

**SINTESIS SENYAWA KOMPLEKS ION LOGAM  $Zn^{2+}$  DENGAN LIGAN  
TURUNAN PIRAZOLIN UNTUK DETEKSI ION LOGAM BERAT  $Hg^{2+}$   
DAN  $Cd^{2+}$  BERBASIS FLUORESENSI**

**SKRIPSI**

**RIZA SHABRINA ZAMZAMI  
062118051**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS PAKUAN  
BOGOR  
2024**

**SINTESIS SENYAWA KOMPLEKS ION LOGAM  $Zn^{2+}$  DENGAN LIGAN  
TURUNAN PIRAZOLIN UNTUK DETEKSI ION LOGAM BERAT  $Hg^{2+}$   
DAN  $Cd^{2+}$  BERBASIS FLUORESENSI**

**SKRIPSI**

Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat untuk  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Pakuan

**RIZA SHABRINA ZAMZAMI**

**062118051**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS PAKUAN  
BOGOR  
2024**

## LEMBAR PENGESAHAN

Judul Penelitian : Sintesis Senyawa Kompleks  $Zn^{2+}$  Dengan Ligan Turunan Pirazolin Untuk Deteksi Ion Logam Berat  $Hg^{2+}$  Dan  $Cd^{2+}$  Berbasis Fluoresensi  
Nama : Riza Shabrina Zamzami  
NPM : 062118051

Skripsi Ini Telah Diperiksa dan Disetujui  
Bogor, Oktober 2024

Menyetujui,

Pembimbing Pendamping



(Yulian Syahputri, M.Si.)  
NIDN. 0410078703

Pembimbing Utama



(Dr. Sutanto, M.Si.)  
NIDN. 0406125902

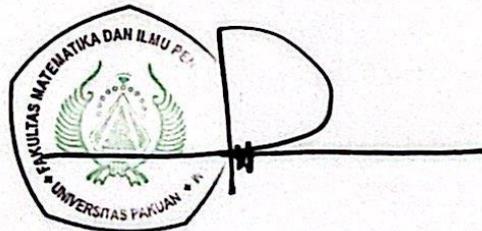
Mengetahui,

Ketua Program Studi Kimia



(Dr. Ade Heri Mulyati, M.Si.)  
NIDN. 0427067401

Dekan FMIPA



(Asep Denih, S.Kom., M.Sc., Ph.D.)  
NIDN. 0406097101

## RIWAYAT HIDUP



Riza Shabrina Zamzami, dilahirkan di Tangerang pada tanggal 17 Agustus 2000, dua bersaudara dari pasangan Bapak Muhammad Sya'bi dan Ibu Siti Badriyah. Mulai mengikuti pendidikan formal pada tahun 2006 di SD Negeri Batan Indah dan lulus pada tahun 2012, melanjutkan pendidikan di SMP Al-Amanah pada tahun 2012 dan lulus pada tahun 2015, kemudian melanjutkan pendidikan di SMA Negeri 28 Kabupaten Tangerang pada tahun 2015 dan lulus pada tahun 2018. Pada tahun 2018 melanjutkan pendidikan sarjana di Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pakuan. Pada masa akhir pendidikannya, penulis melakukan penelitian tentang **“Sintesis Senyawa Kompleks Ion Logam  $Zn^{2+}$  Dengan Ligan Turunan Pirazolin Untuk Deteksi Ion Logam Berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  Berbasis Fluoresensi”** di Laboratorium Penelitian Kimia FMIPA Universitas Pakuan dan QLAB Farmasi Universitas Pancasila dibawah bimbingan Bapak Dr. Sutanto, M.Si dan Ibu Yulian Syahputri, M.Si.

## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Riza Shabrina Zamzami

NPM : 062118051

Judul Skripsi : Sintesis Senyawa Kompleks Ion Logam  $Zn^{2+}$  dengan Ligan Turunan Pirazolin untuk Deteksi Ion Logam Berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  Berbasis Fluoresensi

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa Skripsi ini merupakan hasil penelitian, pemikiran dan pemaparan asli saya sendiri. Saya tidak mencantumkan tanpa pengakuan bahan - bahan yang telah dipublikasikan sebelumnya atau ditulis oleh orang lain atau sebagai bahan yang pernah diajukan untuk gelar atau ijazah pada Universitas Pakuan atau perguruan tinggi lainnya.

Apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi akademik sesuai dengan peraturan yang berlaku di Universitas Pakuan.

Demikian pernyataan ini saya buat.

Bogor, Oktober 2024

Yang membuat pernyataan



Riza Shabrina Zamzami

**PERNYATAAN MENGENAI TUGAS AKHIR DAN SUMBER  
INFORMASI SERTA PELIMPAHAN HAK CIPTA DAN PATEN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Riza Shabrina Zamzami

NPM : 062118051

Judul Skripsi : Sintesis Senyawa Kompleks Ion Logam  $Zn^{2+}$  dengan Ligan  
Turunan Pirazolin untuk Deteksi Ion Logam Berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$   
Berbasis Fluoresensi

Dengan ini saya menyatakan bahwa tugas akhir di atas adalah benar karya saya dengan arahan dari komisi pembimbing dan belum diajukan dalam bentuk apapun kepada perguruan tinggi manapun.

Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam daftar pustaka di bagian akhir tugas akhir ini. Dengan ini saya melimpahkan hak cipta karya tulis saya kepada Universitas Pakuan.

Bogor, Oktober 2024

Yang membuat pernyataan



Riza Shabrina Zamzami

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan atas ke hadirat Allah SWT karena atas rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyusun dan menyelesaikan skripsi ini. Shalawat serta salam semoga selalu tercurah kepada junjungan alam Nabi Muhammad SAW. Skripsi ini berjudul **“Sintesis Senyawa Kompleks Ion logam  $Zn^{2+}$  dengan Ligan Turunan Pirazolin untuk Deteksi Ion Logam Berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  Berbasis Fluoresensi”**. Penyusunan skripsi ini bertujuan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pakuan, Bogor.

Tak lupa penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada berbagai pihak yang memberikan dukungan kepada saya sehingga skripsi ini dapat tersusun. Oleh karena itu, pada kesempatan kali ini penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada semua pihak khususnya:

1. Bapak Asep Denih, S.Kom., M.Sc., Ph.D. selaku Dekan FMIPA Universitas Pakuan.
2. Ibu Dr. Ade Heri Mulyati., M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia FMIPA Universitas Pakuan.
3. Bapak Dr. Sutanto., M.Si. dan Ibu Yulian Syahputri., M.Si. selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan ilmu pengetahuan, arahan, saran serta bimbingan dalam proses penelitian dan penyusunan skripsi ini.
4. Bapak Drs. Agus Taufiq., M.Si. dan Ibu Linda Jati Kusumawardani., M.Si. selaku Dosen Penguji yang telah memberikan ilmu pengetahuan.
5. Ibu Dr. Diana Widiastuti., M.Phil. selaku Dosen wali yang selalu memberi masukan dan arahan.
6. Seluruh Dosen FMIPA Universitas Pakuan Bogor atas ilmu yang telah diberikan dan seluruh Staff Tata Usaha FMIPA Universitas Pakuan Bogor atas kemudahan dan bantuan yang diberikan.
7. Orang tua dan seluruh keluarga yang selalu memberikan doa dan dukungan baik moral maupun materil.
8. Chusnul Syahri, Aisyah Ayu dan Shinta Safitri yang telah memberikan arahan, kritik, saran dan semangat.

9. Rekan sepenelitian Erdiana Putri Pertiwi yang selalu membantu dan menemani.
10. Apriliana Puspita Ningrum, Biladi Muhammad, Luthfi Dzaki, Novita Ratnasari, Rafa Amitullah, Resti Friyanti, Rifa Fadhillah, dan Wardah Nurjani sebagai teman baik yang meberikan motivasi, semangat, doa serta dukungan yang tiada hentinya.
11. Teman-teman seperjuangan khususnya Kimia 2018 Reguler FMIPA Universitas Pakuan Bogor.
12. Seluruh pihak yang namanya tidak bisa disebutkan satu persatu atas bantuan dan dukungannya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan. Oleh karena itu diperlukan kritik dan saran yang membangun supaya tercapainya kesempurnaan.. Semoga dengan adanya skripsi ini dapat bermanfaat untuk segala pihak khususnya dalam bidang ilmu kimia dan umumnya untuk semua pihak yang membacanya.

Bogor, Oktober 2024



Penulis

**Riza Shabrina Zamzami. 062118051. 2018. “SINTESIS SENYAWA KOMPLEKS ION LOGAM  $Zn^{2+}$  DENGAN LIGAN TURUNAN PIRAZOLIN UNTUK DETEKSI ION LOGAM BERAT  $Hg^{2+}$  DAN  $Cd^{2+}$  BERBASIS FLUORESENSI”. Dibawah bimbingan Dr. Sutanto, M.Si dan Yulian Syahputri, S.Si, M.Si.**

---

## RINGKASAN

Ion logam  $Zn^{2+}$  dapat membentuk senyawa kompleks dengan ligan baik anion maupun molekul netral. Ligan dari turunan pirazolin dapat membentuk kompleks kelat dengan  $Zn^{2+}$  dan berfluoresensi warna biru. Sifat fluoresensi senyawa kompleks tersebut dapat diganggu oleh ion logam lain. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa kompleks ion logam  $Zn^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin yang akan diaplikasikan sebagai deteksi fluorosensor ion logam berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$ .

Proses sintesis senyawa kompleks diawali dengan membuat ligan turunan pirazolin yaitu para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena, kemudian ligan ini dikomplekskan dengan ion logam  $Zn^{2+}$ . Senyawa kompleks yang terbentuk dilakukan karakterisasi meliputi: titik leleh (dengan alat *melting point*), gugus fungsi (dengan FTIR), spektrum serapan (spektrofotometer UV-Vis) dan sifat fluorosensinya (dengan spektrofotometer fluoresensi). Tahapan selanjutnya dilakukan studi fluorosensor senyawa kompleks dengan penambahan ion logam  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  menggunakan spektrofotometer UV-Vis, serta dilakukan analisis dengan spektrofluorometer untuk menentukan tipe fluorosensor yang dihasilkan.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis senyawa kompleks ion logam  $Zn^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin diperoleh rendemen ligan turunan pirazolin sebesar 81,44% berwarna merah kecoklatan dengan titik leleh  $230,9^{\circ}C$  serta padatan senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  berwarna coklat dengan rendemen sebesar 55% dengan titik lelehnya sebesar  $245^{\circ}C$ . Hasil FTIR diperoleh ikatan C-H pada cincin piridin ( $2993,65\text{ cm}^{-1}$ ), C=C aromatis ( $2832,59\text{ cm}^{-1}$ ), ikatan N-H pada siklik pirazolin ( $3355,32\text{ cm}^{-1}$ ), C-N pada gugus pirazolin ( $2362,9\text{ cm}^{-1}$ ), C=N pada cincin aromatis ( $1558,55 - 1456,32\text{ cm}^{-1}$ ), C-H aromatis ( $666,43\text{ cm}^{-1}$ ) dan Zn-N ( $349,13\text{ cm}^{-1}$ ). Hasil scanning menggunakan spektrofotometer UV-Vis ligan turunan pirazolin diperoleh puncak serapan 249 nm dan 364 nm serta pada senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  diperoleh dua puncak serapan pada 246 nm dan 363 nm dengan nilai absortivitas molar  $\log \epsilon$  masing-masing sebesar 4,56 dan 4,28. Puncak maksimum serapan fluoresensi senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin pada 478 nm dengan intensitas fluoresensi cukup tinggi sebesar 8216 a.u. Studi fluoresensi senyawa kompleks pada penambahan ion logam  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  menunjukkan bahwa tipe fluorosensor senyawa kompleks ion logam  $Zn^{2+}$  dapat digunakan sebagai fluorosensor ion logam berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  dengan tipe *turn on*.

**Kata Kunci:** Fluorosensor, Turunan Pirazolin, Logam Berat, Kompleks  $Zn^{2+}$ .

**Riza Shabrina Zamzami. 062118051. 2018. "SYNTHESIS OF METAL ION COMPLEX  $Zn^{2+}$  WITH PYRAZOLINE DERIVATIVE LIGAND FOR  $Hg^{2+}$  AND  $Cd^{2+}$  HEAVY METAL ION DETECTION BASED ON FLUORESCENCE". Supervised by Dr. Sutanto, M.Si dan Yulian Syahputri, S.Si, M.Si.**

---

### SUMMARY

*$Zn^{2+}$  metal ions can form complex compounds with ligands, both anions and neutral molecules. Ligands from pyrazoline derivatives can form chelate complexes with  $Zn^{2+}$  and fluoresce blue. The fluorescence properties of these complex compounds can be disturbed by other metal ions. This research aims to synthesize a complex compound of  $Zn^{2+}$  metal ion with a pyrazoline derivative ligand which will be applied as a fluorosensor detection of heavy metal ions  $Hg^{2+}$  and  $Cd^{2+}$ .*

*The complex compound synthesis process begins by making a pyrazoline derivative ligand, namely para-di-2-(1-phenyl-3-pyridyl-4,5-dihydro-1H-pyrazol-5-yl)benzene, then this ligand is complexed with the metal ion  $Zn^{2+}$ . The complex compounds formed were characterized including: melting point (with a melting point tool), functional groups (with FTIR), absorption spectrum (UV-Vis spectrophotometer) and fluorescence properties (with a fluorescence spectrophotometer). The next stage was a study of complex compound fluorosensors with the addition of  $Hg^{2+}$  and  $Cd^{2+}$  metal ions using a UV-Vis spectrophotometer, and analysis was carried out with a spectrofluorometer to determine the type of fluorosensor produced.*

*The results of the study showed that the synthesis of  $Zn^{2+}$  metal ion complex compounds with pyrazoline derivative ligands obtained a yield of 81.44% of pyrazoline derivative ligands with a reddish brown color with a melting point of  $230.9^{\circ}C$  and a solid  $Zn^{2+}$  complex compound with a brown color with a yield of 55% with a melting point of  $245^{\circ}C$ . The FTIR results obtained C-H bonds in the pyridine ring ( $2993.65\text{ cm}^{-1}$ ), aromatic C=C ( $2832.59\text{ cm}^{-1}$ ), N-H bonds in cyclic pyrazoline ( $3355.32\text{ cm}^{-1}$ ), C-N in the pyrazoline group ( $2362.9\text{ cm}^{-1}$ ), C=N in the aromatic ring ( $1558.55 - 1456.32\text{ cm}^{-1}$ ), aromatic C-H ( $666.43\text{ cm}^{-1}$ ) and Zn-N ( $349.13\text{ cm}^{-1}$ ). The scanning results using a UV-Vis spectrophotometer of pyrazoline derivative ligands obtained absorption peaks at 249 nm and 364 nm and in the  $Zn^{2+}$  complex compound two absorption peaks were obtained at 246 nm and 363 nm with molar absorptivity values of  $\log \epsilon$  of 4.56 and 4.28, respectively. The maximum peak of fluorescence absorption of the  $Zn^{2+}$  complex compound with pyrazoline derivative ligands at 478 nm with a fairly high fluorescence intensity of 8216 a.u. The fluorescence study of the complex compound on the addition of  $Hg^{2+}$  and  $Cd^{2+}$  metal ions showed that the type of fluorosensor of the  $Zn^{2+}$  metal ion complex compound can be used as a fluorosensor of heavy metal ions  $Hg^{2+}$  and  $Cd^{2+}$  with a turn-on type.*

