

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPLEKS  
DIKLOROPENTASULFAMETOKSAZOLBESI(III) KHLORIDA.nHIDRAT  
(n = 0 , 1 , 2, atau 3)**

*Sentot Budi Rahardjo, Sayekti Wahyuningsih, Vivitri Dewi Prasasty*

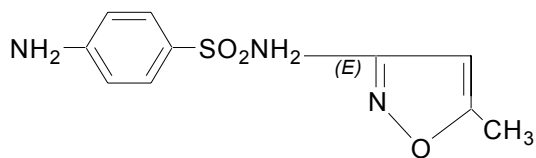
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta

**ABSTRAK.** Kompleks dikloropentasulfametoksazolbesi(III) khlorida.nhidrat,  $[Fe(sm) Cl]Cl \cdot nH_2O$  telah disintesis. Kompleks bersifat paramagnetik dengan  $m_{eff} = 5,83$  BM, muatan kation : anion = 2:1 serapan maksimum  $357,0nm (l_1)$  dan  $334,1nm (l_2)$ . Serapan gugus fungsi N-H primer ( $3469 cm^{-1}$ ) dari sulfametoksazol mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih besar ( $3478 cm^{-1}$ ), diperkirakan N-H primer terkoordinasi pada Fe(III). Spektra elektronik  $[Fe(sm) Cl]Cl$  dalam methanol menunjukkan serapan maksimum  $357,0 nm \{e = 479,67 (L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1})\}$  dan  $334,1 nm \{e = 484,48 (L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1})\}$ . Transisi elektron pada kompleks adalah transisi  ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{2g}$  (D) untuk  $l_1$  dan transisi  ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$  (D) untuk  $l_2$ . Struktur kompleks diperkirakan oktahedral

Kata kunci : *dichloropentasulfametoksazolbesi(III) khlorida, paramagnetic, oktahedral*

**PENDAHULUAN**

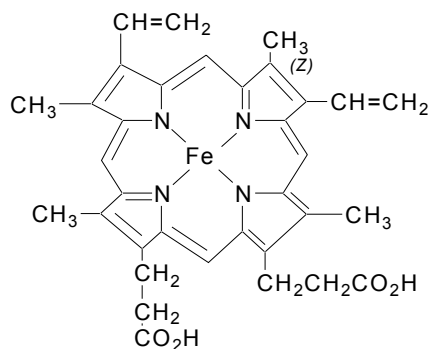
Sulfametoksazol merupakan turunan dari paraamino benzensulfonamid (sulfanilamid), Gambar 1, dan merupakan obat antimikroba, digunakan untuk mengobati dan mencegah beberapa penyakit infeksi (Ian Tanu, 1980). Sulfonamid sebagai penarik besi dari protein bakteri sehingga diharapkan dapat memberikan sifat bakterisid (mematikan) terhadap bakteri karena hilangnya besi dari protein bakteri.



Gambar 1. Struktur Sulfametoksazol

Telah diketahui dalam system biologi bahwa besi sebagai pembawa oksigen dalam hemoglobin. Berat molekul hemoglobin berkisar 64.500 dan mengandung empat sub

unit penyusunnya yang masing-masing mengandung gugus *heme*, kompleks besi(II) dari protoporphyrin (Gambar 2) bergabung dengan protein globin (Cotton, F. A et al, 1995)



Gambar 2. Heme (protoheme)

Sulfametoksazol mempunyai atom donor elektron seperti N primer, N sekunder, N pada rantai siklik lima dan enam, O pada  $SO_2$ , dan O pada rantai siklik lima. Dari beberapa atom donor tersebut ada yang mampu mengikat

atom pusat untuk membentuk senyawa kompleks dengan struktur tertentu. Struktur kompleks Fe(III) umumnya octahedral (Byunghoon, K et al, 1999), namun struktur lain seperti tetrahedral, segiempat planar dan piramida juga dapat terjadi (Shuangxi, W, et al, 1997; Cotton and Wilkinson, 1995).

Disini akan dibicarakan sintesis kompleks Fe(III) dengan sulfametoksazol dan sifat-sifatnya.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan yaitu: Magnetic Susceptibility Balance Auto 10169 Sherwood Scientific, Spektrofotometer *UV-Vis* Double Beam 1601 Shimadzu, Spektrofotometer *FT-IR* 2000 Perkin Elmer, Konduktometer 4071 CE Jenway, Spektrofotometer Serapan Atom AA 6650 F Shimadzu. Bahan-bahan yang digunakan umumnya E. Merck.

