

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPLEKS $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{X}_2$ ($\text{X}=\text{Br}^-$, I^- , NO_3^-) DENGAN TEKNIK PERTUKARAN ANION

Surya Handayani

Pendidikan Kimia, Universitas Graha Nusantara
email: surya.handayani21@yahoo.co.id

Abstract

[Fe(NH₂trz)₃]SO₄ complex is directly synthesized from FeSO₄·7H₂O and 4-amino-1,2,4-triazol (NH₂trz) in water giving 71% yield. This complex is purple at room temperature showing low-spin state and diamagnetic properties. It changes to be white towards heating showing high-spin state and paramagnetic properties at high temperature. The colour changes is reversible so it can be applied as temperature sensor, molecular switch, and memory. This phenomena is called as spin crossover (SCO). Counter anion of [Fe(NH₂trz)₃]²⁺ affects transition temperature, magnetic properties, and colour changes. In this study, [Fe(NH₂trz)₃]X₂, where X= Br⁻, I⁻, and NO₃⁻, is synthesized from FeSO₄·7H₂O and NH₂trz ligand with addition of corresponding salts: KBr, KI, and NaNO₃ before [Fe(NH₂trz)₃]SO₄ is formed. Fe(NH₂trz)₃Br₂ and [Fe(NH₂trz)₃](NO₃)₂ are obtained with 14-25% yield. These complexes have similar colour and magnetic properties as [Fe(NH₂trz)₃]SO₄, but different transition temperature. [Fe(NH₂trz)₃]I₂ is obtained with 89% yield and have different properties from [Fe(NH₂trz)₃]SO₄. This complex is white at room temperature showing high spin state and paramagnetic properties. It changes to be purple towards cooling and back to be white at room temperature. It is relatively less stable than other complexes synthesized in this study as it changes to be yellow when it is exposed to open air.

Keywords: complex iron (II), spin crossover (SCO), anion bromide, iodide, and nitrate.

Abstrak

Senyawa kompleks [Fe(NH₂trz)₃]SO₄, disintesis langsung dari FeSO₄·7H₂O dengan ligan 4-amino-1,2,4-triazol(NH₂trz) dalam pelarut air. Rendemen yang dihasilkan kompleks [Fe(NH₂trz)₃]SO₄ cukup besar sekitar 71%. Kompleks ini berwarna ungu pada suhu ruang yang menunjukkan keadaan spin rendah dan bersifat diamagnetik, ketika dipanaskan kompleks ini berubah warna menjadi putih yang menunjukkan keadaan spin tinggi dan bersifat paramagnetik. Perubahan warna ini terjadi secara reversible sehingga dapat digunakan sebagai sensor suhu, saklar molekular, dan memori. Fenomena ini dikenal sebagai *spin crossover* (SCO). Jenis anion pada kompleks besi(II) amino triazol sangat berpengaruh terhadap suhu transisi, sifat magnet, dan perubahan warna yang terjadi. Pada penelitian ini kompleks [Fe(NH₂trz)₃]X₂ dengan X= Br⁻, I⁻ dan NO₃⁻, disintesis dari FeSO₄·7H₂O dan ligan NH₂trz dengan penambahan garam-garam alkali yaitu KBr, KI, dan NaNO₃ sebelum terbentuk endapan [Fe(NH₂trz)₃]SO₄. Kompleks [Fe(NH₂trz)₃]Br₂ dan kompleks [Fe(NH₂trz)₃](NO₃)₂ diperoleh dengan rendemen sekitar 14 % sampai 25 %. Karakteristik kompleks ini mirip dengan kompleks [Fe(NH₂trz)₃]SO₄ yaitu warna dan sifat magnetik tetapi suhu transisinya berbeda. Sedangkan kompleks [Fe(NH₂trz)₃]I₂ terbentuk dengan rendemen yang cukup besar sekitar 89%, dan memiliki sifat yang berbeda dengan kompleks [Fe(NH₂trz)₃]SO₄. Kompleks ini berwarna putih pada suhu ruang yang menunjukkan keadaan spin tinggi, dan bersifat paramagnetik. Ketika didinginkan [Fe(NH₂trz)₃]I₂ berubah warna menjadi ungu dan kembali putih pada suhu ruang. [Fe(NH₂trz)₃]I₂ relatif tidak stabil ditandai dengan mengalami perubahan warna menjadi kuning ketika dibiarkan di udara terbuka.

