

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

Gede Agus Beni Widana^{1*}, Made Vivi Oviantari², Rachmadani³, Kadek Dwita Gayatri⁴

^{1,2,4} Program Studi Kimia Terapan, Universitas Pendidikan Ganesha, Singaraja, Indonesia

³ Program Studi Kimia, Universitas Pendidikan Ganesha, Singaraja, Indonesia

* Gede Agus Beni Widana / 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_2salen dan kompleksnya dengan ion logam Zn(II) dengan perbandingan mol 1:1 dalam pelarut metanol dan terbentuk senyawa $[\text{Zn}(\text{salen})]$. Keberhasilan sintesis didasari dari karakteristik spektra inframerah dan difraktogram sinar X yang berbeda satu dengan lainnya. Senyawa kompleks $[\text{Zn}(\text{salen})]$ potensial diaplikasikan sebagai antibakteri, maupun agen fotokatalis.

Kata Kunci: H_2salen , $[\text{Zn}(\text{salen})]$, 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 $[\text{Zn(II)L}]$. Kompleks $[\text{ZnL}]$ lebih efektif sebagai antibakteri dibandingkan liganannya. Kompleks $[\text{ZnL}]$ 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 kompleks kelat menjadi faktor penting yang dipertimbangkan dalam membuat kompleks yang akan difungsionilasi sebagai antibakteri (Awad, dkk., 2014). Dalam penelitian ini, akan dibuat ligan kelat tridentat dan tetradentat yang mengandung cincin berikatan π . 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 salisilaldehid dengan etilendiamina (tetradentat -ONNO-).

2. KAJIAN PUSTAKA

2.1 Basa Schiff dan senyawa kompleksnya

Senyawa organik yang mengandung gugus berikatan imina ($-\text{C}=\text{N}-$) 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_2salen . Senyawa ini disintesis dengan cara mereaksikan salisilaldehid dan diamina dalam perbandingan mol 2:1. Ligan H_2salen 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 $4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ 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 $K\alpha$ $1,5405\text{ \AA}$ (Kargar, dkk., 2021).

3. METODE

Penelitian ini adalah eksperimental, yaitu melakukan pembuatan atau sintesis senyawa organik $H_2\text{salen}$ dan senyawa kompleks $Zn(II)$ dengan ligan organik $H_2\text{salen}$ yang dihasilkan sebelumnya. $H_2\text{salen}$ dibuat melalui metode refluks dengan mereaksikan 10 mmol etilendiamina dengan 20 mmol salisilaldehid 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. $H_2\text{salen}$ ini dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FT-inframerah dan difraktometer sinar-X.

Selanjutnya, 10 mmol $H_2\text{salen}$ dan 30 mmol natrium asetat dilarutkan dalam metanol, dipanaskan sambil diaduk kuat dalam alat refluks. Secara perlahan, dimasukkan tetes demi tetes larutan $Zn(NO_3)_2$ dalam air ke dalam larutan $H_2\text{salen}$ 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 $H_2\text{salen}$ ini dikarakterisasi dengan spektrofotometer FT-inframerah dan difraktometer sinar-X (Kargar, dkk., 2021). Informasi berupa spektra dan difraktogram $H_2\text{salen}$ dan senyawa kompleks $[Zn(II)\text{salen}]$ dibandingkan satu dengan lainnya untuk menetapkan keberhasilan sintesis yang telah dilakukan.