### Prosedur Penelitian

#### *Penentuan Bilangan Koordinasi*

Dibuat larutan seri antara logam dan ligan, konsentrasi larutan ion logam dibuat tetap sedangkan konsentrasi larutan ligan dibuat bervariasi, kemudian diukur serapannya dengan spektrofotometer *UV-Vis*. Perbandingan mol ion logam : ligan dari 1 : 0 sampai dengan 1 : 8. Pembuatan seri larutan ditunjukkan oleh Tabel 1.

Tabel 1. Seri Larutan Perbandingan mol

No.	Fe <sup>3+</sup> (mmol)	Ligan (mmol)	M : L
1.	0,005	0	1:0
2.	0,005	0,005	1:1
3.	0,005	0,01	1:2
4.	0,005	0,015	1:3
5.	0,005	0,02	1:4
6.	0,005	0,025	1:5
7.	0,005	0,03	1:6
8.	0,005	0,035	1:7
9.	0,005	0,04	1:8

### *Sintesis Fe(III)-Sulfametoksazol*

Sintesis kompleks Fe(III)-Sulfametoksazol dilakukan berdasar prosedur Byunghoon, et al (1999). Fe(III) klorida heksahidrat 0,54 g (2 mmol) dalam metanol (5 ml) ditambahkan secara bertetes-tetes pada larutan sulfametoksazol 3,04 g (12 mmol) dalam metanol (30 ml) kemudian diaduk dengan magnetik stirer. Didinginkan kurang lebih 48 jam pada suhu ruangan hingga terbentuk endapan (kristal), disaring, direkristalisasi kemudian dikeringkan dalam eksikator ((1,72 g ; 60,35%))

### *Pengukuran Daya Hantar Listrik*

Sampel dan larutan standar dilarutkan dalam dimetilformamida (DMF) dan dibuat dalam konsentrasi 10<sup>-3</sup> M. Larutan standar yang digunakan adalah NaNO<sub>3</sub> dan KNO<sub>3</sub> untuk perbandingan kation : anion = 1 : 1, untuk perbandingan kation : anion = 1 : 2 digunakan larutan standar MgCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O dan Mn (SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O sedangkan untuk perbandingan kation : anion = 1 : 3 digunakan AlCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O dan Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O. Data yang diperoleh adalah daya hantar spesifik (K).

### *Pengukuran Kadar Besi dalam Kompleks*

Larutan standar induk dibuat dengan melarutkan FeCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O dalam air, sehingga didapat standar Fe<sup>3+</sup> 100 ppm. Konsentrasi larutan standar dibuat pada 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm yang di ambil dari larutan standar induk. Masing-masing larutan standar diukur kembali konsentrasinya dengan spektrofotometer serapan atom (SSA). Larutan sampel dibuat dengan cara menimbang sejumlah sampel pada konsentrasi 2, 3, 5, 7, dan 9 ppm lalu dilarutkan dalam air sampai volume 100 ml. Kemudian diukur konsentrasinya yang sesuai dengan serapan maksimal atom besi. Data yang diperoleh berupa konsentrasi (ppm) sampel yang berada di dalam range konsentrasi larutan standar hasil pengukuran.

### *Pengukuran Momen Magnet*

Padatan kompleks dimasukkan ke

dalam tabung dengan panjang antara 15,0-45,0 mm, berat antara 0,001-0.9999 g. Harga ini merupakan sensitivitas massa dari sampel. Data yang dicatat antara lain panjang sampel dalam tabung (mm), berat tabung berisi sampel dikurangi berat tabung kosong dan sensitivitas massanya (per-gram atom = 1 s/d  $100 \times 10^{-6}$ ).

#### Pengukuran Spektrum Infra Merah (IR)

Masing-masing sampel kompleks dan ligan sulfametoksazol (1 mg) dibuat pelet dengan menggunakan KBr kering (300 mg). Masing-masing pelet diukur dengan spektrofotometer Infra Merah pada daerah  $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ .

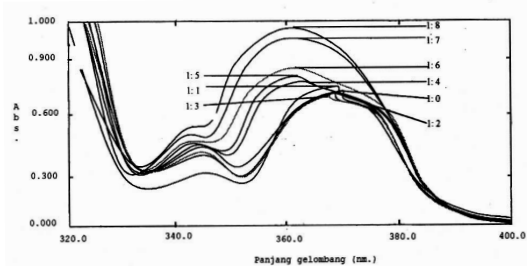
#### Pengukuran Spektrum Elektronik

Kompleks dilarutkan dalam metanol dengan konsentrasi tertentu (0,1M) kemudian diukur absorbansinya pada daerah *UV-VIS* dengan panjang gelombang 300-500 nm.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### Penentuan Bilangan Koordinasi Kompleks dengan metode Perbandingan Mol

Hasil spektra yang diperoleh dari pencampuran Fe (III) dengan sulfametoksazol ditunjukkan oleh Gambar 3.