Kata Kunci: kompleks besi (II), spin crossover (SCO), anion bromida, iodida, dan nitrat.

PENDAHULUAN

Kompleks besi(II) dengan ligan 4-amino-1,2,4,-triazol (NH_2trz) memiliki potensi sebagai saklar molekular dan sensor suhu karena dengan pemanasan kompleks tersebut yang semulabersifat diamagnetik dapat berubah menjadi paramagnetik dan ketika di dinginkan dapat kembali ke keadaan semula secara reversibel. Fenomena transisi ini dikenal sebagai *spin crossover* (Gutlich and Goodwin (2004); Hauser (2004)).

Perubahan ini juga dipengaruhi oleh jenis anion, tetapi ketersediaan garam besi (II) dengan anion yang bervariasi sangat terbatas. Garam besi(II) sulfat adalah prekursor yang banyak tersedia, baik dalam bentuk garam tunggal maupun garam rangkapnya. Garam sulfat ini dapat bereaksi dengan NH_2trz membentuk kompleks oktahedral dengan rumus kimia $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$. Pembentukan kompleks ini ternyata tidak terjadi secara instan tetapi memerlukan waktu sekitar semalam, karena itu dilakukan upaya mengganti ion sulfat dengan anion lainnya (Ekajati, 2014).

Senyawa kompleks tersebut dapat dibuat dengan reaksi langsung antara garam-garam besi (II) dengan ligan dalam pelarut air. Komposisi dari garam besi(II) dengan ligan NH_2trz adalah 1:3 anion (Letard, *et al.*, (2004); Vallee, *et al.* (2013)). Sedangkan prekursor yang biasa digunakan adalah FeCl_2 , FeBr_2 , FeI_2 tapi umumnya tidak stabil, mudah teroksidasi menjadi garam-garam besi (III) yang stabil adalah $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan garam Mohr. Sehingga pada penelitian ini kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{X}_2$ dengan X= bromida, iodida, dan nitrat disintesis langsung dari larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ karna kompleks ini mudah dibuat langsung dan pembentukannya tidak instan, butuh waktu semalam untuk membentuk kompleks ini sehingga bisa dimasukkan berbagai.

METODE PELAKSANAAN

Penelitian ini menggunakan prosedur sintesis kompleks dengan metoda reaksi antara garam besi (II) sulfat dengan ligan NH_2trz dalam pelarut air. Sebelum terbentuk endapan, ditambahkan garam, kalium bromida (KBr), kalium iodida (KI), natrium nitrat (NaNO_3) untuk menggantikan ion sulfat. Produk yang dihasilkan berupa padatan kompleks besi(II) NH_2trz dengan anion sulfat, klorida, bromida, nitrat dan iodida, karakterisasi produk dilakukan dengan SEM/EDS, MSB, dan uji termokromik.

Sintesis Kompleks Besi(II) NH_2trz dengan Anion Sulfat

Sebanyak 0,76 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan 0,1 g (2,5 mmol) asam askorbat dimasukkan dalam gelas kimia 50 ml yang dilengkapi dengan pengaduk magnet. Setelah itu dilarutkan dengan 5 ml aquades. Kedalam larutan ini kemudian ditambahkan larutan ligan yang dibuat dengan cara sebanyak 0,85 g (10 mmol) $\text{NH}_2\text{-trz}$ dilarutkan dengan 2 ml aquades. Campuran ini diaduk dengan pengaduk magnet selama kurang lebih 2 jam. Hasil pencampuran dibiarkan selama satu malam lalu endapan yang dihasilkan dicuci dengan aquades. Selanjutnya endapan tersebut disaring dengan kertas Whatman no.42. Pengeringan endapan dilakukan dengan cara disimpan didesikator yang dialiri gas nitrogen sampai kering. Setelah itu padatan disimpan dibotol vial.