4. TEMUAN DAN DISKUSI

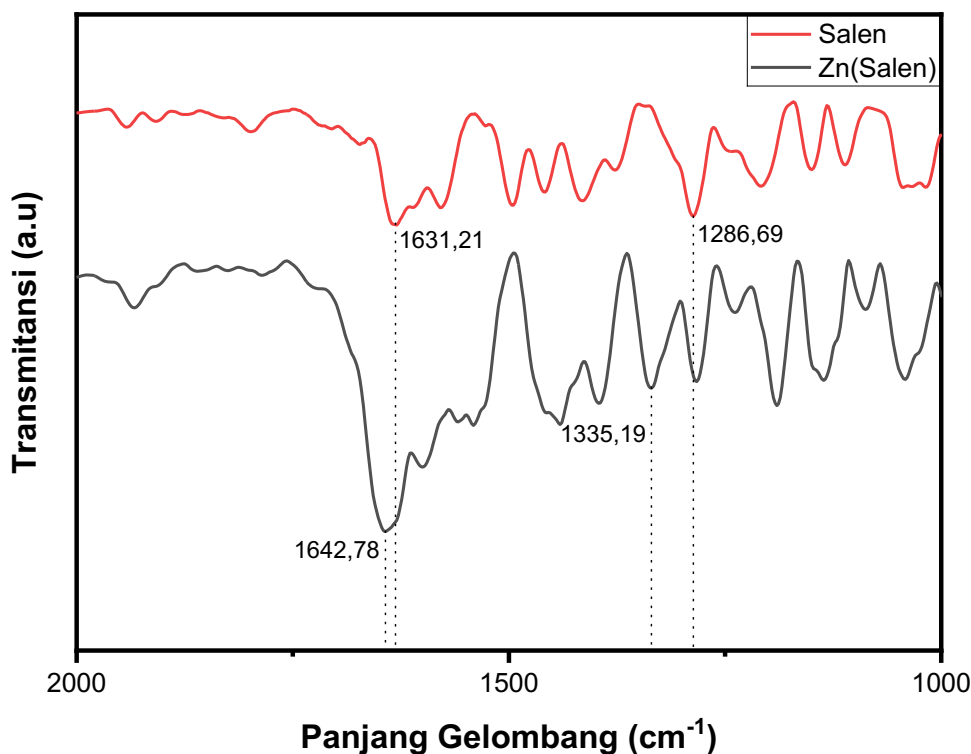
4.1 TEMUAN

Produk hasil sintesis $H_2\text{salen}$ dan $[Zn(II)\text{salen}]$ menunjukkan penampakan morfologi dan warna seperti yang tampilan pada **Gambar 1**.



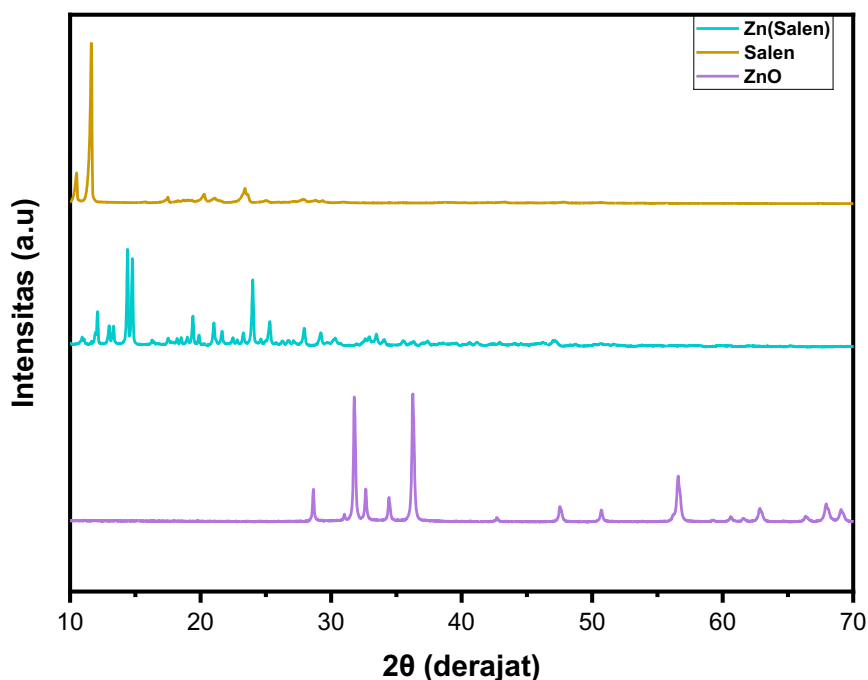
Gambar 1. Padatan (a) $H_2\text{salen}$ berwarna kuning, dan (b) kompleks $[Zn(II)\text{salen}]$ berwarna oranye