**Keywords:** Fluorosensor, Pyrazoline Derivatives, Heavy Metals,  $Zn^{2+}$  Complex.

## DAFTAR ISI

<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>i</b>
<b>RINGKASAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>SUMMARY</b> .....	<b>iv</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>v</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	3
1.3 Hipotesis Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>4</b>
2.1 Prinsip Fluoresensi.....	4
2.2 Pirazolin .....	6
2.3 Senyawa Kalkon.....	7
2.4 Senyawa Kompleks Zn <sup>2+</sup> .....	8
2.5 Logam Berat.....	9
2.5.1 Logam Kadmiun (Cd).....	9
2.5.1.1 Karakteristik Kadmium .....	9
2.5.1.2 Sifat Kimia Kadmium.....	10
2.5.1.3 Dampak Negatif Kadmium .....	11
2.5.2 Logam Merkuri (Hg).....	11
2.5.2.1 Karakteristik Logam Merkuri (Hg) .....	11
2.5.2.2 Sifat Kimia Merkuri (Hg) .....	11
2.5.2.3 Dampak Negatif Merkuri.....	12
2.6 Spektrofotometer UV-Vis .....	13
2.7 Spektrofotometer Infra merah/ <i>Infra Red</i> (IR) .....	14
2.8 Spektrofotometer Fluoresensi.....	16
<b>BAB III BAHAN DAN METODE</b> .....	<b>18</b>

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	18
3.2 Alat dan Bahan Penelitian .....	18
3.3 Metode Penelitian .....	18
3.4 Prosedur Kerja .....	19
3.4.1 Sintesis Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5il)benzena .....	19
3.4.2 Sintesis Senyawa Kompleks Ion Logam $Zn^{2+}$ Dengan Ligan para-di-2 (1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena .....	19
3.4.3 Penentuan Stoikiometri $Zn^{2+}$ : ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena .....	20
3.4.4 Analisis Senyawa Kompleks.....	20
3.4.5 Penentuan Potensi Fluorosensor .....	22
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>24</b>
4.1 Hasil Sintesis Ligan .....	24
4.2 Hasil Sintesis Kompleks $ZnCl_2$ dengan Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena.....	26
4.3 Hasil Penentuan Stoikiometri $Zn(II)$ : ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena.....	27
4.3.1 Hasil Penetapan Nilai Konstanta Kestabilan ( $K_f$ ) Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ .....	28
4.4 Hasil Analisis FTIR Senyawa Kompleks Ion Logam $Zn^{2+}$ dengan Ligan Turunan Pirazolin.....	28
4.5 Analisis UV-Visibel Senyawa Kompleks .....	30
4.6 Hasil Analisis Fluoresensi Senyawa Kompleks .....	32
4.7 Hasil Penentuan pH Optimum.....	34
4.7.1 Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks .....	34
4.7.2 Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks Pada Penambahan Logam $Hg^{2+}$ .....	35
4.7.2 Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks Pada Penambahan Logam $Cd^{2+}$ .....	35
4.8 Penetapan Potensi Fluorosensor .....	36

4.8.1 Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ pada Penambahan Ion Logam Berat $Hg^{2+}$ .....	36
4.8.2 Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ pada Penambahan Ion Logam Berat $Cd^{2+}$ .....	38
4.8.3 Penetapan Intensitas Serapan Panjang Gelombang Maksimum pada Penambahan Ion Logam Berat $Hg^{2+}$ dan $Cd^{2+}$ .....	40
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>44</b>
5.1 Kesimpulan.....	44
5.2 Saran .....	45
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>46</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>52</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 1.</b> Diagram Energi Jablonski .....	4
<b>Gambar 2.</b> Skema Sensing .....	5
<b>Gambar 3.</b> Struktur Pirazolin .....	6
<b>Gambar 4.</b> Ligan para-di-2-(1,5-difenil-4,5-dihidro-1H-pirazol-3-il)piridin ....	7
<b>Gambar 5.</b> Struktur Sederhana Senyawa Karbonil $\alpha,\beta$ tidak jenuh.....	7
<b>Gambar 6.</b> Struktur ligan para di-2-(1-metil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena .....	8
<b>Gambar 7.</b> Skema Komponen Spektrofotometer UV-Vis .....	13
<b>Gambar 8.</b> Spektrum Elektromagnetik .....	14
<b>Gambar 9.</b> Skema Spektrofotometer Infra merah .....	15
<b>Gambar 10.</b> Diagram Komponen Spektrofotometer Fluoresensi.....	17
<b>Gambar 11.</b> Reaksi Sintesis Senyawa $\alpha,\beta$ -tak jenuh (Kalkon) .....	25
<b>Gambar 12.</b> Reaksi Sintesis Ligan ligan para di-2-(1-metil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena .....	26
<b>Gambar 13.</b> Grafik Stoikiometri Zn(II) : Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzene .....	28
<b>Gambar 14.</b> Spektrum IR Ligan Pirazolin dan Senyawa Kompleks Ion Logam Zn <sup>2+</sup> Dengan Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena .....	29
<b>Gambar 15.</b> Spektrum UV-Visibel.....	31
<b>Gambar 16.</b> Spektrum Fluoresensi Senyawa Kompleks Zn <sup>2+</sup> .....	33
<b>Gambar 17.</b> Grafik pH Terhadap Kestabilan Senyawa Kompleks Zn <sup>2+</sup> .....	34
<b>Gambar 18.</b> Grafik Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks Zn <sup>2+</sup> Pada Penambahan Ion Hg <sup>2+</sup> .....	35
<b>Gambar 19.</b> Grafik Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks Zn <sup>2+</sup> Pada Penambahan Ion Cd <sup>2+</sup> .....	36
<b>Gambar 20.</b> Spektrum Fluoresensi Senyawa Kompleks Terhadap Penambahan Ion Logam Berat Hg <sup>2+</sup> Pada Berbagai Konsentrasi .....	36

<b>Gambar 21.</b> Grafik Perubahan Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks Terhadap Penambahan Ion Logam Berat $Hg^{2+}$ Pada Berbagai Konsentrasi .....	37
<b>Gambar 22.</b> Spektrum Fluoresensi Senyawa Kompleks Terhadap Penambahan Ion Logam Berat $Cd^{2+}$ Pada Berbagai Konsentrasi .....	38
<b>Gambar 23.</b> Grafik Perubahan Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks Terhadap Penambahan Ion Logam Berat $Cd^{2+}$ Pada Berbagai Konsentrasi .....	38
<b>Gambar 24.</b> Grafik Pengaruh Penambahan Ion Logam Berat $Hg^{2+}$ Pada Penambahan Berbagai Konsentrasi Terhadap Senyawa Kompleks .....	41
<b>Gambar 25.</b> Grafik Pengaruh Penambahan Ion Logam Berat $Cd^{2+}$ Pada Penambahan Berbagai Konsentrasi Terhadap Senyawa Kompleks.....	42

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 1.</b> Perbandingan mol larutan ligan $5 \times 10^{-5}$ M ke dalam larutan $Zn^{2+}$ $5 \times 10^{-5}$ M menggunakan spektrofotometer UV-Visible .....	20
<b>Tabel 2.</b> Hasil Analisis IR Ligan Turunan Pirazolin Dengan Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ .....	30
<b>Tabel 3.</b> Hasil Analisis Panjang Gelombang Maksimum.....	32
<b>Tabel 4.</b> Puncak Serapan UV-Visibel Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ .....	32
<b>Tabel 5.</b> Pergeseran Panjang Gelombang Senyawa Kompleks Pada Penambahan Ion Logam Berat $Hg^{2+}$ .....	41
<b>Tabel 6.</b> Pergeseran Panjang Gelombang Senyawa Kompleks Pada Penambahan Ion Logam Berat $Cd^{2+}$ .....	42

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran 1.</b> Bagan Alir Umum Penelitian.....	52
<b>Lampiran 2.</b> Sintesis Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena .....	53
<b>Lampiran 3.</b> Sintesis Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ dengan Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena .....	54
<b>Lampiran 4.</b> Penentuan Stoikiometri $Zn^{2+}$ : Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena.....	55
<b>Lampiran 5.</b> Penetapan Potensi Fluorosensor.....	55
<b>Lampiran 6.</b> Penentuan pH Optimum .....	56
<b>Lampiran 7.</b> Pengukuran Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks .....	56
<b>Lampiran 8.</b> Pengukuran Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks Dengan Penambahan Logam $HgCl_2$ dan $CdCl_2$ .....	57
<b>Lampiran 9.</b> Studi Spektroskopi UV-Vis Senyawa Kompleks Dengan Penambahan Logam $HgCl_2$ dan $CdCl_2$ .....	57
<b>Lampiran 10.</b> Perhitungan perbandingan mol ligan dan $ZnCl_2$ .....	58
<b>Lampiran 11.</b> Perhitungan Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ dengan logam $Hg^{2+}$ dan $Cd^{2+}$ .....	58
<b>Lampiran 12.</b> Penentuan Konstanta Kestabilan Senyawa Kompleks .....	60
<b>Lampiran 13.</b> Hasil Uji Spektrofotometer UV-Visibel Senyawa Kompleks ..	60
<b>Lampiran 14.</b> Hasil Uji FTIR Senyawa Kompleks .....	61
<b>Lampiran 15.</b> Hasil Uji FTIR Ligan Pirazolin.....	62
<b>Lampiran 16.</b> Hasil Uji Spektrofluorometer Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ .....	63
<b>Lampiran 17.</b> Hasil Uji Spektrofluorometer Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ dengan Penambahan Ion Logam Berat $Hg^{2+}$ .....	64
<b>Lampiran 18.</b> Hasil Uji Spektrofluorometer Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ dengan Penambahan Ion Logam Berat $Cd^{2+}$ .....	64
<b>Lampiran 19.</b> Dokumentasi Penelitian .....	65

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Indonesia menjadi salah satu negara yang mengalami peningkatan jumlah transportasi dan industri secara signifikan setiap tahunnya. Dampak dari banyaknya penggunaan transportasi darat dan keberadaan industri memungkinkan dihasilkannya limbah logam berat (Cahyani *et al.*, 2016). Pada umumnya logam berat mempunyai toksisitas yang tinggi, sulit diuraikan dan dapat membahayakan organisme di lingkungan sekitar. Meskipun begitu beberapa logam berat esensial diperlukan oleh tubuh dalam jumlah yang kecil (Irhamni *et al.*, 2017). Menurut Hanuji (2016), polutan logam berat memiliki permasalahan serius. Logam kadmium (Cd) dan merkuri (Hg) merupakan ion logam berat yang paling banyak ditemukan karena memiliki efek yang berbahaya. Sehingga dilakukan pendeteksian pada ion logam berat kadmium dan merkuri.

Turunan pirazolin berfungsi sebagai ligan dikarenakan mempunyai sifat *photophysical* dan dapat mengkelat ion logam dengan memberikan pasangan elektron bebas dan memberikan energi kepada ion logam tersebut. Pengkelatan ion logam dengan senyawa turunan pirazolin dapat menyebabkan terbentuknya absorpsi dan emisi cahaya yang begitu kuat serta memiliki sifat fluoresensi yang diakibatkan dengan adanya pasangan elektron bebas pada ligan yang bertindak sebagai cahaya yang dapat menyerap kromofor (Kartika. 2016). Sehingga hal ini memungkinkan bahwa senyawa kompleks dengan atom pusat  $Zn^{2+}$  serta ligan turunan pirazolin dapat digunakan untuk fluoresensor. Deteksi senyawa berbasis fluoresensi (fluorosensor) telah banyak digunakan dan menjadi populer dalam biokimia, forensik dan bidang deteksi logam berat. Deteksi senyawa berdasarkan fluorosensor menghasilkan intensitas fluoresensi tipe *turn on* yang merupakan peningkatan intensitas fluoresensi dan tipe *turn off* yang merupakan penurunan intensitas fluoresensi (Kamaludin *dkk.*, 2014). Hal ini dikarenakan fluorosensor atau sensor berbasis fluoresensi menawarkan selektivitas yang baik, limit deteksi yang rendah dan aplikasi yang praktis (Rustikawati, 2017).

Senyawa kompleks dapat digunakan sebagai fluorosensor apabila senyawa tersebut merupakan senyawa heterosiklik, senyawa aromatik atau molekul

terkonjugasi. Senyawa kompleks terbentuk apabila terdapat logam dan ligan yang membentuk ikatan kovalen koordinasi (Taslimah *et al*, 2016). Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena merupakan ligan turunan pirazolin senyawa heterosiklik yang mengandung dua atom nitrogen dalam cincin yang beranggota lima (Jugal, 2016).

Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Putri (2020) telah berhasil mensintesis senyawa kompleks  $\text{Co}^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin dapat digunakan sebagai fluorosensor ion logam berat  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cu}^{2+}$  dengan konstanta kestabilan senyawa kompleks yang diperoleh sebesar  $10^6$ . Purwati (2021) telah berhasil mensintesis senyawa kompleks  $\text{Cu}^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin yang dapat digunakan sebagai fluorosensor ion  $\text{CN}^-$  dengan tipe *turnoff-on* dengan konstanta kestabilan  $10^3$ . Syahputri (2014) telah berhasil mensintesis ligan turunan pirazolin para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena yang dapat dijadikan fluorosensor logam  $\text{Cd}^{2+}$  dan  $\text{Pb}^{2+}$  dengan tipe *turn on* pada penambahan logam  $\text{Cd}^{2+}$  dan tipe *turn off* pada penambahan logam  $\text{Pb}^{2+}$ . Akan tetapi belum ada studi yang menjelaskan tentang kegunaan senyawa kompleks ion logam  $\text{Zn}^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin dapat digunakan sebagai fluorosensor untuk mengidentifikasi keberadaan ion merkuri dan kadmium. Penulis menggunakan ion logam  $\text{Zn}^{2+}$  sebagai atom pusat karena ion  $\text{Zn}^{2+}$  mempunyai tingkat kestabilan yang sangat tinggi dan merupakan logam transisi suborbital blok d yang dapat mengalami eksitasi dengan memancarkan warna sehingga dapat disintesis menjadi senyawa kompleks dan logam  $\text{Zn}^{2+}$  juga dapat berfluoresensi. Sifat khas logam-logam transisi d adalah kemampuannya membentuk kompleks dengan ligan baik anion maupun molekul netral yang dapat bertindak sebagai donor elektron bebas (Hermawati., 2016).

Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa kompleks ion logam  $\text{Zn}^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin untuk deteksi ion logam berat  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  berbasis fluoresensi.

## 1.2 Tujuan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan bertujuan untuk :

1. Sintesis dan karakterisasi senyawa kompleks ion logam  $Zn^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena dan karakterisasinya.
2. Menentukan potensi senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  - turunan pirazolin sebagai fluoressensor ion logam berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$ .

## 1.3 Hipotesis Penelitian

Hipotesis dari penelitian ini yaitu :

1. Senyawa kompleks dari ion logam  $Zn^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena dapat di sintesis dan dibuktikan dengan hasil karakterisasinya.
2. Senyawa kompleks dari ion  $Zn^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena berpotensi sebagai sensor ion logam berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  berbasis fluoresensi.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi penelitian terutama dalam bidang fluorosensor, khususnya sintesis senyawa kompleks untuk mendeteksi adanya kandungan ion logam berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$ .

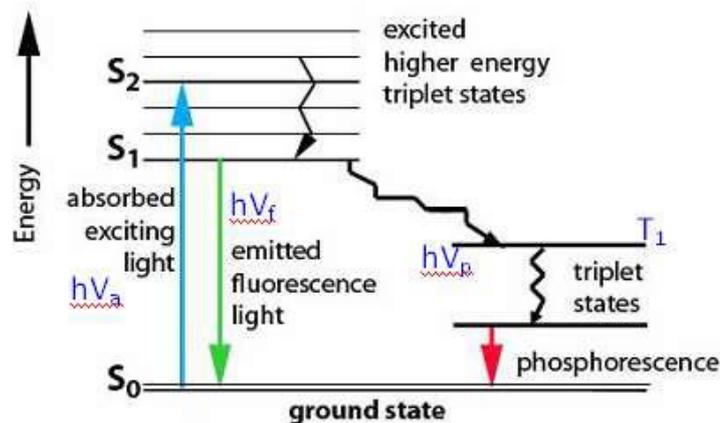
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Prinsip Fluoresensi

Fluoresensi merupakan proses pemancaran radiasi cahaya oleh suatu materi setelah tereksitasi oleh berkas cahaya berenergi tinggi. Emisi ini terjadi dikarenakan adanya proses absorpsi cahaya oleh atom sehingga menghasilkan keadaan atom tereksitasi (Sanderson *et al.*, 2014). Fluoresensi merupakan tipe *luminescence* yang dipengaruhi oleh panjang gelombang eksitasi elektromagnetik. Diagram energi Jablonski digambarkan pada proses fluoresensi (Sanderson *et al.*, 2014).

Keadaan atom ini akan kembali pada keadaan awal dengan melepaskan energi cahaya (deeksitasi). Proses fluoresensi melibatkan perpindahan tingkat energi keadaan atom tereksitasi ( $S_1$  atau  $S_2$ ) menuju keadaan stabil (*ground states*) (Lubis *et al.*, 2016). Pemancaran radiasi memiliki dua proses yaitu fluoresensi dan fosforesensi. Kedua proses ini memiliki perbedaan yang terletak pada waktu pemancaran radiasi tereksitasi. Pada proses fluoresensi memerlukan waktu kurang lebih 1 nano detik sedangkan pada proses fosforesensi memerlukan waktu yang lebih lama yaitu sekitar 1 sampai 1000 mili detik (Rhys-Wiliam, 2011).

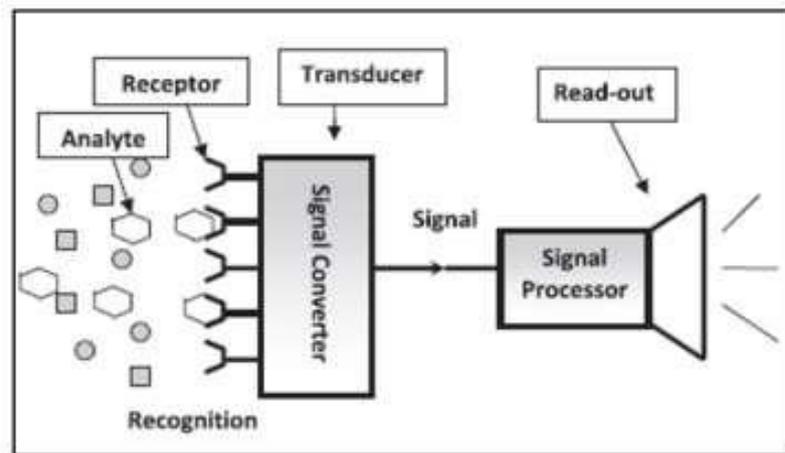


**Gambar 1.** Diagram Energi Jablonski.  
(Dunst dan Tomancak, 2019)

Gambar 1 merupakan diagram energi Jablonski yang menunjukkan proses fluoresensi dan fosforesensi. Mekanisme yang terjadi yaitu, ketika atom mengabsorpsi energy cahaya sebesar  $h\nu_a$  maka elektron suatu atom pada keadaan

dasar ( $S_0$ ) akan berpindah ke keadaan tingkat energi yang lebih tinggi yaitu  $S_1$  atau  $S_2$ . Kemudian atom yang telah tereksitasi akan mengalami relaksasi dari tingkat energi yang lebih tinggi ke tingkat energi yang lebih rendah dengan melepaskan energi sebesar  $h\nu_f$  dalam bentuk cahaya. Proses relaksasi tersebut mengakibatkan energi semakin lama semakin berkurang dan untuk mencapai keadaan suhu setimbang maka elektron akan kembali ke keadaan dasar  $S_0$  (Hankiewicz, 2012). Ketika elektron mengalami eksitasi dan kembali pada keadaan dasar melalui triplet ( $T_1$ ) yang dipancarkan yaitu sinyal fosforesensi dengan energi emisi sebesar  $h\nu_p$  dalam selang waktu kurang lebih  $1\mu s$  sampai dengan  $1s$  (Skoog *et al*, 2012).

Kemosensor merupakan kegunaan fluoresensi untuk deteksi ion logam berat. Dalam kemosensor berbasis kompleks logam, logam yang terikat akan mendeteksi ion logam lain melalui perpindahan logam-logam atau mekanisme transmetalasi. Metode ini memiliki prinsip yang didasarkan pada interaksi kemosensor dengan analitnya sehingga menghasilkan respon kuantitatif dengan adanya perbedaan intensitas fluoresensi baik sebelum maupun sesudah interaksi. Hal ini disebabkan karena adanya perubahan tingkat energi orbital reseptor sebelum dan sesudah interaksi dengan analit (Pandey *et al*, 2016).



**Gambar 2.** Skema Sensing  
(Lakowicz, 2006)

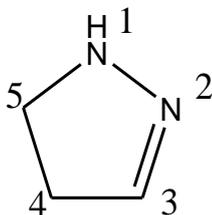
Kompleks logam berbasis fluoresensi ini memiliki keuntungan dibandingkan menggunakan kemosensor organik sederhana yang memiliki selektivitas terhadap kation. Sebagian besar kompleks Zn (II), Cd (II) dan Cu (II) digunakan sebagai kemosensor untuk kation yang tepat melalui mekanisme

transmetalasi, karena prinsip dari kompleks ini setiap ion logam pusat yang masuk ke kompleks yang sama akan menampakkan fluoresensi yang khas (Pandey *et al.*, 2019).

## 2.2 Pirazolin

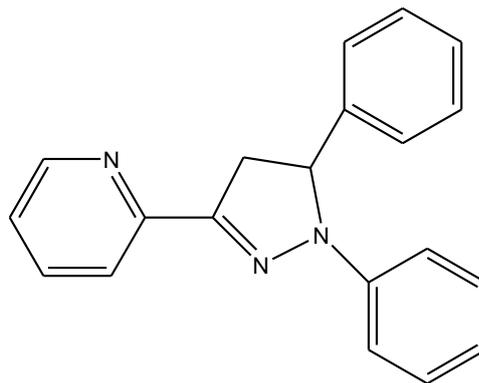
Senyawa pirazolin merupakan suatu senyawa aktif, namun senyawa ini jarang ditemukan di alam. Pirazolin berfungsi sebagai bioaktivitas yaitu sebagai antiinflamasi, antimikroba, antibakteri, antidiabetes dan antipiretik (Dahliarti *et al.*, 2014). Pirazolin merupakan golongan alkaloid tetapi jarang ditemukan di alam. Salah satu metode preparatif untuk mensintesis pirazolin yaitu dengan reaksi siklisasi antara keton  $\alpha$ ,  $\beta$  tak jenuh atau keton  $\alpha$ ,  $\beta$  epoksi dengan hidrazin dan turunannya (Sakthinathan *et al.*, 2012).

Sakthinathan, dkk. (2012), telah berhasil mensintesis senyawa 2- pirazolin dari kalkon inti naftalen tersubstitusi halogen dengan fenilhidrazin hidroklorida dengan menggunakan katalis natrium asetat anhidrat pada metode refluks. Senyawa tersebut memiliki aktivitas antibakteri yang sangat lemah.



**Gambar 3.** Struktur Pirazolin  
(Vincent, 2020).

Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hakim (2016) telah berhasil mensintesis ligan turunan pirazolin yaitu ligan 2-(1,5-difenil-4,5-dihidro-1H-pirazol-3-il)piridin menggunakan metode kondensasi Claisen-Schmidt dimana ligan turunan pirazolin dapat digunakan sebagai fluorosensor ion logam  $\text{La}^{3+}$  dan  $\text{Eu}^{3+}$ .

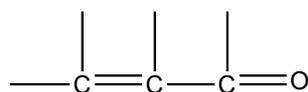


**Gambar 4.** Ligan 2-(1,5-difenil-4,5-dihidro-1H-pirazol-3-il)piridin  
(Hakim, 2016)

### 2.3 Senyawa Kalkon

Senyawa kalkon merupakan suatu metabolit sekunder golongan flavonoid yang memiliki dua cincin aromatik yang dihubungkan dengan tiga karbon  $\alpha$ ,  $\beta$  tak jenuh dalam senyawa karbonil tak jenuh (Choudhary dkk., 2011). Kalkon merupakan senyawa  $\alpha$ ,  $\beta$  tak jenuh karbonil keton yang mengandung enon aromatis tunggal. Kalkon memiliki tiga bagian struktur, yaitu: berupa cincin aromatis yang berposisi  $\beta$  terhadap gugus karbonil keton, kemudian berupa ikatan  $\alpha$ ,  $\beta$ -karbonil tak jenuh dan berupa cincin aromatis yang langsung terikat pada karbonil keton (Robinson dkk., 2003).

Senyawa karbonil  $\alpha,\beta$  tidak jenuh merupakan bahan penyusun utama dalam kimia organik. Reaksi karbonilasi dapat mengubah berbagai macam reaksi substrat menjadi produk karbonilasi  $\alpha,\beta$  tak jenuh seperti aldehida, keton, ester, amida dan asam karboksilat. Dalam gugus karbonil, senyawa karbonil  $\alpha,\beta$  tidak jenuh merupakan ikatan rangkap karbon-karbon dan ikatan rangkap karbon-oksigen. Kedudukannya dipisahkan dengan sebuah ikatan tungan karbon-karbon atau disebut ikatan terkonjugasi (Zhang dkk., 2019).



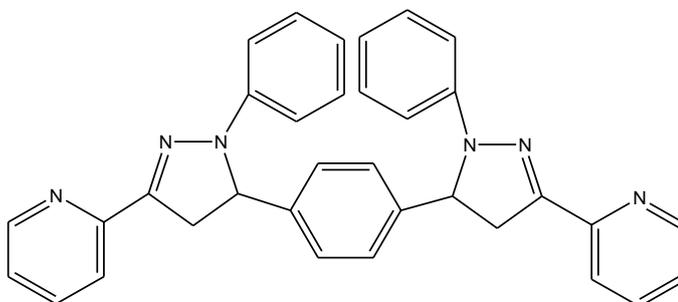
**Gambar 5.** Struktur Sederhana Senyawa Karbonil  $\alpha,\beta$  tidak jenuh

## 2.4 Senyawa Kompleks Zn<sup>2+</sup>

Senyawa kompleks ialah senyawa yang tersusun dari satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat (Sugiyarto, 2012). Sintesis senyawa kompleks dapat dilakukan dengan mencampurkan suatu larutan pada berbagai perbandingan mol logam : mol ligan dalam berbagai pelarut tanpa dilakukan pemanasan atau pencampuran larutan yang disertai pemanasan pada berbagai temperatur (Sariyanto, 2010).

Zn merupakan logam transisi golongan IIB dengan nomor atom 30 dengan konfigurasi elektron [Ar] 4s<sup>2</sup> 3d<sup>10</sup>. Ion logam Zn (II) dapat memberikan orbital bebas yang dapat menerima pasangan elektron bebas dari ligan. Oleh karena itu, Zn dapat digunakan sebagai logam kandidat untuk keberhasilan pengikatan ligan. Beberapa kompleks ion logam Zn(II) yang berikatan dengan ligan organik seperti pirazolin, piridin, benzamida, dan imidazol menunjukkan efek antibakteri yang sangat baik (Colak et al., 2012; Chiniforoshan et al., 2014), Antioksidan (Wu *et al.*, 2012), anti inflamasi dan anti kanker (Tyagi et al., 2014; Gao *et al.*, 2010). Kompleks ion logam Zn(II) dengan ligan piridin 2,6 bis (2b benzoidazolyl) memiliki kemampuan yang lebih baik sebagai antioksidan dibandingkan dengan kompleks ion logam Cd(II) (Wu *et al.*, 2012). Berdasarkan literatur tersebut diatas, ion logam yang digunakan dalam penelitian ini adalah ion logam Zn(II).

Metode sintesis senyawa kompleks yang digunakan serupa dengan metode yang dilakukan oleh Muneera & Joseph., J (2016) yaitu mengkomplekskan logam Ni(II), Co(II), Cu(II), dan Zn(II) dari turunan pirazolin dengan metode kondensasi Claisen-Schmidt selama 8 jam dalam suhu 80°C. Berikut struktur ligan turunan dari pirazolin yang digunakan untuk pembuatan senyawa kompleks:



**Gambar 6.** Struktur ligan para-di-2-(1-phenyl-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena (Putri, 2020)

## **2.5 Logam Berat**

Logam secara alami terjadi pada kerak bumi melalui proses pelapukan kimia dan geokimia yang melepaskan berbagai elemen. Namun karena perkembangan teknologi dan aktivitas manusia, unsur logam muncul secara alami. Terdapat 94 unsur logam dalam tabel periodik dari 106 unsur. Logam dapat dibagi menjadi dua kelompok: logam berat dan logam ringan. Logam yang beratnya lebih dari 5 gram per sentimeter kubik, atau lima kali berat air, dikenal sebagai logam berat. Sebaliknya, logam yang beratnya kurang dari 5 gram per  $\text{cm}^3$  disebut logam ringan (Agustina, 2014).