Sintesis Kompleks Besi(II) NH_2trz dengan Anion Bromida

Prosedur sintesis kompleks ini sama dengan prosedur sintesis III.2.2. Bedanya, ditambahkan larutan KBr sebanyak 0,90 g (7,5 mmol) sebagai pengganti NaCl. Campuran ini diaduk dengan pengaduk magnet selama kurang lebih 3 jam kemudian diendapkan selama semalam. Endapan yang dihasilkan disaring dan dicuci sampai benar-benar bebas dari pengotor.

Sintesis Kompleks Besi(II)NH₂trz dengan Aion Iodida

Prosedur sintesis kompleks besi(II) iodida sama dengan prosedur sintesis kompleks besi(II) bromida. Bedanya ditambahkan larutan kalium iodida (KI) sebanyak 1,25 g (7,5 mmol) sebagai pengganti kalium bromida (KBr). Campuran ini diaduk dengan pengaduk magnet selama kurang lebih 3 jam, kemudian diendapkan selama semalam. Endapan yang dihasilkan disaring dan dicuci sampai benar-benar bersih.

Sintesis Kompleks Besi(II)NH₂trz dengan Anion Nitrat

Prosedur sintesis kompleks besi(II) nitrat secara umum sama dengan prosedur sintesis kompleks besi(II) iodida. Bedanya, garam kalium iodida diganti dengan garam (NaNO₃) sebanyak 1,25 g. Campuran ini diaduk dengan pengaduk magnet selama kurang lebih 2 jam.

Karakterisasi

Karakterisasi Uji Kemagnetan Menggunakan MSB

Uji kemagnetan ini menggunakan alat MSB. Tombol *on* pada alat MSB ditekan dan alat dibiarkan dalam keadaan nyala selama 10 menit. Sementara itu tabung kosong yang telah bersih dan kering ditimbang dengan teliti menggunakan neraca analitis dan massanya dinyatakan Mo. Setelah itu dilakukan pengukuran kerentanan magnet untuk tabung kosong, nilainya dinyatakan sebagai Ro. Selanjutnya sejumlah sampel yang telah dihaluskan dimasukkan kedalam tabung sedemikian rupa, tinggi sampel dicatat sebagai L, tinggi sampel harus antara 2 - 3,5 cm kemudian tabung yang telah berisi sampel diukur kerentanan magnetnya dan dinyatakan sebagai R. Setelah pengukuran, tabung berisi sampel tersebut ditimbang dengan teliti menggunakan neraca analitis dicatat sebagai M dan suhu kamar dicatat sebagai T.

Karakterisasi Morfologi Menggunakan SEM

Karakterisasi dengan menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi masing-masing kompleks. Sampel berupa serbuk ditempelkan pada *sample holder* yang terbuat dari karbon berperekat. Kemudian sampel dilapisi dengan Au dan diletakkan pada plat sampel alat SEM tipe JEOL-JSM-6510LA dan direkatkan dengan isolasi penghantar listrik. Setelah itu sampel diamati dengan perbesaran 5.000 kali dan 20.000 kali. Pengamatan ukuran kompleks disesuaikan dengan morfologinya dan dilakukan pada beberapa gambar yang mewakili.