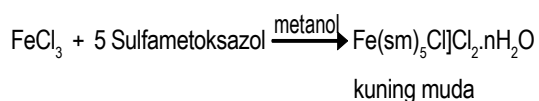
Gambar 3. Spektra kompleks besi (III) dengan sulfametoksazol pada perbandingan mol logam: mol ligan = 1 : 0 sampai dengan 1 : 8

Pada Gambar 3 terlihat bahwa mulai terjadi pergeseran panjang gelombang pada perbandingan mol logam : mol ligan = 1 : 6, ini

mengindikasikan terbentuknya kompleks Fe(III) dengan sulfametoksazol. Perbandingan selanjutnya tidak menunjukkan adanya pergeseran yang berarti. Ini berarti bahwa Fe(III) dengan sulfametoksazol membentuk bilangan koordinasi enam. Panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\text{maks.}}$ ) kompleks sebesar 356,2 nm

#### Sintesis Senyawa Kompleks

Reaksi antara  $\text{FeCl}_3$  dengan sulfametoksazol dalam metanol menghasilkan kristal berwarna kuning muda.



Pembentukan kristal terjadi setelah didiamkan selama 48 jam. Ini dimungkinkan kinetika reaksi berjalan cukup lambat (inert). Lambatnya kinetika reaksi yang terjadi dikarenakan kompleks Fe(III) yang terbentuk tidak mempunyai Energi Penstabilan Medan Kristal (*CFSE*) pada keadaan spin tinggi ( $D_0=0$ ).

#### Penentuan Formula Kompleks

##### Pengukuran Kadar Besi dalam Kompleks

Kadar besi hasil eksperimen dalam kompleks adalah 3,90(2) %, sedangkan beberapa kemungkinan formula kompleks yang mungkin terbentuk ditunjukkan oleh Tabel 2.

Tabel 2. Beberapa Kemungkinan Formula Kompleks Besi (III) dengan Sulfametoksazol

Jika kadar besi yang diperoleh dari eksperimen dibandingkan dengan kadar besi secara teoritis, maka formula yang mungkin adalah  $\text{Fe(sm)}_5\text{Cl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n = 0,1,2,3$ )

#### Pengukuran Daya Hantar Listrik Kompleks

Hasil pengukuran daya hantar listrik larutan standar dan kompleks Fe(III)- Sulfametoksazol ditunjukkan oleh Tabel 3. Dengan membandingkan daya hantar listrik larutan kompleks dengan larutan standar pada Tabel 3 terlihat bahwa kompleks Fe(III)-sulfametoksazol mempunyai perbandingan muatan kation : anion = 2:1. Ini menunjukkan bahwa ada ion klorida (Cl<sup>-</sup>) ada yang terkoordinasi dan ada yang tidak terkoordinasi pada atom pusat Fe(III).

Tabel 3. Daya Hantar Larutan Standar dan Kompleks Fe(III)- Sulfametoksazol

No.	Senyawa	Daya hantar ( $\mu\text{L}/\Omega\cdot\text{cm}$ )	Muatan Kation : Anion
1.	DMF	-	-
2.	NaNO <sub>3</sub>	83,15	1:1
3.	KNO <sub>3</sub>	89,45	1:1
4.	MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	148,15	2:1
5.	Mn(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	156,05	2:1
6.	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	188,95	3:1
7.	AlCl <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	222,25	3:1
8.	Fe(III)-sm	129,75	2:1

Jika ion klorida (Cl<sup>-</sup>) terkoordinasi semuanya dalam kompleks, maka kompleks bersifat non elektrolit. Dengan demikian formula kompleks Fe(III)-sulfametoksazol yang mungkin  $[\text{Fe(sm)}_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n = 0,1,2,3$ )

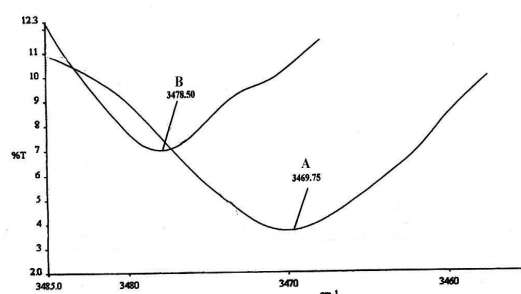
#### Sifat-Sifat Kompleks

##### Sifat Kemagnetan

Hasil pengukuran momen magnet efektif ( $\mu_{\text{eff}}$ ) kompleks  $[\text{Fe(sm)}_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  adalah 5,83 BM. Harga ini menunjukkan bahwa kompleks  $[\text{Fe(sm)}_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  bersifat paramagnetik dengan 5 elektron tak berpasangan atau dalam keadaan spin tinggi.

