnya mengalami peningkatan sifat antiproliferatif, dan sifatnya sebagai antioksidan bila dibandingkan dengan ligan organik induk/tunggal (Culita, dkk., 2019). Koordinasi ligan tipe salen dengan atom logam seri 3d, khususnya tembaga, nikel, dan seng, memiliki sifat listrik, spektroskopi, kristalografi, enzim, dan katalitik yang dapat disesuaikan, serta memiliki fungsi struktural yang kaya tergantung pada aplikasi spesifik.

## 2.2 Karakterisasi FTIR dan XRD

Karakterisasi FTIR yang dihasilkan berupa spektrum infrared. Karakterisasi FTIR bertujuan untuk mengetahui jenis-jenis gugus fungsi spesifik penyusun suatu molekul. Spektrum FT-IR direkam menggunakan spektrofotometer FT-IR pada rentang 4000–400  $\text{cm}^{-1}$  dengan menggunakan pelet KBr. Uji *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan metode uji karakterisasi material yang memanfaatkan sinar X dalam mengidentifikasi jenis serta sifat kristal dari suatu material. Material sumber radiasi sinar X umumnya menggunakan unsur Cu dengan radiasi  $\text{K}\alpha$  1,5405 Å (Kargar, dkk., 2021).

## 3. METODE

Penelitian ini adalah eksperimental, yaitu melakukan pembuatan atau sintesis senyawa organik H<sub>2</sub>salen dan senyawa kompleks Zn(II) dengan ligan organik H<sub>2</sub>salen yang dihasilkan sebelumnya. H<sub>2</sub>salen dibuat melalui metode refluks dengan mereaksikan 10 mmol etilendiamina dengan 20 mmol salisilaldehida dalam pelarut metanol. Setelah 30 menit, wadah yang berisi larutan reaksi dimasukkan ke dalam penangas es, dan terbentuk padatan (Kargar, dkk., 2021). Padatan ini dicuci dengan akuades dan etanol panas. H<sub>2</sub>salen ini dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FT-inframerah dan difraktometer sinar-X.

Selanjutnya, 10 mmol H<sub>2</sub> salen dan 30 mmol natrium asetat dilarutkan dalam metanol, dipanaskan sambil diaduk kuat dalam alat refluks. Secara perlahan, dimasukkan tetes demi tetes larutan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dalam air ke dalam larutan H<sub>2</sub>salen panas, diaduk kuat dan direfluks. Setelah satu jam, endapan yang dihasilkan disaring, kemudian dicuci dengan akuades dan metanol panas, dan diperoleh padatan. Produk yang diduga senyawa kompleks Zn(II) dengan ligan H<sub>2</sub>salen ini dikarakterisasi dengan spektrofotometer FT-inframerah dan difraktometer sinar-X (Kargar, dkk., 2021). Informasi berupa spektra dan difraktogram H<sub>2</sub>salen dan senyawa kompleks [Zn(II)salen] dibandingkan satu dengan lainnya untuk menetapkan keberhasilan sintesis yang telah dilakukan.

## 4. TEMUAN DAN DISKUSI

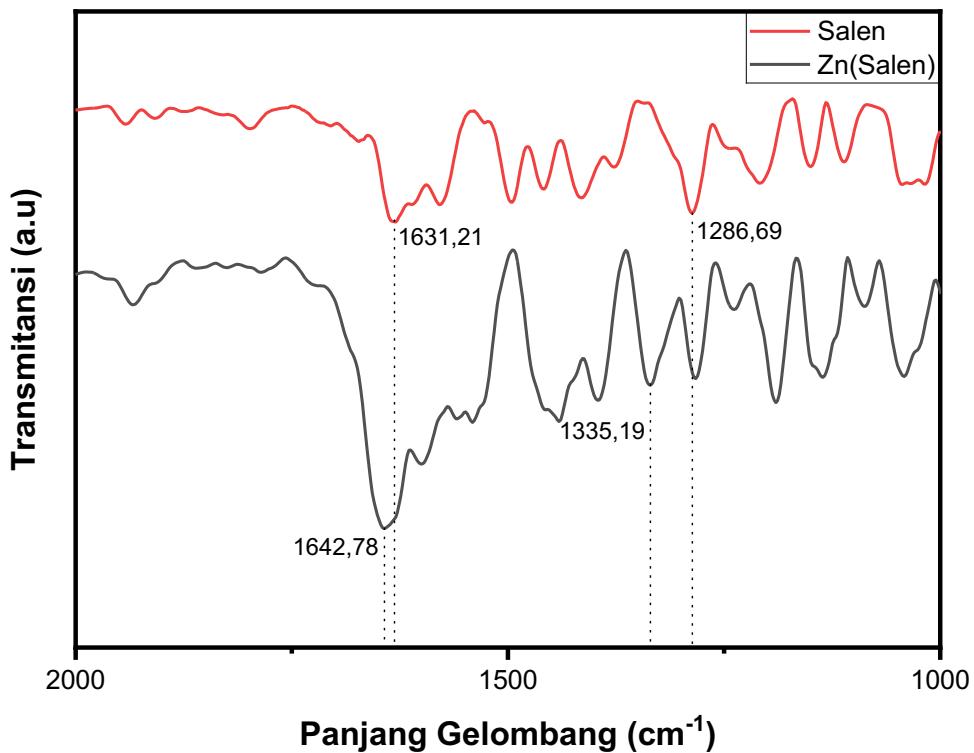
### 4.1 TEMUAN

Produk hasil sintesis H<sub>2</sub>salen dan [Zn(II)salen] menunjukkan penampakan morfologi dan warna seperti yang tampilan pada **Gambar 1**.