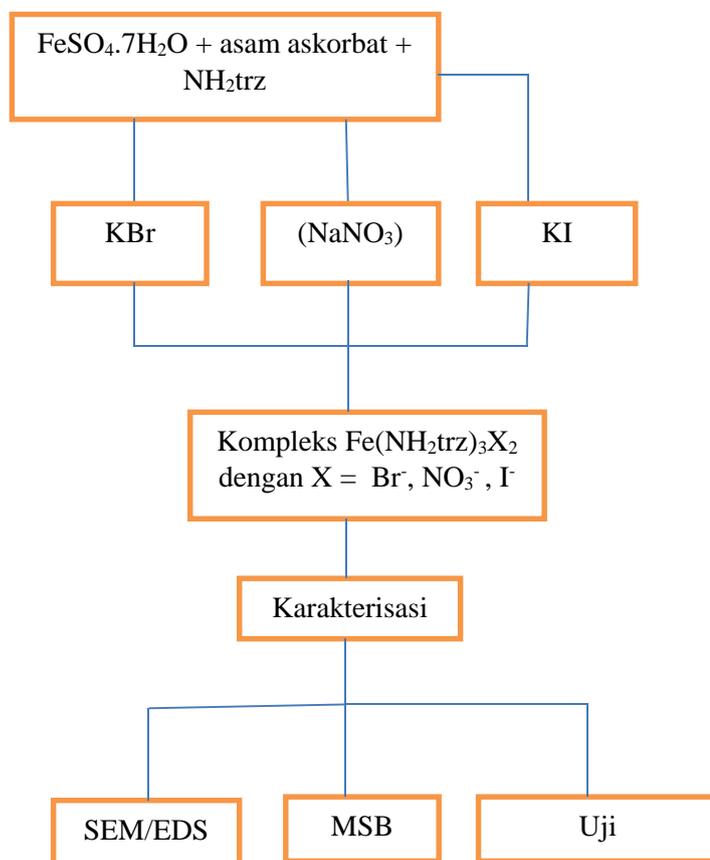
Penentuan Pengotor Menggunakan EDS

Analisis EDS adalah kelanjutan dari analisis SEM dengan memilih posisi kompleks yang mewakili sampel. Pengukuran EDS dilakukan dengan pengamatan pada daerah tertentu yang mewakili keberadaan kompleks. Kemudian, penembakan elektron dilakukan pada daerah target tersebut. Dari hasil tersebut didapatkan data perbandingan komposisi masing-masing unsur dalam senyawa berupa persen massa atau persen mol. Data persen mol dari besi(II) dan anion penyeimbang dapat digunakan sebagai indikator untuk penentuan pengotor pada masing-masing kompleks.

Karakterisasi Uji Termokromik

Uji termokromik dilakukan untuk mengetahui suhu transisi, pengukuran suhu transisi dilakukan dengan memanaskan kompleks bentuk serbuk yang sudah disimpan

dalam ampul. Sebagai sumber panas digunakan *hot plate* sedangkan media penangasnya menggunakan silikon oil yang ditempatkan dalam gelas kimia 50 ml. Pengukuran suhu yang dilakukan menggunakan termometer. Alur pekerjaan yang dilakukan digambarkan pada diagram alir seperti tertera pada **Gambar 1**.



Gambar 1 Diagram alir penelitian

HASIL DAN PEMBAHASAN

Besi (II) sulfat dan ligan NH_2trz membentuk kompleks oktahedral dengan tiga molekul ligan terkoordinasi pada ion besi(II), tetapi pembentukan kompleks tersebut membutuhkan waktu sekitar satu malam, karena itu sebelum kompleks tersebut terbentuk ion sulfat dapat digantikan dengan anion lainnya. Pada penelitian ini anion Br^- , I^- dan NO_3^- dapat menggantikan anion sulfat, tetapi anion klorida tidak dapat menggantikan anion sulfat.

Kompleks Besi(II) NH_2trz dengan Anion Sulfat

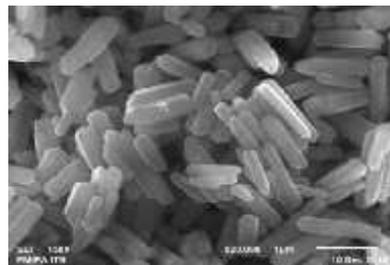
Kompleks besi(II) NH_2trz dengan anion sulfat telah berhasil disintesis dari garam besi(II) sulfat dan ligan NH_2trz dalam pelarut air. Kompleks yang diperoleh berbentuk serbuk dengan rendemen 71%. Kompleks ini berwarna ungu pada suhu ruang, dan relatif stabil ditandai dengan tidak mengalami perubahan warna ketika disimpan diudara terbuka. Tampilan kompleks hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$

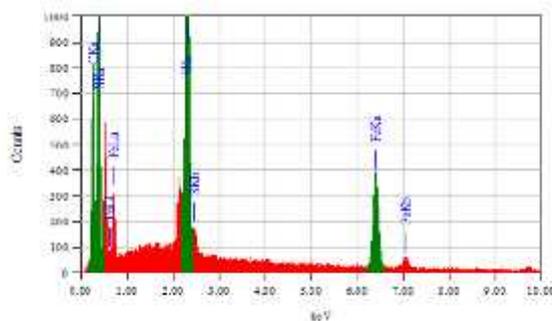
Kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ bersifat diamagnetik yang menunjukkan bahwa besi(II) dalam kompleks oktahedral berada dalam keadaan spin rendah dengan konfigurasi elektron $t_{2g}^6 e_g^0$. Pengukuran magnetisasi kompleks ini menghasilkan nilai momen magnet 1,2 BM.