Logam berat sangat diperlukan bagi kehidupan manusia. Berdasarkan toksikologi, logam berat dibedakan menjadi dua jenis yaitu logam berat esensial dan non esensial. Logam berat esensial adalah logam berat yang dibutuhkan organisme dalam jumlah yang tidak berlebihan, sesuai dengan spesifikasinya. B. Seng (Zn), tembaga (Cu) dan mangan (Mn). Jika berlebihan, akan memicu terjadinya toksisitas pada organisme. Logam berat non esensial adalah logam berat yang belum diketahui manfaatnya dan tidak dibutuhkan oleh organisme hidup seperti kadmium (Cd), timbal (Pb) dan krom (Cr). Ketiga logam ini tidak hanya berbahaya bagi tubuh, tetapi juga berbahaya bagi lingkungan saat terkontaminasi (Irhamni *et al.*, 2017).

Penyebab utama bahaya logam berat adalah logam berat cenderung menumpuk di dalam tubuh dan dapat merusak fungsi organ tubuh manusia. Hal ini membuat logam berat lebih kecil kemungkinannya untuk dihancurkan (tidak terurai) oleh organisme hidup di lingkungan. Akibatnya logam berat terakumulasi di lingkungan dan bergabung dengan senyawa organik dan anorganik membentuk senyawa kompleks (Agustina, 2014).

### **2.5.1 Logam Kadmiun (Cd)**

#### **2.5.1.1 Karakteristik Kadmium**

Kadmium terjadi di kerak bumi atau akibat dari letusan gunung berapi. Selain itu, kadmium dapat diperoleh dari berbagai aktivitas manusia, antara lain bahan bakar, kebakaran hutan, dan pemanfaatan limbah industri (Agustina, 2014).

Kadmium memiliki nomor atom 48, termasuk golongan IIB, memiliki titik didih  $765^{\circ}\text{C}$  dan titik leleh  $320,9^{\circ}\text{C}$ . Logam ini lunak, mengkilat, tidak larut dalam basa, berwarna putih, tahan panas dan tahan korosi. Berdasarkan sifat kadmium menunjukkan logam ini banyak digunakan di berbagai industri seperti pelapis logam, baterai, pelumas dan bahan bakar. Limbah industri yang mengandung kadmium dapat mencemari perairan dan atmosfer serta dapat dengan mudah terakumulasi dalam organisme hidup dan lingkungan sehingga dapat menyebabkan keracunan (Agustina, 2014).

Kadmium (Cd) merupakan unsur logam berat yang terdapat di kerak bumi dan tersebar luas di lingkungan terutama di perairan yang konsentrasi kadmiumnya rendah dan sangat beracun. Logam berat adalah unsur kimia dengan berat jenis lebih dari  $5\text{ g/cm}^3$ . Kadmium termasuk dalam susunan unsur Tabel Periodik Nomor Atom 48, yang termasuk dalam Golongan IIB. Kadmium adalah elemen beracun yang banyak ditemukan di lingkungan sebagai polutan dari sumber daya alam dan dari aplikasi industri dan pertanian. Kadmium dapat terakumulasi dalam tubuh selama bertahun-tahun dan dikaitkan dengan berbagai penyakit, termasuk kanker, bahkan pada paparan rendah. Oleh karena itu, sangat penting untuk mendeteksi dan memantau kadmium dengan mudah di berbagai media (Ciupa, *et al.* 2012).

### **2.5.1.2 Sifat Kimia Kadmium**

Kadmium adalah logam perak berwarna putih yang lunak, mengkilat, tidak larut basa, reaktif, dan dapat membentuk oksida kadmium bila dipanaskan. Kadmium sering ditemukan dalam kombinasi dengan klorin dan belerang. Kadmium membentuk ion Cd ( $\text{Cd}^{2+}$ ) yang tidak stabil. Kadmium (Cd) mempunyai nomor atom 48, berat atom 112,4, titik leleh  $321^{\circ}\text{C}$ , titik didih  $767^{\circ}\text{C}$ , dan massa jenis  $8,65\text{ g/cm}^3$ . Logam kadmium berwarna putih keperakan seperti logam aluminium, tahan panas, dan tahan korosi. Logam ini banyak digunakan sebagai bahan pigmen dalam industri elektrolisis, cat, enamel dan plastik. Logam Cd diekstraksi dalam industri alloy, pestisida, pemurnian Zn dan lainnya (Istarani & Pandebesie, 2014).

### **2.5.1.3 Dampak Negatif Kadmium**

Kadmium memiliki efek yang sangat unik pada anak-anak. Dengan kata lain, dapat mendukung perkembangan otak anak. Tapi, sebaliknya, kadmium memiliki efek negatif pada manusia dewasa, termasuk peningkatan risiko kanker payudara, penyakit kardiovaskular atau paru-paru, dan penyakit jantung. Efek toksik lainnya dari kadmium adalah disfungsi ginjal, asam urat, pembentukan arthritis, dan kerusakan tulang (Chen, 2009).

## **2.5.2 Logam Merkuri (Hg)**

### **2.5.2.1 Karakteristik Logam Merkuri (Hg)**

Menurut Purwanto (2011), merkuri (Hg) merupakan pencemar paling berbahaya dari berbagai logam berat, dan produksinya sangat tinggi dan sangat banyak digunakan di berbagai bidang. Merkuri adalah jenis logam yang tersebar luas di alam dan ditemukan sebagai senyawa anorganik dan organik dalam batuan, bijih, tanah, air dan udara. Secara umum, permukaan tanah, air dan udara relatif rendah. Berbagai jenis aktivitas manusia dapat meningkatkan level ini. Misalnya, kegiatan penambangan yang dapat menghasilkan hingga 10.000 ton merkuri setiap tahunnya. Paparan merkuri dapat menyebabkan berbagai jenis penyakit berbahaya (Hadi, 2013).

### **2.5.2.2 Sifat Kimia Merkuri (Hg)**

Merkuri (Hg) berbentuk cair pada suhu kamar (25°C), berwarna putih keperakan dan memiliki konduktivitas listrik yang cukup baik, tetapi memiliki konduktivitas termal yang rendah (Belami *et al.*, 2013). Merkuri memiliki nomor atom 80, berat molekul 200,59, titik didih 357°C, dan densitas 13,6 g/ml. Tidak larut dalam air, alkohol, eter, asam hidroklorida, hidrogen bromida dan hidrogen iodida. Larut dalam asam nitrat, asam sulfurik panas dan lipid tidak tercampurkan dengan oksidator, halogen, bahan yang mudah terbakar, logam, asam, logam karbida dan amina. Masih berwujud cair pada suhu 396°C. pada temperatur 396°C ini telah terjadi pemuaiian secara menyeluruh.

Dibandingkan dengan logam lain, merkuri adalah logam yang paling mudah menguap. Hambatan listriknya sangat rendah sehingga merkuri adalah logam yang

sangat baik untuk menghantarkan arus listrik. Merkuri juga dapat melarutkan berbagai logam untuk membentuk alloy. Merkuri, baik dalam bentuk unsur tunggal (logam) maupun senyawa merupakan unsur yang sangat beracun bagi semua organisme hidup (Syamsidar, 2014). Merkuri merupakan urutan pertama logam yang memiliki toksisitas tinggi, dibandingkan dengan kadmium (Cd), perak (Ag), nikel (Ni), timbal (Pb), arsenik (AS), dan kromium (Cr), Timah (Sn) dan Seng (Zn).

### **2.5.2.3 Dampak Negatif Merkuri**

Merkuri (Hg) merupakan salah satu logam berat yang paling berbahaya dalam tubuh hewan dan tumbuhan terutama melalui paru-paru dalam bentuk senyawa organik metil merkuri dengan toksisitas tinggi. Toksisitas merkuri pada manusia dikenal sebagai polutan (terutama pestisida) terhadap ikan dan biasanya bermanifestasi menjadi kejadian akut, atau kurang dari 96 jam, atau kronis, atau lebih dari 96 jam. Jenis toksisitas akut ialah memiliki efek teratogenetik dan genik pada biota yang terlibat (Purwanto, 2011).

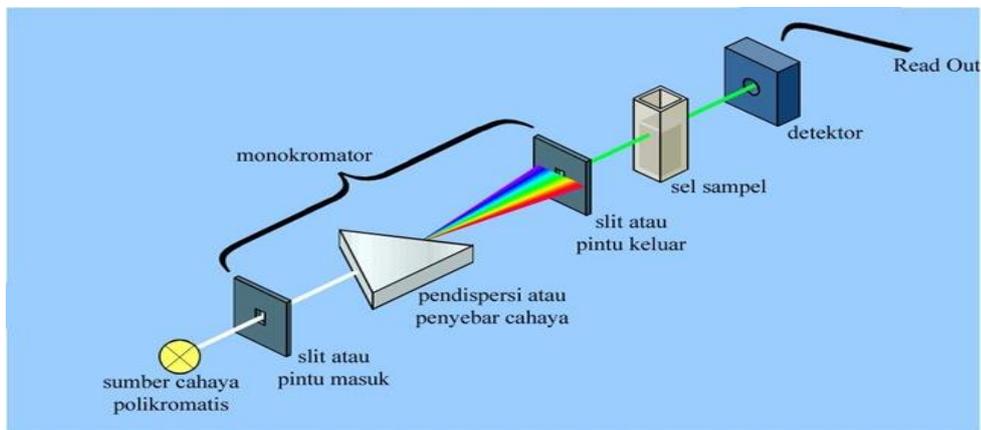
Merkuri dapat mempengaruhi mulut, gusi, dan gigi serta dapat merusak sistem pusat nerves, sistem endokrin, ginjal, dan organ bagian badan yang lain. Uap air raksa/merkuri di udara dapat mengakibatkan kerusakan otak dan menimbulkan kematian jika terhirup oleh manusia. Merkuri dan campurannya merupakan senyawa yang dapat meracuni janin dan bayi. Wanita dalam kondisi hamil yang telah mengonsumsi merkuri terkadang dapat melahirkan anak-anak dalam kondisi cacat (Purwanto, 2011).

Manusia keracunan merkuri akibat dental amalgam restoration dan mengonsumsi hewan laut, mamalia, atau tumbuhan yang terkontaminasi oleh limbah pabrik. Limbah ini terdiri dari bahan sisa hasil pembuatan klorin dan sodium hidroksida dengan elektrolisis. Limbah tersebut juga berasal dari pembuatan alat listrik (baterai, tombol dan bohlam lampu neon). Limbah ini meracuni manusia melalui makanan, baik dari perairan atau hewan yang hidup disekitar limbah. (Purwanto, 2011).

## 2.6 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis adalah salah satu teknis analisis spektroskopi dengan sumber utama gelombang elektromagnetik dengan ultra violet (UV) untuk panjang gelombang (190-380 nm) dan sinar tampak (Visible) untuk panjang gelombang (380-780 nm). Spektrofotometri UV-Vis lebih banyak digunakan sebagai analisa kuantitatif dibanding analisis kualitatif (Asmaningrum., 2016). Spektrofotometer UVVis biasanya digunakan untuk molekul dan ion anorganik atau kompleks yang memiliki kromofor dalam larutan. Molekul mengalami penyerapan, terutama pada logam dengan orbital d. Logam Fe, Cd, dan Zn merupakan logam transisi dengan warna yang khas, sehingga logam tersebut dapat dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis (Fithri, 2016).

Berdasarkan hukum Lambertbeer prinsip operasi spektrofotometer adalah ketika cahaya monokromatik melewati larutan, sebagian cahaya diserap, tetapi sebagian lagi dipantulkan dan dipancarkan. Persyaratan hukum Beer-Lambert adalah bahwa radiasi yang digunakan harus monokromatik, energi radiasi yang diserap oleh sampel tidak boleh menyebabkan reaksi kimia, dan sampel yang diserap harus homogen (Apratiwi. 2016).



**Gambar 7.** Skema Komponen Spektrofotometer UV-Vis (Putri, 2017).

Mekanisme spektrofotometer UV-Vis adalah bahwa ketika cahaya dilewatkan dari sumber ke monokromator, ia melewati sampel satu per satu pada cermin yang berputar. Detektor kemudian secara bergantian menerima cahaya dari sampel, dan sinyal listrik diproses oleh detektor dan diubah menjadi sinyal digital untuk ditampilkan hasilnya. Elektron valensi setiap atom yang ada untuk

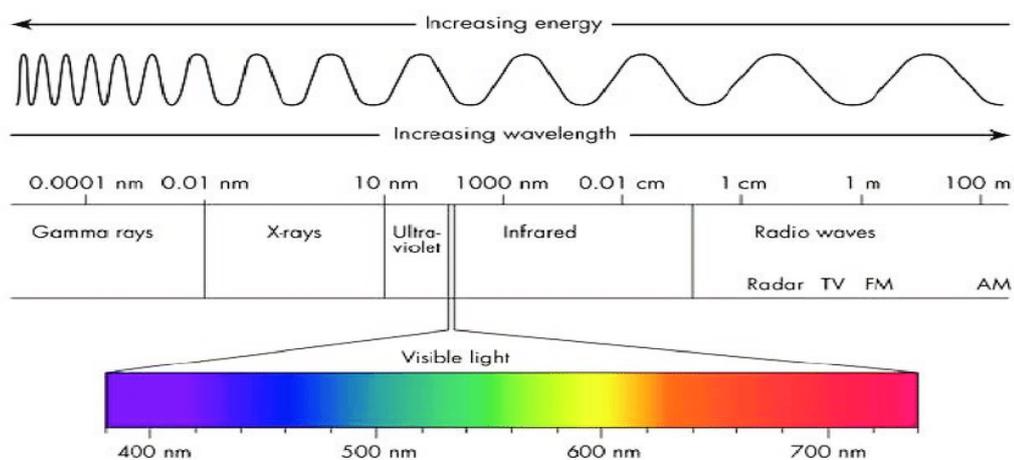
membentuk suatu zat memegang peranan penting dalam molekul. Ketika terkena energi, elektron dari suatu molekul dapat tereksitasi dan kemudian berputar dan bergetar. Ketika suatu zat menyerap cahaya tampak, elektron berpindah dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi. Kemudian cahaya yang diserap akan diukur sebagai absorbansi ( $A$ ) sedangkan cahaya yang dihamburkan akan diukur sebagai transmittan ( $T$ ). Hal ini dinyatakan pada bunyi hukum Lambert-Beer, “jumlah radiasi cahaya tampak (ultraviolet, inframerah, dsb) yang ditransmisikan oleh suatu larutan merupakan fungsi eksponen dari konsentrasi zat dan tebal larutan”. Rumus absorbansi antara lain:

$$A = -\log T = -\log \frac{I_t}{I_0}$$

dimana  $I_t$  merupakan intensitas cahaya yang telah dilewati sampel dan  $I_0$  merupakan intensitas cahaya yang datang (Fatoni, 2015).