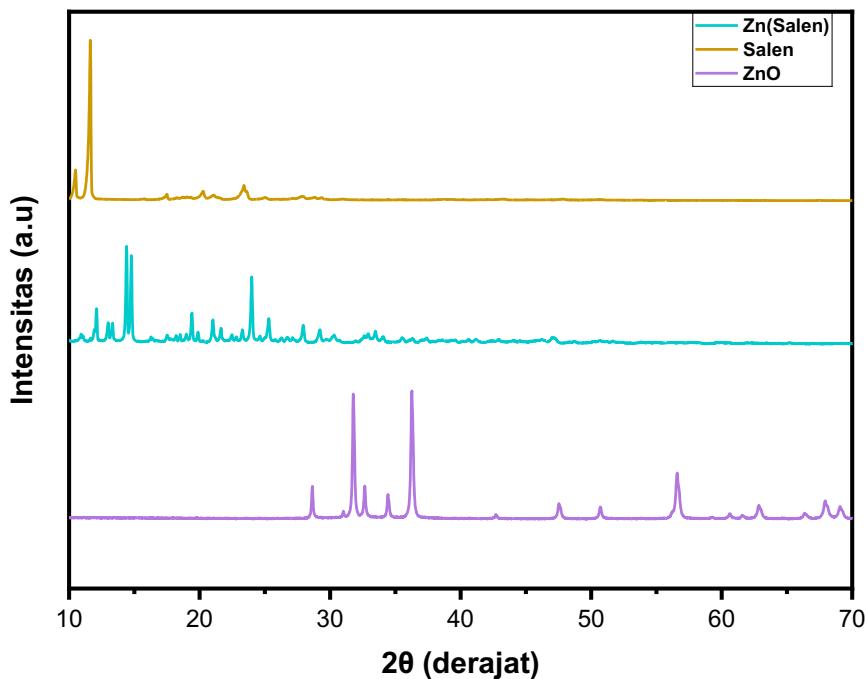
**Gambar 1.** Padatan (a) H<sub>2</sub>salen berwarna kuning, dan (b) kompleks [Zn(II)salen] berwarna oranye

Padatan H<sub>2</sub>salen dan kompleks [Zn(salen)] dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR, dan diperoleh spektra seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2**. Salah satu penciri dari H<sub>2</sub>salen sebagai salah jenis senyawa organik basa Schiff adalah munculnya puncak transmitansi di sekitar 1600-1650  $\text{cm}^{-1}$  yang khas untuk gugus imina (-C=N-) (Kargar, dkk., 2021). Spektra inframerah sampel H<sub>2</sub>salen hasil sintesis menunjukkan puncak transmitansi di bilangan gelombang 1631  $\text{cm}^{-1}$  dan 1286  $\text{cm}^{-1}$  yang secara berturut-turut merupakan indikasi vibrasi ikatan dari gugus -C=N- dan -C-OH. Pada spektra FTIR kompleks [Zn(salen)] muncul puncak transmitansi baru yang berbeda dengan spektra H<sub>2</sub>salen yaitu di 1642  $\text{cm}^{-1}$  dan 1335  $\text{cm}^{-1}$ .



**Gambar 2.** Spektra inframerah senyawa H<sub>2</sub>salen dan [Zn(salen)]

Sampel H<sub>2</sub>salen, [Zn(salen)] dan ZnO dikarakterisasi dengan X-ray difrakrometer dan pola difraktogramnya seperti tampak pada **Gambar 3**. Difraktogram senyawa organik H<sub>2</sub>salen menunjukkan puncak-puncak difraksi dengan 2theta di 10,5; 11,6; 17,5; 20,2; dan 23,4° dengan puncak tertinggi di 11,6°. Pada senyawa kompleks [Zn(salen)] memberikan respon difraksi sinar-X pada 2theta di 12; 13; 14,4; 14,8; 19,4; 21; 21,6; 25,3; dan 27,9°, dan puncak difraktogram tertinggi pada 2theta 14,4°. Sebagai pembanding, digunakan ZnO, dan pola difraktogramnya menunjukkan puncak di 31,8°.