Kompleks ini berbentuk balok bertumpuk-tumpuk dengan ukuran panjang sekitar $1,3 \mu\text{m}$ dan diameter $0,4 \mu\text{m}$. Morfologi dan ukuran partikel ini diperoleh berdasarkan pengukuran SEM dengan perbesaran 20.000 kali yang diperlihatkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Morfologi kompleks besi(II) NH_2trz dengan anion sulfat

Dari data EDS dihasilkan perbandingan mol atom Fe terhadap S yaitu 3,93 : 3,66 ini menunjukkan mol besi setara dengan belerang, sehingga rumus kimia kompleks yang terbentuk sesuai dengan $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$. Data lengkap hasil EDS tersebut ditampilkan pada Gambar 4.

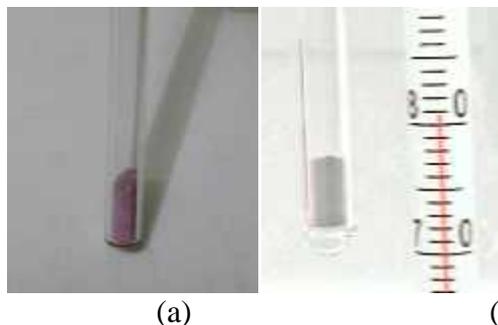


EDS Method: Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient: 0.5493

Element	(wt%)	Mass%	Count	Atom	Compound	Mass%	Cation	X
C K	0.277	16.19	0.33	21.32				5.5383
N K	0.392	42.96	0.72	71.02				74.5042
S K	2.307	7.96	0.13	3.55				5.1218
Fe K	6.388	17.92	0.78	3.66				11.4086
Total		100.00		100.00				

Gambar 4. Data EDS kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$

Kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ menunjukkan sifat termokromik dengan berubah warna menjadi putih ketika dipanaskan pada suhu $81\text{ }^\circ\text{C}$ (354 K) dan kembali menjadi ungu ketika didinginkan. Perubahan warna ini terjadi secara reversibel. Perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ ini ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ (a) pada suhu ruang (b) pada suhu $81\text{ }^\circ\text{C}$ (354 K).

Sifat termokromik ini telah diamati secara akurat oleh peneliti sebelumnya (Lavrenova, 2003) dan di laporkan suhu transisi pada saat pemanasan adalah 355 K dan suhu transisi pada saat pendinginan 323 K , ini menunjukkan karakteristik histerisis sebesar 9 K .

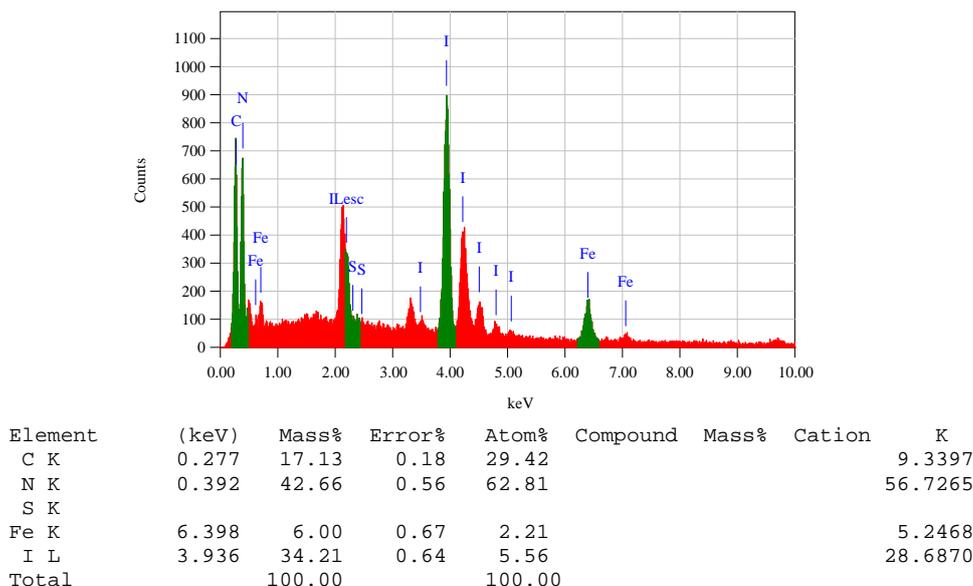
Kompleks Besi(II) NH_2trz dengan Anion Iodida