Padatan $H_2\text{salen}$ dan kompleks $[Zn(\text{salen})]$ dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR, dan diperoleh spektra seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2**. Salah satu penciri dari $H_2\text{salen}$ sebagai salah jenis senyawa organik basa Schiff adalah munculnya puncak transmitansi di sekitar $1600\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$ yang khas untuk gugus imina ($-C=N-$) (Kargar, dkk., 2021). Spektra inframerah sampel $H_2\text{salen}$ hasil sintesis menunjukkan puncak transmitansi di bilangan gelombang 1631 cm^{-1} dan 1286 cm^{-1} yang secara berturut-turut merupakan indikasi vibrasi ikatan dari gugus $-C=N-$ dan $-C-OH$. Pada spektra FTIR kompleks $[Zn(\text{salen})]$ muncul puncak transmitansi baru yang berbeda dengan spektra $H_2\text{salen}$ yaitu di 1642 cm^{-1} dan 1335 cm^{-1} .



Gambar 2. Spektra inframerah senyawa H_2salen dan $[\text{Zn}(\text{salen})]$

Sampel H_2salen , $[\text{Zn}(\text{salen})]$ dan ZnO dikarakterisasi dengan X-ray difrakometer dan pola difraktogramnya seperti tampak pada **Gambar 3**. Difraktogram senyawa organik H_2salen menunjukkan puncak-puncak difraksi dengan 2θ di 10,5; 11,6; 17,5; 20,2; dan 23,4° dengan puncak tertinggi di 11,6°. Pada senyawa kompleks $[\text{Zn}(\text{salen})]$ memberikan respon difraksi sinar-X pada 2θ di 12; 13; 14,4; 14,8; 19,4; 21; 21,6; 25,3; dan 27,9°, dan puncak difraktogram tertinggi pada 2θ 14,4°. Sebagai pembanding, digunakan ZnO , dan pola difraktogramnya menunjukkan puncak di 31,8°.



Gambar 3. Difraktogram sampel H_2salen , $[Zn(salen)]$ dan ZnO

4.2 Diskusi

Berdasarkan spektra inframerah senyawa kompleks $[Zn(salen)]$ dibandingkan H_2salen , yang ditunjukkan di **Gambar 2**, terjadi pergeseran puncak transmitansi vibrasi ikatan $-C=N-/$ imina sebesar 11 cm^{-1} dan ini menjadi indikasi bahwa atom nitrogen dalam imina telah berkoordinasi dengan ion logam Zn^{2+} . Demikian pula, ada pergeseran bilangan gelombang sekitar 50 cm^{-1} dan ini menjadi indikasi bahwa gugus $-C-O-$ telah membentuk ikatan baru dengan ion logam Zn^{2+} 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_2salen , $[Zn(salen)]$ 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 ligananya (H_2salen). Keberhasilan pembentukan senyawa kompleks dapat diketahui dari perbedaan pola spektra inframerah dan difraktogram sinar X dengan ligananya.

5. KESIMPULAN

Perbandingan spektra inframerah dan difraktogram sinar-X antara H_2salen dengan kompleks $Zn(II)$ dengan H_2salen , menunjukkan bahwa senyawa kompleks $[Zn(II)salen]$ menunjukkan struktur yang berbeda. Atas kedua informasi karakterisasi tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa organik H_2salen 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 antiinflammatory 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?srsId=AfmBOoopJ58I360DEGeqVOWCdUACBfBv4eMXawFFO27BPZbG2Wgi3phr>
- 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>