## 2.7 Spektrofotometer Infra merah/*Infra Red* (IR)

Spektroskopi inframerah adalah teknik analisis yang dapat mengidentifikasi kandungan gugus kompleks suatu senyawa berdasarkan getaran atom molekulnya. Spektrum inframerah diperoleh ketika radiasi elektromagnetik dalam kisaran  $3000 \text{ cm}^{-1}$  sampai  $400 \text{ cm}^{-1}$  ( $2500$  dan  $20.000 \text{ nm}$ ) melewati sampel dan diserap oleh ikatan molekul sampel. Molekul dapat mengalami penekukan atau pemanjangan ikatan. Ini menarik pita penyerapan khas dari kelompok fungsional yang ada dan membantu mengidentifikasi senyawa fungsional dan organik. (Nurfitria, 2020).

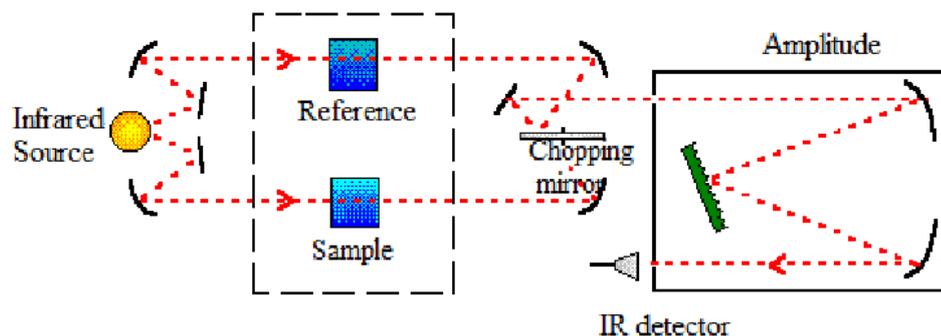


**Gambar 8.** Spektrum Elektromagnetik (Theophile, 2012).

Prinsip-prinsip spektroskopi inframerah (IR) dan inframerah dekat (NIR) didasarkan pada penyerapan foton oleh molekul. Penyerapan dapat terjadi jika energi foton yang diserap sesuai dengan perbedaan energi antara dua tingkat energy rotasi molekul. Rentang spektral inframerah-tengah umumnya didefinisikan sebagai 2,5 hingga 50  $\mu\text{m}$  (200 hingga 4000  $\text{cm}^{-1}$ ) di mana mode dasar berada. Sebaliknya, jangkauan inframerah-dekat dalam kisaran 0,75 hingga 2,5  $\mu\text{m}$  (4000 hingga 13333  $\text{cm}^{-1}$ ) mencakup pita nada atas dan kombinasi. Persyaratan umum untuk penyerapan foton adalah generasi momen dipol dihasilkan selama terjadi gerakan getaran dari molekul.

Spektrum IR terdiri dari kontribusi individu dari semua getaran yang berbeda yang berasal dari semua molekul dalam sampel. Akibatnya, hal ini mewakili sidik jari molekuler yang sebenarnya (Mahesar, *et al.*, 2019).

Spektrofotometer infra merah menggunakan lampu tungsten, *narst glowers* atau *glowbar* sebagai sumber cahaya utama. Berikut skema spektroskopi infra merah:



**Gambar 9.** Skema Spektrofotometer *Infrared*  
(Theophile, 2012).

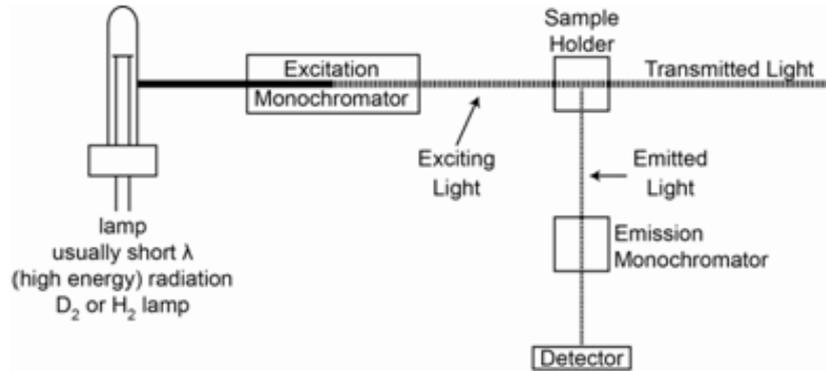
Pada Gambar 9, radiasi inframerah dari sumber yang dipantulkan ke cermin datar melewati sampel dan monokromator referensi kemudian melalui sampel. Berkas dipantulkan oleh cermin yang berputar, yang bergantian antara berkas sampel dan berkas referensi untuk mencapai elemen dispersi dan akhirnya mencapai detektor untuk menghasilkan spektrum. Saat sinar bergantian, cermin berputar perlahan dan sinar inframerah dengan frekuensi berbeda mencapai detektor (Theophile, 2012).

## 2.8 Spektrofotometer Fluoresensi

Spektrofotometer fluoresensi adalah teknik analisis yang didasarkan pada pengukuran intensitas cahaya fluoresensi yang dipancarkan oleh zat uji. Metode analisis memanfaatkan sifat fluoresensi untuk memberikan informasi tentang konsentrasi dan lingkungan secara kimia dalam zat uji. Larutan berfluoresensi pada umumnya akan menghasilkan emisi cahaya dengan intensitas maksimum yang lebih panjang dari gelombang radiasi eksitasinya (gelombang pita penyerapan sinar yang membangkitkannya) yaitu lebih dari pada panjang gelombang 20 nm hingga 30 nm. Agar fluoresensi terbentuk diperlukan proses penyerapan cahaya yang kuat oleh suatu molekul seperti senyawa aromatik, senyawa heterosiklik dan molekul dengan sistem konjugasi yang mampu menyerap cahaya dengan kuat pada panjang gelombang 200-800 nm. Senyawa dengan potensi berfluoresensi lebih besar adalah senyawa dengan transisi  $\pi\text{-}\pi^*$  elektronik daripada  $n\text{-}\pi^*$  (Syahputri, 2014).

Metode spektrofluorometri merupakan jenis spektroskopi elektromagnetik yang dapat menganalisis fluoresensi dari sampel. Hal ini menggunakan berkas cahaya seperti sinar ultraviolet, bahwa eksitasi elektron pada molekul senyawa tertentu menyebabkan terjadinya pemancaran cahaya dari energi yang lebih rendah. Molekul memiliki berbagai bentuk yang disebut sebagai tingkat energi. Secara umum, senyawa yang dianalisis akan memiliki bentuk energi yang rendah. Energi yang tersimpan di dalam atom dapat dilepaskan dengan berbagai cara. Ketika energi dilepaskan sebagai cahaya, maka dikenal sebagai fluorescent (cahaya yang berpendar) (Suarsa, 2015).

Fluorescent umumnya diukur pada sudut dari sumber eksitasi untuk meminimalisasi berkumpulnya cahaya yang tersebar dari sumber eksitasi dan biasanya menggunakan rotasi pada prisma PellinBroca pada meja kemudi yang juga dapat memisahkan cahaya menjadi spektrum-spektrumnya untuk analisis yang lebih jelas. Panjang gelombang akan memberitahu kita tentang komposisi atomnya. Untuk penyerapan yang sedikit (konsentrasi yang sedikit pula), intensitas dari cahaya yang terserap sebanding dengan konsentrasi atom. Umumnya atomic fluorescent lebih sensitif (dapat mendeteksi konsentrasi yang rendah) daripada atomic absorption (Suarsa, 2015).



**Gambar 10.** Diagram komponen spektrofotometer fluoresensi.  
(Wenzel, 2021)

## **BAB III**

### **BAHAN DAN METODE**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November 2021 – Maret 2022 di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pakuan Bogor dan Qlab Universitas Pancasila.

#### **3.2 Alat dan Bahan Penelitian**

Alat yang digunakan yaitu gelas piala, erlenmeyer, kaca arloji, batang pengaduk, pipet volumetri, bulb, labu ukur, *magnetic stirrer*, mikropipet, vial, kertas saring whatman, desikator, *hot plate*, neraca analitik, dan indikator universal. Instrumen yang digunakan yaitu Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu), *Fourier Transform Infra Red* (Shimadzu IRSpirit), Spektrofotometer Fluoresensi (Hitachi F-2700) dan *Melting Point Apparatus*.

Bahan yang digunakan yaitu ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena, kloroform p.a (Merck), kadmium II klorida (Merck), asam klorida p.a (Merck), natrium hidroksida p.a (Merck), zink II klorida dan merkuri II klorida.

#### **3.3 Metode Penelitian**

Metode penelitian terdiri dari dua tahapan yaitu sintesis dan karakterisasi. Sintesis senyawa kompleks dari logam  $ZnCl_2$  dengan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena dilakukan dengan merefluks selama 8 jam pada temperatur  $80^\circ C$  yang kemudian di karakterisasi menggunakan FTIR, Spektrofotometer UV-Visibel, Spektrofotometer Fluoresensi, penetapan stoikiometri dan nilai Kf. Hasil sintesis senyawa kompleks tersebut diuji potensinya sebagai fluorosensor terhadap ion logam berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$ .

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Sintesis Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena (Muneera, M.S., & Joseph, J., 2016 : Rustikawati., 2017).

Sintesis ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena dengan menggunakan metode kondensasi Claisen-Schmidt yaitu dengan mereaksikan sebanyak 0,47 mL (4 mmol) 2-asetilpiridin dan 0,27 gram (2 mmol) terephthalaldehyd dilarutkan dalam 100 mL etanol dan natrium hidroksida sehingga terbentuk larutan berwarna kuning susu. Lalu larutan tersebut distirer selama 24 jam pada tekanan dan temperatur ruang, setelah 24 jam larutan akan mengalami perubahan warna menjadi larutan kuning kecoklatan dan terdapat endapan. Selanjutnya, endapan tersebut disaring dan dibilas dengan etanol dingin sehingga menghasilkan padatan (kalkon atau 3-piridin-2il-1-[4-(3-piridin-2-il-akrilol)fenil]propenon). Padatan kalkon yang diperoleh kemudian dikeringkan dalam desikator lalu direkristalisasi dengan menambahkan etanol panas dan didiamkan hingga kering. Selanjutnya sebanyak 0,3405 gram (1 mmol) padatan kalkon ditambahkan etanol sebanyak 10 mL kemudian distirer, lalu ditambahkan fenilhidrazin 220  $\mu$ L (2 mmol) lalu direfluks selama 8 jam pada temperatur 80°C. Setelah 8 jam, larutan disaring dan dicuci dengan etanol dingin kemudian dikeringkan dalam desikator dan diperoleh serbuk ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-5-il)benzena.

#### 3.4.2 Sintesis Senyawa Kompleks Ion Logam $Zn^{2+}$ Dengan Ligan para-di-2 (1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena (Muneera, M.S., & Joseph, J., 2016).

Sebanyak 7 mmol ligan dan 1 mmol  $ZnCl_2$  yang dilarutkan dalam 20 mL metanol p.a yang berbeda. Kemudian dicampur kedua larutan tersebut dan diaduk dengan *magnetic stirer* selama 35 menit pada tekanan dan temperatur ruang. Larutan dan endapan yang dihasilkan berwarna coklat kekuningan. Kemudian endapan tersebut disaring dan dicuci dengan menggunakan pelarut metanol dingin dan heksana lalu didiamkan dalam desikator. Kompleks yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR, Spektrofotometer UV-Vis, Spektrofotometer Fluoresensi dan *Melting Point Apparatus*.

### 3.4.3 Penentuan Stoikiometri $Zn^{2+}$ : ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena

#### A. Persiapan Larutan $Zn^{2+}$ dari $ZnCl_2$ $5 \times 10^{-5}$ M

Ditimbang 0,3 mg logam  $ZnCl_2$  lalu dilarutkan dalam labu ukur 50 mL menggunakan pelarut metanol : kloroform (1:1)

#### B. Persiapan larutan ligan turunan pirazolin $5 \times 10^{-5}$ M

Ditimbang 1,3 mg ligan pirazolin para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena yang telah disintesis lalu dilarutkan dalam labu ukur 50 mL menggunakan pelarut methanol : kloroform (1:1).

#### C. Penentuan stoikiometri dilakukan dengan metode perbandingan mol (Metode Job).

Ligan dan logam masing-masing dilarutkan dalam pelarut metanol dan kloroform (1:1) sehingga konsentrasinya menjadi  $5 \times 10^{-5}$  M dalam labu ukur 50 ml. Perbandingan mol antara ligan dan logam akan menunjukkan terbentuknya senyawa koordinasi. Penambahan larutan ligan ke dalam larutan logam  $Zn^{2+}$  diencerkan dengan pelarut metanol dan kloroform (1:1) dalam labu ukur 10 ml, kemudian dilakukan pengukuran absorbansi dengan spektroskopi UV-Visibel pada panjang gelombang maksimum.

**Tabel 1.** Perbandingan mol larutan ligan  $5 \times 10^{-5}$  M ke dalam larutan  $Zn^{2+}$   $5 \times 10^{-5}$  M menggunakan spektrofotometer UV-Visible

Ligan : $Zn^{2+}$ (mmol)	0	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0
Volume Ligan (ml)	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Volume $Zn^{2+}$ (ml)	1	1	1	1	1	1	1	1	1

### 3.4.4 Analisis Senyawa Kompleks

#### 3.4.4.1 Spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

*Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dapat mendeteksi berbagai jenis vibrasi elektronik yang terjadi pada suatu molekul. Pengukuran dilakukan pada daerah  $4000-300 \text{ cm}^{-1}$  dan diperoleh bilangan gelombangnya.

#### 3.4.4.2 Spektroskopi UV-Visibel

Spektroskopi UV-Vis dapat mendeteksi transisi elektronik yang terjadi pada kompleks. Spektrum atau panjang gelombang yang diserap dibandingkan dengan larutan standar yang lebih dulu diukur dengan panjang gelombang maksimumnya. Pengukuran atau scanning dengan Spektrofotometer UV-Vis dilakukan dengan konsentrasi kompleks  $5 \times 10^{-5}$  M dalam pelarut metanol dan kloroform dengan perbandingan 1:1 pada panjang gelombang 190-550 nm. Selanjutnya diperoleh pola serapan, pengukuran kurva kalibrasi juga dilakukan dengan menggunakan panjang gelombang maksimum.

#### 3.4.4.3 Spektroskopi Fluoresensi

Kompleks yang telah diperoleh diukur intensitas fluoresensinya dengan menggunakan Spektrofotometer Fluoresensi. Pengukuran dilakukan dengan konsentrasi metanol : kloroform (1:1). Selanjutnya dilakukan scanning panjang gelombang maksimum emisi yang sesuai. Pengukuran dilakukan pada range panjang gelombang 220-550 nm. Hasil pengukuran merupakan plot intensitas emisi terhadap panjang gelombang.