Kompleks besi(II) NH_2trz dengan anion iodida telah berhasil disintesis dari kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ dengan penambahan garam KI. Kompleks ini berupa serbuk berwarna putih, seperti yang di ditampilkan pada Gambar 6.



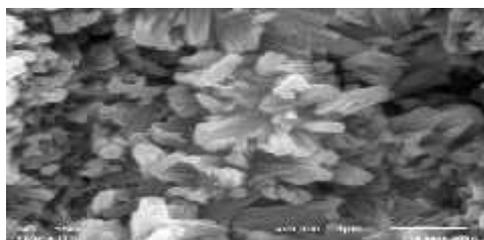
Gambar 6. Kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{I}_2$

Pengukuran magnetisasi kompleks ini menghasilkan nilai momen magnet efektif sekitar $4,9\text{ BM}$, ini menunjukkan bahwa kompleks tersebut bersifat paramagnetik spin tinggi dengan konfigurasi elektron $t_{2g}^4e_g^2$ pada besi(II) kompleks. Karakteristik kompleks ini berbeda dengan besi(II) sulfat. Kompleks yang terbentuk sifatnya sangat mudah rusak jika dibiarkan diudara terbuka hanya mampu bertahan sekitar 2 hari, setelah itu kompleks akan berubah warna menjadi kuning. Untuk menghindari kerusakan, kompleks hasil sintesis langsung dimasukkan dalam ampul. Pergantian ion sulfat dengan ion iodida terjadi secara sempurna, ini ditandai dengan data EDS yang menunjukkan bahwa atom S tidak terdeteksi sehingga rumus kimia dapat di nyatakan sebagai $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{I}_2$, dan randemen yang di peroleh lebih tinggi dari kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ yaitu sebesar 89% .



Gambar 7. Data EDS kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{I}_2$

Berdasarkan pencitraan SEM perbesaran 20.000 kali dapat diketahui bahwa bentuk morfologi kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{I}_2$ tidak sama dengan kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$. Kompleks ini berbentuk seperti biji beras dengan panjang sebesar $0,5 \mu\text{m}$ dan diameter $0,2 \mu\text{m}$. Morfologi kompleks besi(II) iodida dengan ligan NH_2trz ditampilkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Morfologi kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{I}_2$

Suhu transisi kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{I}_2$ belum dapat ditentukan secara pasti karena pada saat pengukuran dengan cara pendinginan dengan es dan garam kompleks belum berubah warna menjadi ungu, melainkan berubah warna tetapi dalam nitrogen cair terlihat ungu dan kembali menjadi putih pada suhu ruang. Hasil penelitian ini sesuai dengan yang di laporkan (Lavrenova, 1995). Kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{I}_2$ berwarna putih pada suhu ruang dan bersifat paramagnetik. Pengukuran magnetisasi variasi temperatur menunjukkan temperatur transisi pada pemanasan 270-280 K sedangkan pada pendinginan 260-278 K.

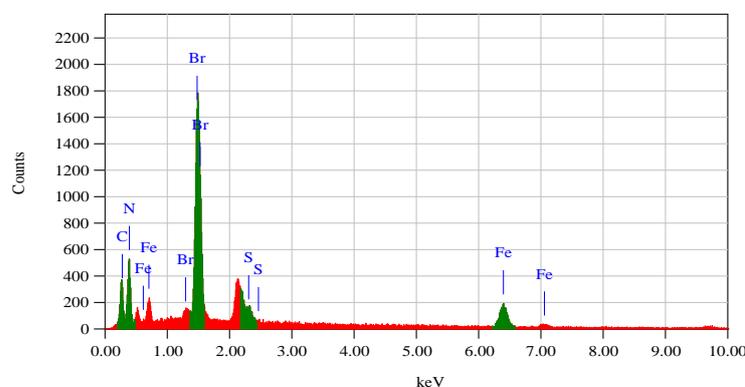
Kompleks Besi (II) NH_2trz dengan Anion Bromida