#### Identifikasi Gugus Fungsi dengan Spektrum IR

Pergeseran serapan gugus fungsi kompleks dari ligan bebasnya ditunjukkan oleh Gambar 4. Sulfametoksazol mempunyai gugus fungsi N-H primer dengan serapan pada daerah  $3469 \text{ cm}^{-1}$  sedangkan serapan kompleks  $[\text{Fe(sm)}_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  berada pada daerah  $3478 \text{ cm}^{-1}$ . Serapan gugus fungsi N-H primer pada kompleks  $[\text{Fe(sm)}_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih besar dari serapan ligan bebasnya, ini mengindikasikan gugus -NH<sub>2</sub> (N-H primer) terkoordinasi pada ion pusat Fe<sup>3+</sup>.

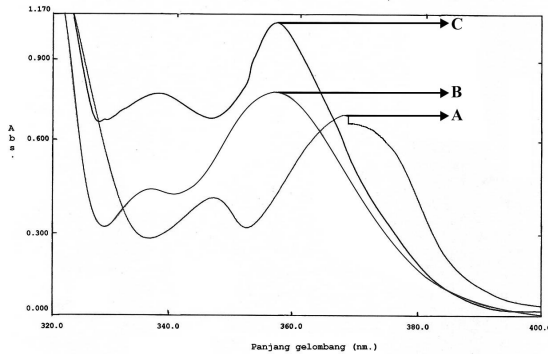


Gambar 4. Spektrum serapan gugus fungsi N-H primer ligan sulfametoksazol (A) dan kompleks  $[\text{Fe(sm)}_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  (B)

Koordinasi -NH<sub>2</sub> pada Fe(III) juga terjadi pada ligan benzolamid (yang memiliki struktur mirip dengan ligan sulfametoksazol) yang terkoordinasi pada Cu(II) (Alzuet, et al, 1998). Adanya pemendekan ikatan N-H primer (energi vibrasi tinggi) diperkirakan karena tidak terdelokalisasinya elektron pada lingkaran lima sulfametoksazol, sehingga densitas elektron lingkaran lima tersebut kurang kuat terdonorkan ke arah N-H primer. Pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih besar juga terjadi pada senyawa kompleks  $[\text{Fe}_2(\text{O})(\text{NO}_3)_4(\text{bpy})_2]$  (bpy = bipyridin), yang mempunyai serapan N-O pada 1512, 1278 dan  $1264 \text{ cm}^{-1}$ , sedangkan serapan N-O (pada NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) bebas terjadi pada daerah  $1250 \text{ cm}^{-1}$  (Hideaki, et al, 1997 : 224-228).

### Spektrum Elektronik

Spektrum elektronik  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  dalam metanol ditunjukkan oleh Gambar 5.



Gambar 5. Spektrum elektronik  $\text{Fe}^{3+}$  (A) dan  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  (B) dalam metanol

Panjang gelombang ( $\lambda$ ) dan absorptivitas molar ( $\epsilon$ ) ion  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  dalam metanol ditunjukkan oleh Tabel 4.

Tabel 4. Panjang Gelombang ( $\lambda$ ) dan Absorptivitas Molar ( $\epsilon$ ) Ion  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  dalam Metanol