#### 3.4.4.4 Pengukuran Titik Leleh

Pengukuran titik leleh ligan turunan pirazolin dan senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  menggunakan pipa kapiler berukuran 0,9-1,1mm lalu dilakukan pengukuran dengan instrumen RY-2 *Melting Point Apparatus Tester Room Temperature 300° C*.

#### 3.4.4.5 Penentuan pH Optimum

Pada penelitian pH optimum ini bertujuan untuk mengetahui adsorpsi optimum ion logam  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  oleh pembentukan kompleks dengan senyawa ligan turunan pirazolin yaitu dengan cara memvariasikan pH larutan kompleks dengan skala kenaikan 2 dari pH 3, 5, 7, 9 dan 11. Pengukuran pH optimum kompleks  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  dilakukan pada panjang gelombang maksimum senyawa kompleks.

#### 3.4.4.6 Penentuan Nilai Konstanta Kestabilan

Penetapan nilai Kf ditentukan dari stoikiometri reaksi dengan mereaksikan logam dengan ligan sehingga terbentuk senyawa kompleks.

#### 3.4.5 Penentuan Potensi Fluorosensor

Pengukuran intensitas fluoresensi dilakukan dengan menggunakan Spektrofluorometer dengan lampu Xenon (Xe) sebagai sumber pengekstiasi.

##### 3.4.5.1 Persiapan Larutan

###### A. Pengenceran Larutan $\text{HgCl}_2$ $5 \times 10^{-4}$ M sampai $5 \times 10^{-7}$ M

Ditimbang logam  $\text{HgCl}_2$  sebanyak 1,3580 mg lalu dilarutkan dalam labu ukur 10 mL menggunakan pelarut metanol : kloroform (1:1) didapat konsentrasi  $\text{HgCl}_2$  sebesar  $5 \times 10^{-4}$  M. Selanjutnya, dilakukan pengenceran konsentrasi  $5 \times 10^{-5}$  M sampai  $5 \times 10^{-7}$  M.

###### B. Pengenceran Larutan $\text{CdCl}_2$ $5 \times 10^{-4}$ M sampai $5 \times 10^{-7}$ M

Ditimbang logam  $\text{CdCl}_2$  sebanyak 1,0066 mg lalu dilarutkan dalam labu ukur 10 mL menggunakan pelarut metanol : kloroform (1:1) didapat konsentrasi  $\text{CdCl}_2$  sebesar  $5 \times 10^{-4}$  M. Selanjutnya, dilakukan pengenceran konsentrasi  $5 \times 10^{-5}$  M sampai  $5 \times 10^{-7}$  M.

##### 3.4.5.2 Pengukuran Intensitas Fluoresensi Kompleks pada Penambahan Ion

###### Logam Berat $\text{Hg}^{2+}$ dan $\text{Cd}^{2+}$

Pengukuran intensitas fluoresensi larutan kompleks dengan penambahan ion logam  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  gunanya untuk mengetahui konsentrasi optimum logam  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  yang dapat menyebabkan penurunan atau peningkatan intensitas fluoresensi maksimum. Senyawa kompleks pada konsentrasi  $5 \times 10^{-5}$  M dilarutkan dalam metanol dan kloroform (1:1), kemudian ditambahkan ion logam  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  pada range konsentrasi  $5 \times 10^{-4}$  M sampai  $5 \times 10^{-7}$  M. Selanjutnya dilakukan scanning pada panjang gelombang 220-550 nm. Hasil yang diperoleh berupa plot intensitas emisi dan eksitasi terhadap panjang gelombang. Pengukuran ini gunanya untuk mengetahui selektivitas senyawa kompleks pada penambahan ion logam berat  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$ .

### **3.4.5.3 Penentuan Intensitas Serapan Panjang Gelombang Maksimum pada Penambahan Ion Logam Berat Hg<sup>2+</sup> dan Cd<sup>2+</sup>**

Spektrum kompleks akibat penambahan ion logam berat Hg<sup>2+</sup> dan Cd<sup>2+</sup> diamati dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Senyawa kompleks pada konsentrasi 5x10<sup>-5</sup> M dilarutkan dalam metanol dan kloroform (1:1) kemudian ditambahkan ion Hg<sup>2+</sup> pada range konsentrasi 5x10<sup>-4</sup> M sampai 5x10<sup>-7</sup> M. Hal yang sama juga dilakukan untuk ion Cd<sup>2+</sup>. Selanjutnya dilakukan scanning pada panjang gelombang 190-550 nm. Pada studi spektroskopi UV-Vis dengan penambahan ion Hg<sup>2+</sup> dan Cd<sup>2+</sup> menunjukkan terjadinya pertukaran pada senyawa kompleks antara ion Zn<sup>2+</sup> dengan ion Hg<sup>2+</sup> maupun Cd<sup>2+</sup> dengan membentuk kompleks baru yang dilihat dari pergeseran panjang gelombang.

### **3.6 Analisis Data**

Data yang disajikan berupa grafik Stoikiometri, FTIR, Spektra UV-Vis, Spektrum Fluoresensi Senyawa Kompleks, pH Optimum dan Pengaruh Penambahan Ion Logam Berat Terhadap Senyawa Kompleks.

## **BAB IV**

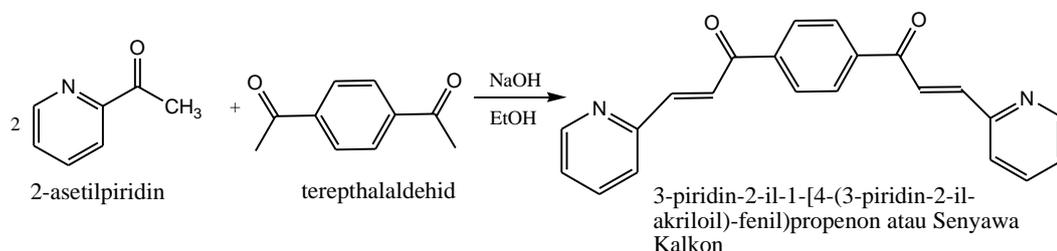
### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini dilakukan dengan mensintesis ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena dari 2-asetilpiridin dengan pelarut metanol sehingga diperoleh senyawa kalkon yang kemudian direaksikan dengan fenilhidrazin berlebih untuk menghasilkan ligan turunan pirazolin. Kemudian dilakukan sintesis senyawa kompleks dari ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena dengan logam  $ZnCl_2$  sehingga diperoleh senyawa kompleks ion logam  $Zn^{2+}$ . Kemudian dilanjutkan dengan penentuan stoikiometri pada  $Zn(II)$  dengan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena, diperoleh perbandingan  $Zn(II)$  (1:7) dengan perkiraan struktur yang dihasilkan yaitu berbentuk pentagonal bipiramidal. Senyawa ligan turunan pirazolin dan senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  yang diperoleh kemudian dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa ligan dan senyawa kompleks berdasarkan pada jenis vibrasi elektronik molekulnya. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Visibel pada ion logam  $Zn^{2+}$ , ligan turunan pirazolin dan senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  untuk mengetahui pergeseran puncak serapan maksimum yang menandakan bahwa senyawa kompleks tersebut telah terbentuk. Kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometer fluoresensi untuk mengetahui intensitas fluoresensi pada senyawa kompleks. Selanjutnya dilakukan studi fluorosensor pada senyawa kompleks ion logam  $Zn^{2+}$  dengan penambahan ion logam berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  untuk mengetahui tipe fluorosensor yang diperoleh.

#### **4.1 Hasil Sintesis Ligan**

Sintesis ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena menggunakan metode kondensasi Claisen-Schmidt. Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt merupakan reaksi kondensasi aldol silang yang melibatkan penggunaan senyawa alkil keton dan senyawa aldehid aromatik sebagai reaktan. Terdapat dua tahap dalam sintesis ligan ini. Tahap pertama yaitu mereaksikan 2-asetilpiridin dengan terephthalaldehid yang dilarutkan dalam etanol dan NaOH, hingga terbentuk larutan kuning susu. Larutan tersebut distirer selama 24 jam pada

suhu ruang menghasilkan larutan kuning kecoklatan dan terdapat endapan. Endapan disaring dan dibilas dengan etanol dingin yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang terdapat dalam larutan. Diperoleh hasil berupa senyawa  $\alpha,\beta$ -tidak jenuh atau kalkon 3-piridin-2-il-1-[4-(3-piridin-2-il-akriloil)-fenil]propenon. Senyawa  $\alpha,\beta$ -tidak jenuh ini terjadi karena adanya ion enolat pada molekul 2-asetilpiridin sebagai nukleofil untuk menyerang karbon karbonil senyawa aldehida aromatik pada terephthalaldehid yang kemudian menghasilkan senyawa  $\beta$ -hidroksi keton, kemudian mengalami dehidrasi yang akan menghasilkan senyawa  $\alpha,\beta$ -tidak jenuh (Patil, *et al.* 2009). Hasil yang diperoleh berupa padatan kalkon kuning sebanyak 0,613 gram dengan rendemen sebesar 95,80%. Reaksi kalkon yang terbentuk dapat dilihat pada gambar 11:

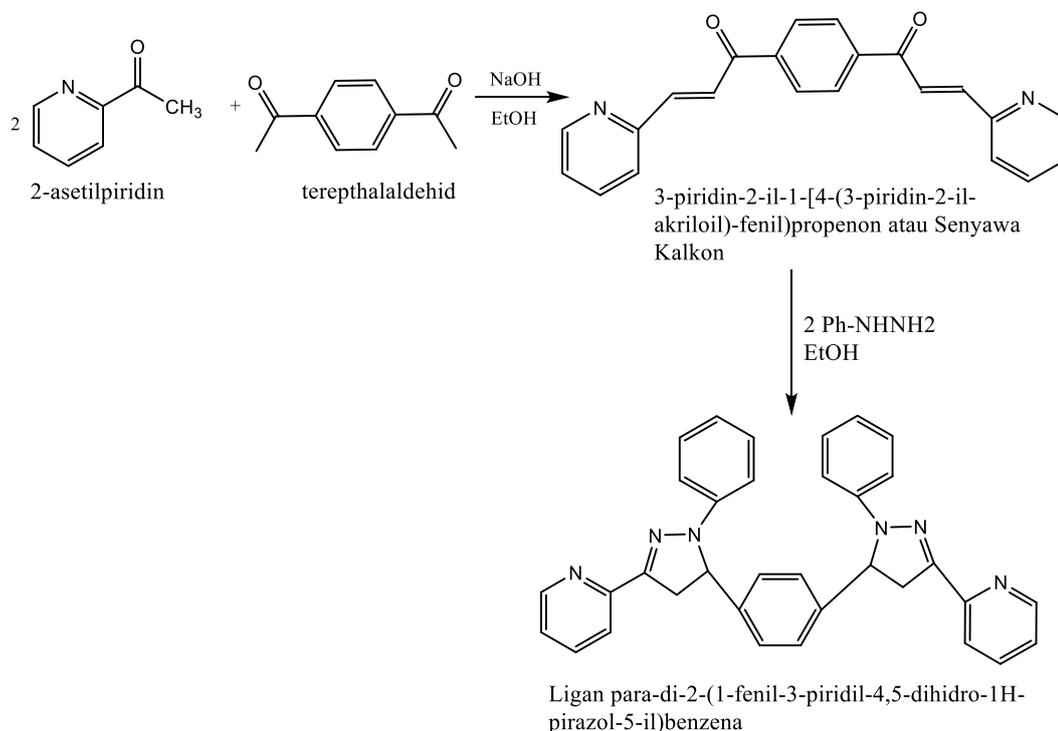


**Gambar 11.** Reaksi Sintesis senyawa  $\alpha,\beta$ -tak jenuh (kalkon)

Tahap kedua, kalkon yang diperoleh direaksikan dengan fenilhidrazin dan etanol panas sebagai pelarut yang kemudian direfluks selama 8 jam pada temperatur 80°C. Endapan disaring dan dibilas dengan etanol dingin yang bertujuan untuk menghilangkan sisa pengotor pada senyawa ligan. Hasil yang diperoleh merupakan padatan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena berwarna jingga sebanyak 0,4235 gram dengan rendemen sebesar 81,44%. Titik leleh ligan yang diperoleh sebesar 230,9°C.

Perkiraan reaksi sintesis kalkon dan ligan turunan pirazolin dapat dilihat pada

Gambar 12:



**Gambar 12.** Reaksi Sintesis Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena

#### 4.2 Hasil Sintesis Kompleks $\text{ZnCl}_2$ dengan Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena.

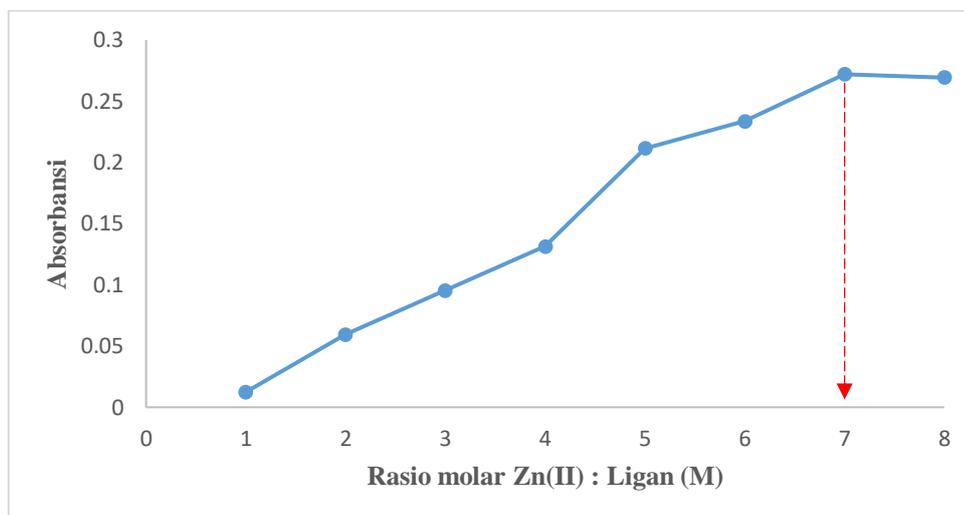
Sintesis kompleks  $\text{Zn}^{2+}$  ini dilakukan dengan mereaksikan larutan  $\text{ZnCl}_2$  dengan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena. Pada perbandingan senyawa logam  $\text{ZnCl}_2$  (1:1) dilarutkan dengan pelarut metanol menghasilkan larutan tidak berwarna, kemudian untuk ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena dilarutkan dengan pelarut kloroform menghasilkan larutan berwarna coklat kekuningan, digunakan pelarut metanol karena metanol dapat melarutkan ligan yang digunakan serta sebagai pelarut yang akan mengubah senyawa ionik menjadi ion-ion dengan adanya interaksi ion-dipol antara padatan dengan pelarut (Eka., *et al.* 2016) sehingga terbentuk ion  $\text{Zn}^+$  dan  $\text{Cl}^-$  serta melarutkan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena sehingga ligan dapat terkoordinasi dengan ion pusat  $\text{Zn}^{2+}$ . Kemudian

kedua larutan dicampur dan distirer selama 35 menit dalam suhu ruang dengan tujuan menghomogenkan kedua larutan tersebut untuk mempercepat terbentuknya senyawa kompleks (Lestari, 2016). Larutan yang dihasilkan berwarna coklat kekuningan disertai adanya endapan. Kemudian endapan disaring dengan metanol dingin dan heksana untuk menghilangkan sisa pengotor pada larutan senyawa kompleks. Hasil yang diperoleh adalah senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  murni berwarna coklat dengan hasil rendemen yang diperoleh sebesar 55% dengan titik leleh  $245^{\circ}C$ , hal ini menandakan bahwa senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  telah terbentuk dikarenakan titik leleh senyawa kompleks yang diperoleh lebih besar dibandingkan dengan titik leleh ligan ( $230,9^{\circ}C$ ). Hal ini disebabkan karena senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  memiliki ikatan koordinasi antara ion logam pusat dengan ligan yang mengelilingi senyawa kompleks  $Zn^{2+}$ , ikatan koordinasi yang lebih kuat memerlukan energi yang lebih besar untuk memutuskan ikatan-ikatan tersebut serta senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  memiliki struktur yang lebih stabil hal ini membuat senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  memiliki gaya antar partikel yang lebih kuat sehingga sulit untuk dilelehkan, sehingga titik leleh pada senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  lebih tinggi.