Kompleks besi(II) bromida dengan ligan NH_2trz di peroleh dengan penambahan garam KBr pada kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ produk yang di hasilkan berwarna ungu mirip dengan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$, tetapi hasil EDS menunjukkan kadar S yang sangat kecil, ini berarti ion bromida berhasil menggantikan ion sulfat, Sehingga rumus kimia dari kompleks ini adalah $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{Br}_2$. Tampilan kompleks hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar IV.8 dan Hasil EDS

ditunjukkan Gambar 9. Rendemen yang dihasilkan relatif rendah yaitu sebesar 25% bersifat diamagnetik dan stabil pada suhu ruang. Randemen kompleks besi(II) bromida dengan ligan NH_2trz yang sudah bersih dari pengotor memiliki rendemen yang kecil sekitar 25 %.



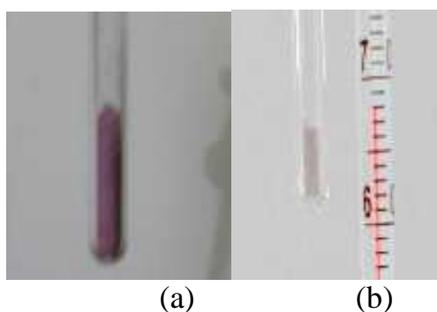
Gambar 9. Kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{Br}_2$



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation K
C K	0.277	16.14	0.29	24.11			5.3425
N K	0.392	53.20	0.63	68.14			62.6867
S K	2.307	0.16	0.11	0.09			0.1672
Fe K	6.398	8.45	0.53	2.72			9.3177
Br L	1.480	22.05	0.20	4.95			
		22.4860					
Total		100.00		100.00			

Gambar 10. Data EDS kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{Br}_2$

Kompleks ini bersifat diamagnetik dan stabil di udara terbuka. Pada pemanasan 341 K kompleks ini berubah warna jadi putih dan perubahan warna ini terjadi secara reversibel. Perbedaan warna kompleks pada suhu ruang dan warna setelah pemanasan ditampilkan pada Gambar 11.



Gambar 11. Tampilan kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{Br}_2$ (a) pada suhu ruang (b) suhu 68 °C (341K).

Peneliti sebelumnya (Vallee, 2013) melaporkan bahwa kompleks besi(II) bromida dengan ligan NH_2trz memiliki rumus kimia $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3] \text{Br}_2 \cdot 1\text{H}_2\text{O}$. Kompleks ini memiliki suhu transisi pada pemanasan 320 K dan 280 K pada pendinginan 40 K.

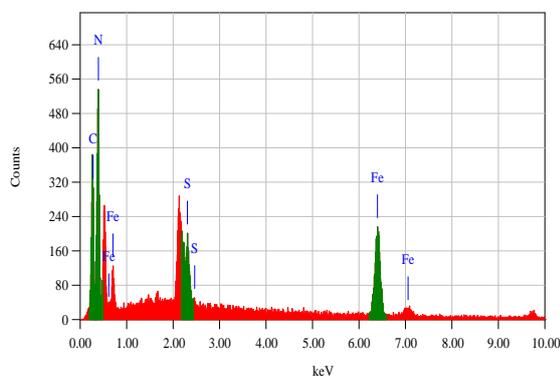
Kompleks Besi(II) NH_2trz dengan Anion Nitrat

Kompleks besi(II) NH_2trz dengan anion nitrat telah berhasil disintesis dari kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ dengan penambahan garam NaNO_3 . Kompleks ini berupa serbuk berwarna ungu, seperti yang di tampilkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3](\text{NO}_3)_2$