**Gambar 3.** Difraktogram sampel H<sub>2</sub>salen, [Zn(salen)] dan ZnO

#### 4.2 Diskusi

Berdasarkan spektra inframerah senyawa kompleks [Zn(salen)] dibandingkan H<sub>2</sub>salen, yang ditunjukkan di **Gambar 2**, terjadi pergeseran puncak transmitansi vibrasi ikatan -C=N-/imina sebesar 11 cm<sup>-1</sup> dan ini menjadi indikasi bahwa atom nitrogen dalam imina telah berkoordinasi dengan ion logam Zn<sup>2+</sup>. Demikian pula, ada pergeseran bilangan gelombang sekitar 50 cm<sup>-1</sup> dan ini menjadi indikasi bahwa gugus -C-O- telah membentuk ikatan baru dengan ion logam Zn<sup>2+</sup> mengganti atom H, terjadi perubahan ikatan-C-O-H menjadi -C-O-Zn. Oleh karena itu, dapat dinyatakan bahwa senyawa kompleks [Zn(salen)] telah terbentuk karena profil spektranya berbeda dengan ligan induknya dan tampak pergeseran bilangan gelombang yang terjadi pada gugus -C=N- dan -C-O-. Berdasarkan difraktogram seperti yang ditampilkan pada **Gambar 3**, menunjukkan bahwa ketiga sampel yang diuji yaitu H<sub>2</sub>salen, [Zn(salen)] dan ZnO memiliki struktur molekul yang berbeda satu dengan lainnya. Selain itu, difraktogram tersebut juga menjadi bukti bahwa senyawa kompleks [Zn(salen)] telah berhasil disintesis karena memiliki struktur yang berbeda dengan ligannya (H<sub>2</sub>salen). Keberhasilan pembentukan senyawa kompleks dapat diketahui dari perbedaan pola spektra inframerah dan difraktogram sinar X dengan ligannya.

#### 5. KESIMPULAN

Perbandingan spektra inframerah dan difraktogram sinar-X antara H<sub>2</sub>salen dengan kompleks Zn(II) dengan H<sub>2</sub>salen, menunjukkan bahwa senyawa kompleks [Zn(II)salen] menunjukkan struktur yang berbeda. Atas kedua informasi karakterisasi tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa organik H<sub>2</sub>salen dan senyawa kompleks [Zn(II)salen] berhasil disintesis.

#### 6. ACKNOWLEDGEMENT

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat Universitas Pendidikan Ganesha, karena sudah mendukung pembiayaan penelitian ini dengan kontrak penelitian nomor: 703/UN48.16/PT/2025. Peneliti juga menyampaikan terima kasih kepada Laboratorium Terpadu atas ijin menggunakan instrumen spektrofotometer FTIR dan XRD.

#### 7. DAFTAR PUSTAKA

Atwood, D. A., & Harvey, M. J. (2001). Group 13 compounds incorporating salen ligands. *Chemical reviews*, 101(1), 37-52. <https://doi.org/10.1021/cr990008v>

- Awad, A.I. Abou-Kandil, I. Elsabbagh, M. Elfass, M. Gaafar, E. Mwafy, Polymer nanocomposite's part 1: structural characterization of zinc oxide nanoparticles synthesized via novel calcination method, *J. Thermoplast. Compos. Mater.* 28 (2014) 1343-1358. <https://doi.org/10.1177/0892705714551241>
- Culita, D. C., Dyakova, L., Marinescu, G., Zhivkova, T., Spasov, R., Patron, L., ... & Oprea, O. (2019). Synthesis, characterization and cytotoxic activity of Co (II), Ni (II), Cu (II), and Zn (II) complexes with nonsteroidal antiinflamatory drug isoxicam as ligand. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 29(2), 580-591. <https://doi.org/10.1007/s10904-018-1033-2> <https://www.halodoc.com/kesehatan/zinc-sulfate?srsltid=AfmB0oopJ58I360DEGeqVOWCdUACBfBv4eMXawFFO27BPZbG2Wgi3phr>
- Kargar, H., Ardakani, A. A., Tahir, M. N., Ashfaq, M., & Munawar, K. S. (2021). Synthesis, spectral characterization, crystal structure and antibacterial activity of nickel (II), copper (II) and zinc (II) complexes containing ONNO donor Schiff base ligands. *Journal of Molecular Structure*, 1233, 130112. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2021.130112>
- Malik, M. A., Dar, O. A., Gull, P., Wani, M. Y., & Hashmi, A. A. (2018). Heterocyclic Schiff base transition metal complexes in antimicrobial and anticancer chemotherapy. *MedChemComm*, 9(3), 409-436. <https://doi.org/10.1039/C7MD00526A>
- Marchetti F, Pettinari R, Verdicchio F, Tombesi A, Scuri S, Xhafa S, Olivieri L, Pettinari C, Choquesillo-Lazarte D, García-García A, Rodríguez-Diéguez A. Role of hydrazone substituents in determining the nuclearity and antibacterial activity of Zn (II) complexes with pyrazolone-based hydrazones. *Dalton Transactions*. 2022;51(37):14165-81. <https://doi.org/10.1039/D2DT02430F>