#### **4.3 Hasil Penentuan Stoikiometri Zn(II): ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena.**

Penentuan stoikiometri merupakan salah satu metode dengan variasi kontinu atau metode job yang bertujuan untuk mengetahui jumlah ligan yang terkandung dalam ion pusat Zn(II) (Lestari, dkk. 2014). Pada penentuan stoikiometri ini,  $Zn^{2+}$  sebagai ion pusat dan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol)benzena sebagai ligan, dimana volume  $ZnCl_2$  dibuat tetap dan volume larutan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzene dibuat dengan konsentrasi bervariasi. Hasil pengukuran pada Gambar 12. menunjukkan perbandingan Zn-Ligan 1:7, dimana 1 mol logam Zn dapat mengikat 7 mol ligan. Hal ini diketahui karena terjadinya penurunan absorbansi ketika konsentrasi ligan ditingkatkan setelah pada perbandingan 1:7. Penurunan absorbansi ini terjadi karena orbital logam pada kulit terluar yang dapat mengikat ligan sudah terisi penuh sehingga absorbansi tidak dapat meningkat kembali. Pada umumnya kompleks Zn(II) memiliki 4-6 bilangan koordinasi (Ataie, 2008), namun pada struktur kompleks Zn(II) yang didapatkan

memiliki bilangan koordinasi tujuh yang merupakan geometri *bipiramidal pentagonal* (Ruth, *et al.* 2016).



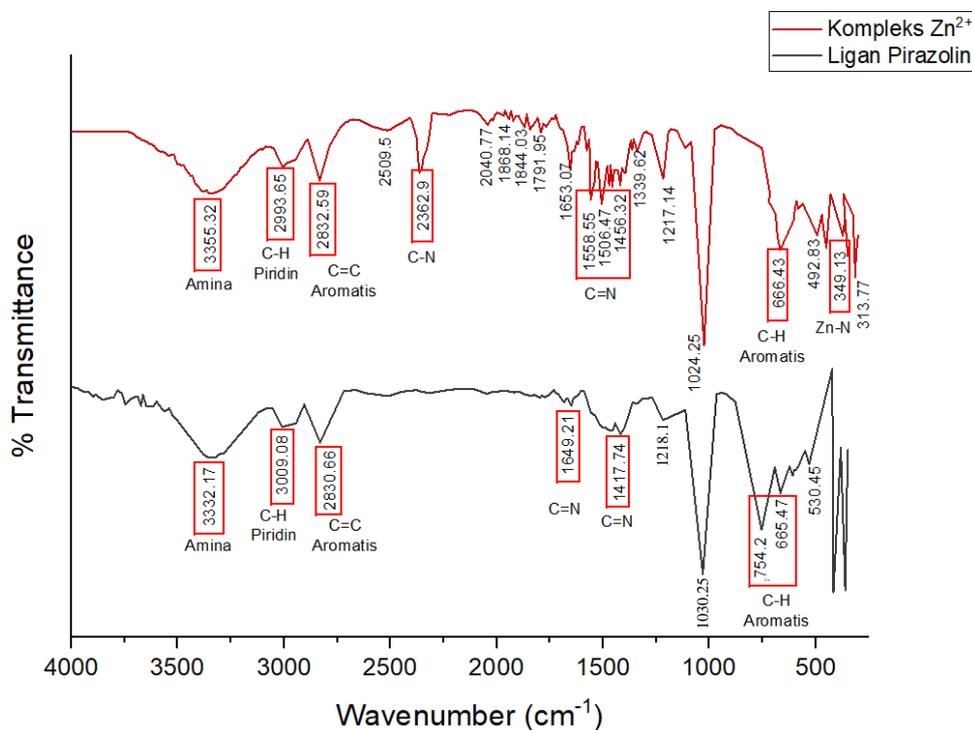
**Gambar 13.** Grafik Stoikiometri Zn(II) : ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena

#### 4.3.1 Hasil Penetapan Nilai Konstanta Kestabilan (Kf) Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$

Konstanta kestabilan senyawa kompleks ditentukan dengan persamaan reaksi antara ligan turunan pirazolin dengan logam  $Zn^{2+}$  sehingga membentuk senyawa kompleks. Ligan turunan pirazolin memiliki kemampuan untuk mengkhelat ion logam  $Zn^{2+}$  dengan mendonorkan atom N pada ligan turunan pirazolin. Konstanta kestabilan menunjukkan kestabilan dari suatu senyawa kompleks. Semakin besar konstanta kestabilan yang diperoleh maka senyawa kompleks yang dihasilkan semakin stabil (Sunarto, 2015). Nilai konstanta kestabilan (Kf) pada pembentukan senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  yang diperoleh ialah sebesar  $1 \times 10^{21}$  (Lampiran 12). Hal ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks yang dihasilkan stabil.

#### 4.4 Hasil Analisis FTIR Senyawa Kompleks Kompleks Ion Logam $Zn^{2+}$ Dengan Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena.

Analisis senyawa kompleks dengan FTIR bertujuan untuk menentukan gugus fungsi dari senyawa kompleks  $Zn^{2+}$ . Hasil analisis dengan spektroskopi FTIR dapat dilihat pada Gambar 14.



**Gambar 14.** Spektrum IR Ligan Pirazolin dan Senyawa Kompleks Ion Logam  $\text{Zn}^{2+}$  Dengan Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena

Berdasarkan spektrum IR ligan yang diperoleh pada Gambar 14 terlihat adanya pita serapan pada daerah  $754,2-665,47 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan ikatan C-H Aromatis (Hakim dan Agustino, 2016). Pada bilangan gelombang  $2830,66 \text{ cm}^{-1}$  merupakan adanya ikatan C=C aromatis pada gugus pirazolin (Hakim dan Agustino, 2016). Pada bilangan gelombang  $1649,21-1417,74 \text{ cm}^{-1}$  merupakan adanya ikatan C=N pada gugus pirazolin (Lakowicz, 2006), pada bilangan gelombang  $3009,08 \text{ cm}^{-1}$  merupakan adanya ikatan C-H piridin pada cincin piridin (Guerrero *et al.*, 2010), dan pada bilangan gelombang  $3332,17 \text{ cm}^{-1}$  disebabkan karena adanya ikatan amina pada siklik pirazolin (Hakim dan Agustino, 2016).

Berdasarkan spektrum IR Senyawa kompleks ion logam  $\text{Zn}^{2+}$  dengan ligan pada Gambar 13, diperoleh bilangan gelombang  $2993,65 \text{ cm}^{-1}$  merupakan ikatan C-H pada cincin piridin (Hakim dan Agustino, 2016). Pada bilangan gelombang  $3355,32 \text{ cm}^{-1}$  merupakan ikatan amina (Pavia dkk., 2001). Pada bilangan gelombang  $2832,59 \text{ cm}^{-1}$  merupakan ikatan C=C aromatis (Skienneh dkk, 2016).

Pada bilangan gelombang 2362,9  $\text{cm}^{-1}$  merupakan adanya ikatan C-N pada gugus pirazolin (Hakim & Agustino, 2016). Pada bilangan gelombang 1558,55-1456,32  $\text{cm}^{-1}$  merupakan adanya ikatan C=N pada cincin aromatis (Pavia *et al.*, 2001). Pada bilangan gelombang 666,43  $\text{cm}^{-1}$  merupakan ikatan C-H aromatis. Pada bilangan gelombang 349,13  $\text{cm}^{-1}$  merupakan adanya ikatan Zn-N (Bernalte-Garcia *et al.*, 2001).

**Tabel 2.** Hasil Analisis IR Ligan Pirazolin dengan Senyawa Kompleks  $\text{Zn}^{2+}$

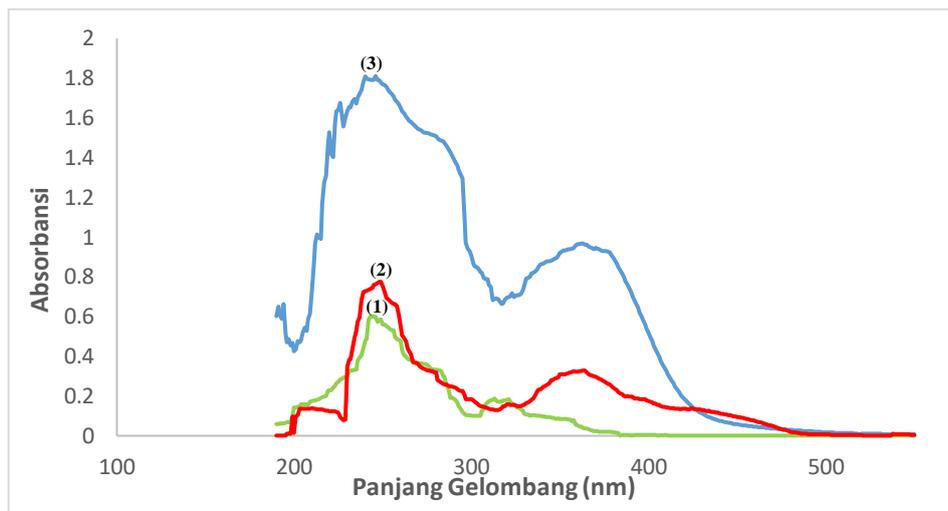
Ikatan	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	
	Ligan Pirazolin	Kompleks $\text{Zn}^{2+}$
Amina	3332,17	3355,32
C-H Aromatis	665,47-754,2	666,43
C=N pada cincin aromatis	1649,21-1417,74	1558,55-1456,32
C=C Aromatis	2830,66	2832,59
C-N pada pirazolin	-	2362,9
C-H Piridin	3009,08	2993,65
Zn-N	-	349,13

Berdasarkan Tabel 2, terlihat jelas bahwa terjadi pergeseran bilangan gelombang pada ligan setelah ditambahkan senyawa kompleks  $\text{Zn}^{2+}$ , hal ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks telah terikat oleh ligan pirazolin.

#### 4.5 Analisis UV-Visibel Senyawa Kompleks

Analisis UV-Visibel senyawa kompleks ini bertujuan untuk mengetahui terbentuknya pergeseran puncak serapan maksimum serta peningkatan atau penurunan intensitas serapan. Dilakukan scanning panjang gelombang untuk pembentukan senyawa kompleks, kemudian dilakukan penentuan panjang gelombang maksimum pada rentang 190-550 nm untuk ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena, ion logam  $\text{Zn}^{2+}$  serta senyawa kompleks  $\text{Zn}^{2+}$ .

Pergeseran puncak pada Gambar 15 ke arah panjang gelombang yang lebih besar merupakan suatu tanda bahwa kompleks telah terbentuk. Pergeseran Panjang gelombang yang terjadi menunjukkan bahwa terjadi interaksi elektrostatik antara senyawa kompleks ion logam zink dengan pasangan elektron bebas yang terdapat pada ligan (Rustikawati, 2017).



**Gambar 15.** Spektrum UV-Visibel — (1) larutan logam  $ZnCl_2$  — (2) larutan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena — (3) Larutan Senyawa Kompleks  $Zn^{2+}$

Berdasarkan hasil pada Gambar 15, pergeseran Panjang gelombang maksimum dari Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena (spektrum merah) ke senyawa kompleks zink(II)-Ligan (spektrum biru) yaitu 249 nm dan 246 nm. Hal ini menunjukkan terbentuknya senyawa kompleks  $Zn(II)$ -Ligan. Terdapat dua puncak serapan pada senyawa kompleks. Pada panjang gelombang maksimum 246 nm menghasilkan absorbansi sebesar 1,8098, dan pada panjang gelombang maksimum 363 nm menghasilkan absorbansi sebesar 0,9693, sehingga diperoleh nilai absorbansi senyawa kompleks sebesar 0,0305. Senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  dengan ligan turunan pirazolin memiliki 2 pita serapan yang signifikan untuk transisi  $\pi - \pi^*$  ( $C=C$  aromatis) pada wilayah 246 nm dan transisi  $n - \pi^*$  pada wilayah 363 nm. Panjang gelombang maksimum 246 nm pada transisi  $\pi - \pi^*$  lebih rendah dengan transisi  $n - \pi^*$  dikarenakan energi yang dibutuhkan elektron untuk mengalami eksitasi dari orbital  $\pi$  ke orbital  $\pi^*$  lebih tinggi dibandingkan energi yang dibutuhkan untuk eksitasi elektron dari orbital  $n$  ke orbital  $\pi^*$  (Nasaruddin *et al*, 2021).

Dalam pengukuran panjang gelombang, warna dalam cahaya tampak dapat mempengaruhi besarnya panjang gelombang yang diperoleh. Ligan yang mengandung gugus kromofor dapat mengalami pergeseran panjang gelombang ke arah yang lebih besar. Apabila cahaya polikromatik (cahaya putih) yang mengandung spektrum panjang gelombang melewati medium tertentu, maka ia

akan menyerap panjang gelombang lainnya, sehingga medium tersebut tampak berwarna. Hal ini dikarenakan bahwa hanya panjang gelombang yang ditransmisikan yang mencapai mata, maka panjang gelombang inilah yang menentukan warna pada medium. Warna ini disebut warna komplementer terhadap warna yang diserap. Pada ligan turunan pirazolin yang dihasilkan berwarna kuning dan pada larutan senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  dihasilkan berwarna kuning seulas, hal ini disebabkan karena adanya *splitting* orbital d pada ligan turunan pirazolin dengan logam  $ZnCl_2$ . Terdapat ion penyeimbang  $Cl^-$  pada logam  $ZnCl_2$  yang menyebabkan interaksi antara logam dengan ligan yang dapat mengubah gap energi antara orbital-orbital ligan dan warna pada senyawa kompleks (Rustikawati, 2017; Pratiwi dkk, 2022).