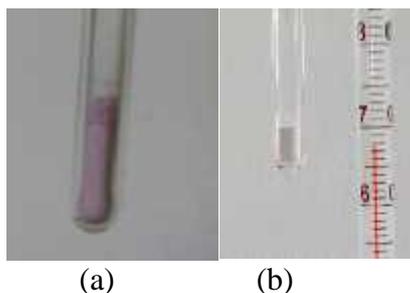
Kompleks yang dihasilkan ini mirip dengan kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$ tetapi hasil EDS menunjukkan kadar belerang yang sangat kecil, sedangkan nitrat dominan ini berarti ion nitrat berhasil menggantikan ion sulfat. Sehingga rumus kimia kompleks ini dapat dinyatakan sebagai $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3](\text{NO}_3)_2$. Hasil EDS ditunjukkan Gambar 13. Rendeman kompleks ini relatif rendah sekitar 14 %. Pengukuran magnetisasi kompleks ini menghasilkan nilai momen magnet sekitar 1,1 BM, ini menunjukkan bahwa kompleks tersebut bersifat diamagnetik.



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	16.32	0.26	21.40				7.1005
N K	0.392	65.04	0.71	73.12				78.4827
S K	2.307	1.09	0.16	0.53				0.9260
Fe K	6.398	17.56	0.88	4.95				13.4908
Total		100.00		100.00				

Gambar 13. Data EDS kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3](\text{NO}_3)_2$

Pada saat pemanasan suhu 341 K kompleks berubah warna menjadi putih dan perubahan warna ini terjadi secara reversibel. Perubahan warna kompleks pada saat sebelum dan sesudah pemanasan ditampilkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Tampilan kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3](\text{NO}_3)_2$ (a) pada suhu ruang (b) suhu $68\text{ }^\circ\text{C}$ (341K)

Hasil penelitian sebelumnya (Lavrenova, 2003) melaporkan bahwa kompleks yang dihasilkan berwarna ungu pada suhu ruang ketika dipanaskan berubah menjadi putih. Suhu yang dilaporkan pada pemanasan 355 K dan pendinginan 342 K sehingga lebar histerisisnya 13 K.

KESIMPULAN

Tiga senyawa kompleks $\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3\text{X}_2$ dengan $\text{X} = \text{anion Br}^-, \text{I}^-, \text{NO}_3^-$ telah berhasil disintesis dengan cara menggantikan ion sulfat dengan anion-anion tersebut. Kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{Br}_2$ dan $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3](\text{NO}_3)_2$ berwarna ungu, mirip dengan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3]\text{SO}_4$, bersifat diamagnetik pada suhu ruang. Kompleks tersebut stabil ditandai dengan tidak mengalami perubahan warna ketika disimpan diudara terbuka. Kompleks $\text{Fe}(\text{NH}_2\text{trz})_3\text{I}_2$ berwarna putih, bersifat paramagnetik pada suhu ruang. Kompleks ini relatif kurang stabil di udara terbuka, karena itu perlu disimpan dalam ampul. Rendemen kompleks besi(II) NH_2trz dengan anion sulfat dan iodida cukup besar yaitu sekitar 71 % sampai 89% sedangkan untuk kompleks dengan anion nitrat dan bromida memiliki rendemen yang relatif rendah yaitu 14% sampai 25%.

DAFTAR PUSTAKA

- Ekajati, T., (2014). *Sintesis Kompleks Besi(II)-1,2,4-4H-triazol Dengan Anion Sulfat, Iodida dan Bromida Dalam Biopolimer Natade Coco*, Tesis Progran Studi Magister Pengajaran Kimia, ITB.
- Gutlich, P. And Goodwin, H.A., (2004). *Spin Crossover in Transition Metal Compounds I*, *Top.Curr.Chem.*, **19**, 124-128.
- Hauser, A. (2004): Ligand Field Theoretical Considerations, *Adv. Polym. Sci.*, 49—58
- Letard, J.F., Guionneau, P., dan Goux-Capes, L. (2004): Towards Spin Crossover Applications, *Top.Curr, Chem*, 221-249 dalam Gutlich, P., dan Goodwin, H.A., Eds, *Spin Crossover in Transition Metal Compounds III. Top. Curr. Chem* 233, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany.
- Vallee, A., Train, C., and Roux, C.,(2013). Synthesis and Properties of a Thermocromic Spin Crossover Fe(II) Complex: an Undergraduate Coordination Chemistry Laboratory experiment, *J.Chem, Educ.*, 1071-1076. ar. Jakarta: Rineka Cipta