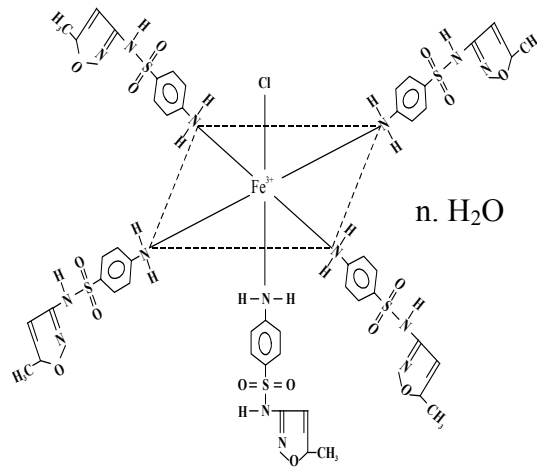
Zat	$\lambda_1$ (nm)	$\lambda_2$ (nm)	$A_1$	$A_2$	$\epsilon_1$ (L. mol <sup>-1</sup> cm <sup>-1</sup> )	$\epsilon_2$ (L. mol <sup>-1</sup> cm <sup>-1</sup> )
$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	370,4	346,3	0,7326	0,4931	244,2	164,36
$[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$	357,0	334,1	0,8874	0,5263	479,67	284,48

Pada Tabel 4 terlihat bahwa panjang gelombang kompleks  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  hanya bergeser sedikit dari panjang gelombang  $\text{Fe}^{3+}$  bebas ( $\pm 12$  nm), ini mengindikasikan bahwa ligan sulfametoksazol merupakan ligan lemah. Transisi elektron pada kompleks adalah transisi  ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{2g}$  (D) untuk  $\lambda_1$  dan transisi  ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$  (D) untuk  $\lambda_2$ . Transisi elektronik yang terjadi adalah transisi d-d tidak murni tetapi ada sedikit sifat p tercampur dengan orbital d akibat dari adanya beberapa vibrasi ligan. Intensitas yang dihasilkan lemah dan khas bagi transisi

jenis p-d atau d-p (Lee, 1991), menurut Hukum Laporte merupakan transisi setengah terlarang (masih diperbolehkan) (Lee, J.D, 1991). Harga  $D_0$  untuk kompleks  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  adalah 214,77 kJ/mol.

### Perkiraan Struktur $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$

Berdasarkan hasil penentuan bilangan koordinasi kompleks, pergeseran spektrum IR dan spektrum elektronik kompleks  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ , diperkirakan struktur kompleks  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  adalah oktahedral seperti diperlihatkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Perkiraan struktur  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

### KESIMPULAN

Kompleks dikloropentakisulfametoksazolbesi(III) chlorida,  $[\text{Fe}(\text{sm})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  telah disintesis. Kompleks bersifat paramagnetik dengan  $m_{\text{eff}} = 5,83$  BM, serapan maksimum 357,0nm ( $\lambda_1$ ) dan 334,1nm ( $\lambda_2$ ). Berdasarkan spektra IR diperkirakan N-H primer terkoordinasi pada Fe(III), struktur kompleks diperkirakan oktahedral.

## DAFTAR RUJUKAN

- Alzuet, G.; J. Cassanova; J. Borrás; S. Garcia-Granda; A. Gutierrez-Rodriguez; and C.T. Supuran. 1998. "Copper Complexes Modelling The Interaction Between Benzamide and Cu-Substituted Carbonic Anhydrase. Crystal Structure of Cu(bz)(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub> Complex". *Inorganica Chimica Acta*. Vol. 273. No. 1-2. 334-338.
- Byunghoon Kwak; Hakjune Rhee; and Myoung Soo Lah, 1999. "Synthesis and Characterization of Ferric Complex of Biomimetic Tripodal Ligand, Bis(2-benzimidazolymethyl)ethanolamine". *Bulletin Korean Chemistry Society*, Vol. 20, No 10, 1235-1237
- Cotton, F. Albert; Geoffrey Wilkinson; and Paul L. Gaus. 1995. *Basic Inorganic Chemistry*. 3<sup>rd</sup> Edition. John Wiley and Sons. New York.
- Hideaki Matsushima, Kaku Iwasawa, Kouji Ide, Md, Yeamin Reza, Mayasuki Koikawa and Tadashi Tokii. 1998. "Synthesis and Crystal Structure of a Seven Coordinare Dinuclear Iron(III) Complex Containing Only Bidentate Ligands", *Inorganica Chimica Acta*. Vol.274, 224-228
- Ian Tanu, 1980, Farmakologi dan Terapi, Edisi ke 2, Bagian Farmakologi, Fakultas Kedokteran UI, Jakarta
- Lee, J.D., 1991, *Consise Inorganic Chemistry*, 4<sup>th</sup> edition, Chapman and Hall, London.
- Shuangxi Wang; Liufang Wang; Ximeng Wang; and Qinhui Luo. 1997. *Synthesis, Characterization and crystal structure of a new tripodal ligand containing imidazole and phenolate moieties and ion iron (III) complexes*. *Inorganica Chemica Acta*, Vol . 254 . 71-77.