**Tabel 3.** Hasil Analisis Panjang Gelombang Maksimum

Analisis	Panjang Gelombang maksimum (nm)
Ligan	249
	364
$ZnCl_2$	243
	367
Zn(II)-Ligan	246
	363

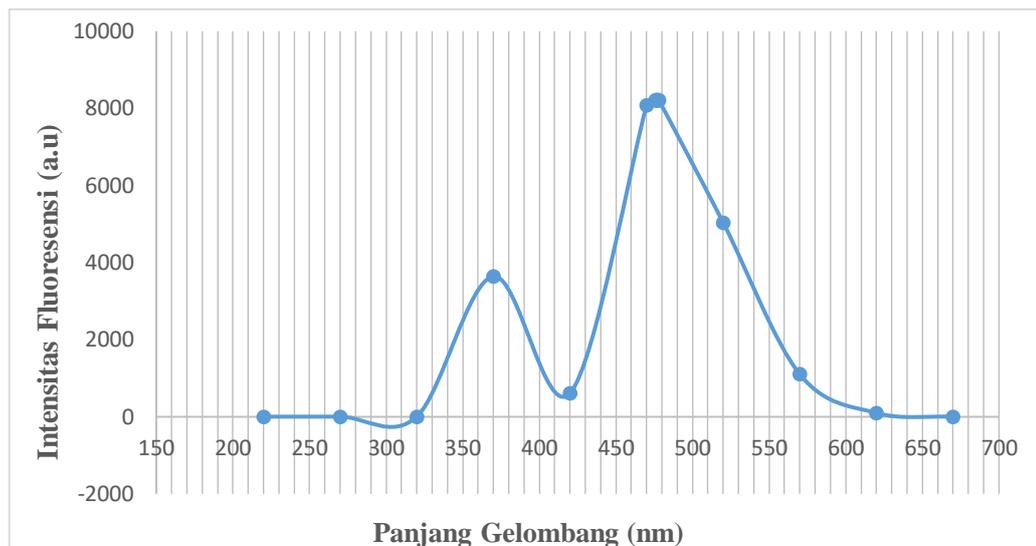
**Tabel 4.** Puncak Serapan UV-Visibel Senyawa Kompleks  $Zn^{2+}$

$\lambda$ maks, nm	Absorbansi	$(\epsilon, M^{-1}cm^{-1})$	Log $\epsilon$
363,0 nm	0,9694	19388	4,28
246,0 nm	1,8098	36196	4,56

Transisi elektron  $\pi \rightarrow \pi^*$  ditandai dengan harga absorptivitas molar ( $\epsilon$ ) yang relatif besar, hal ini terlihat pada kedua puncak serapan. Harga absorptivitas molar ( $\epsilon$ ) yang relatif besar menandakan bahwa senyawa ini mempunyai intensitas fluoresensi yang kuat (Nasaruddin *et al*, 2021).

#### 4.6 Hasil Analisis Fluoresensi Senyawa Kompleks

Analisis fluoresensi ini dilakukan dengan pengamatan terhadap karakteristik fluoresensi senyawa kompleks ion logam  $Zn^{2+}$  dengan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena



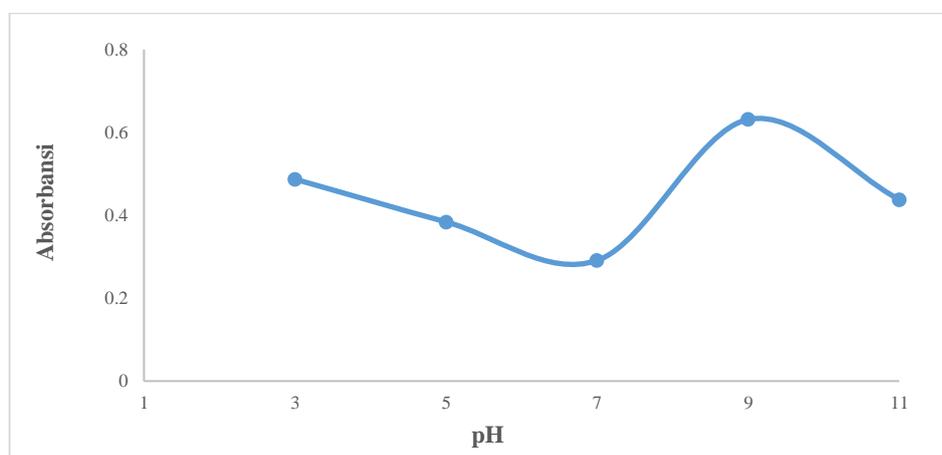
**Gambar 16.** Spektrum Fluoresensi Senyawa Kompleks Zn<sup>2+</sup>

Berdasarkan Gambar 16 diperoleh hasil berupa spektrum emisi dengan terbentuknya dua puncak absorpsi senyawa kompleks yaitu pada daerah 370 nm merupakan puncak serapan eksitasi dengan intensitas fluoresensi yang diperoleh sebesar 3644 a.u dan pada daerah 479 nm merupakan puncak serapan emisi dengan intensitas fluoresensi yang diperoleh sebesar 8216 a.u. Hal ini terjadi karena terdapat satu jenis transisi elektronik yang terjadi pada saat sinar UV mengenai kompleks, pada proses emisi, elektron pada salah satu tingkat energi tereksitasi pada panjang gelombang maksimum 370 nm kembali ke keadaan dasar tanpa melepaskan energi dalam bentuk emisi non-radiatif (fluoresensi) (Afrida, 2013). Hasil yang diperoleh dari analisis fluoresensi ini memiliki panjang gelombang yang lebih besar dibandingkan panjang gelombang pada hasil karakterisasi UV-Vis, hal ini disebabkan karena adanya pergeseran yang dikenal dengan stoke shift yang disebabkan oleh hilangnya energi pada keadaan tereksitasi karena peluruhan kilat elektron ke level yang lebih rendah dari keadaan tereksitasi. Pergeseran stokes menunjukkan besarnya energi yang hilang pada saat deeksitasi. Semakin banyak energi yang hilang saat elektron kembali ke keadaan dasar, maka puncak emisi fluoresensi yang diperoleh berada di daerah dengan panjang gelombang yang lebih besar.

## 4.7 Hasil Penentuan pH Optimum

### 4.7.1 Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks

Penentuan pH optimum ini dilakukan dengan tujuan mengetahui adsorpsi optimum pembentukan senyawa kompleks dengan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena. pH berperan penting dalam pembentukan senyawa kompleks, hal ini dikarenakan pH dapat mempengaruhi stabilitas pembentukan senyawa kompleks (Gabryel *et al.*, 2021), dimana pH paling efektif untuk membentuk suatu senyawa kompleks dapat ditentukan melalui nilai absorbansi tertinggi, sehingga pada penelitian ini dilakukan pengamatan pH optimum terhadap pembentukan senyawa kompleks dengan pH bervariasi yaitu pH 3, 5, 7, 9, dan 11.

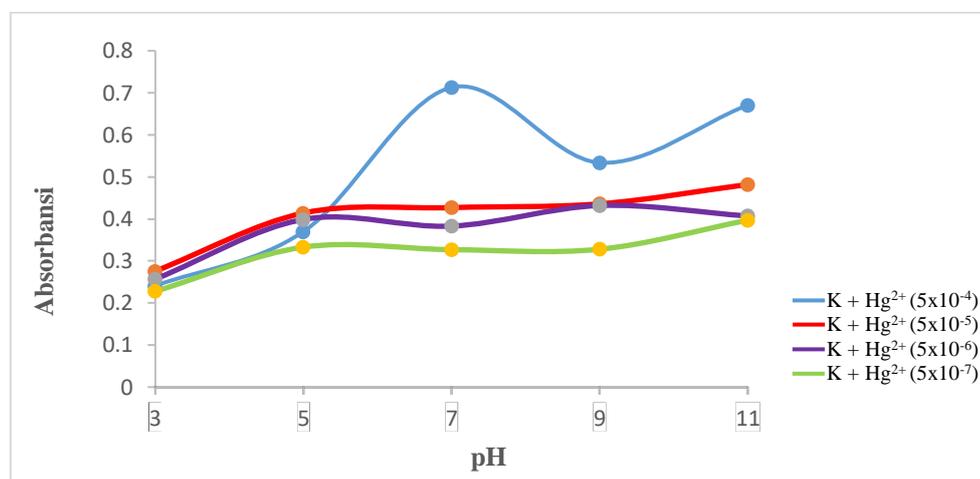


**Gambar 17.** Grafik pH Terhadap Kestabilan Senyawa Kompleks  $Zn^{2+}$

Logam transisi deret pertama dapat membentuk senyawa kompleks stabil dengan adanya ligan yang memiliki atom donor N, O, dan F (Putri, 2020). Pada senyawa pirazolin memiliki dua atom N (Bhoyar *et al.*, 2011), sedangkan Zn merupakan logam transisi deret pertama yang berarti dapat membentuk senyawa kompleks stabil dengan adanya atom donor nitrogen. Pada Gambar 17 pH 9 menunjukkan terbentuknya pH optimum senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  karena memiliki nilai absorbansi tertinggi yaitu sebesar 0,631. Maka dapat dikatakan dalam suasana pH 9 merupakan pH yang efektif untuk membentuk senyawa kompleks Zn yang stabil. Hal ini terjadi dikarenakan ligan yang digunakan bersifat basa, sehingga elektron bebas pada atom N yang terdapat pada ligan tidak terganggu oleh ion  $H^+$  sehingga dapat terbentuk kompleks yang maksimal.

#### 4.7.2 Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks Pada Penambahan Logam $\text{Hg}^{2+}$

Pada Gambar 18 menunjukkan adanya pengaruh pH terhadap pembentukan senyawa kompleks pada penambahan logam berat  $\text{Hg}^{2+}$ .

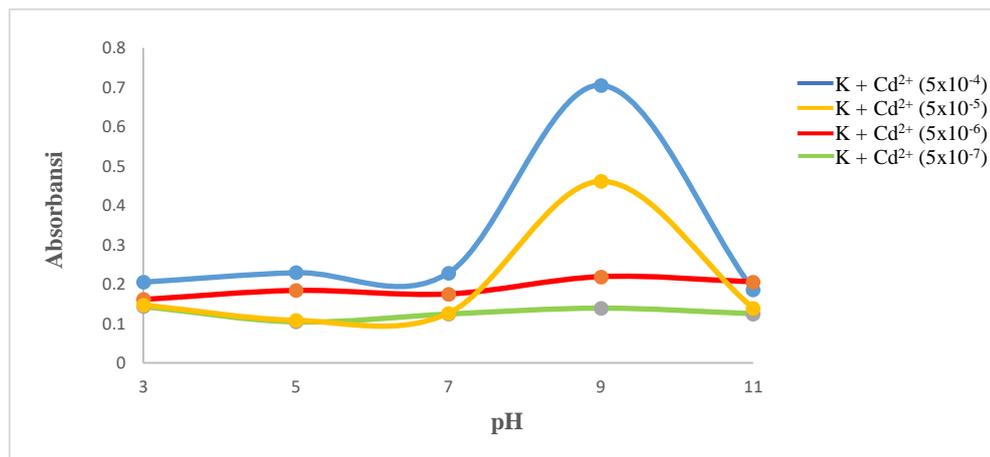


**Gambar 18.** Grafik Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks  $\text{Zn}^{2+}$  Pada Penambahan Ion  $\text{Hg}^{2+}$

Berdasarkan Gambar 18 pada pH 7 dengan konsentrasi  $5 \times 10^{-4}$  merupakan pH yang optimum karena memiliki nilai absorbansi tertinggi yaitu sebesar 0,713. Sehingga dapat dikatakan bahwa suasana pada pH 7 merupakan pH efektif untuk membentuk senyawa kompleks Hg yang stabil. Hal ini terjadi karena  $\text{HgCl}_2$  merupakan larutan elektrolit lemah yang berarti tidak dapat terionisasi dengan sempurna. Ligan yang digunakan memiliki atom N, sehingga bila dikondisikan dalam suasana asam akan membentuk ion  $\text{NH}^+$  sehingga elektron bebas tidak dapat mengisi orbital Zn yang kosong secara maksimal.

#### 4.7.2 Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks Pada Penambahan Logam $\text{Cd}^{2+}$

Pada Gambar 19 menunjukkan adanya pengaruh pH terhadap pembentukan senyawa kompleks pada penambahan logam berat  $\text{Cd}^{2+}$ .



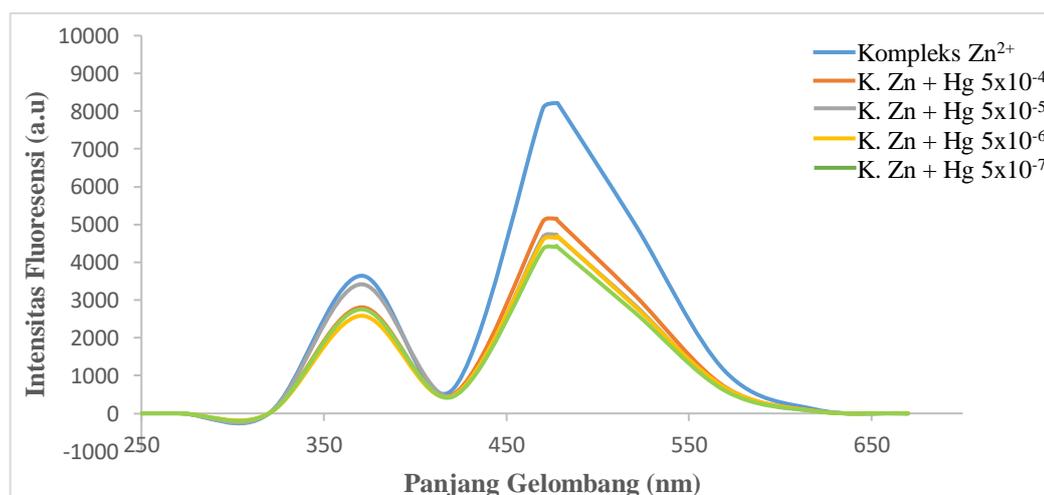
**Gambar 19.** Grafik Pengaruh pH Terhadap Absorbansi Senyawa Kompleks Zn<sup>2+</sup> Pada Penambahan Ion Cd<sup>2+</sup>

Berdasarkan Gambar 19 pada pH 9 dengan konsentrasi  $5 \times 10^{-4}$  merupakan pH yang optimum karena memiliki nilai absorbansi tertinggi yaitu sebesar 0,705. Sehingga dapat dikatakan bahwa suasana basa pada pH 9 merupakan pH efektif untuk membentuk senyawa kompleks Cd yang stabil.

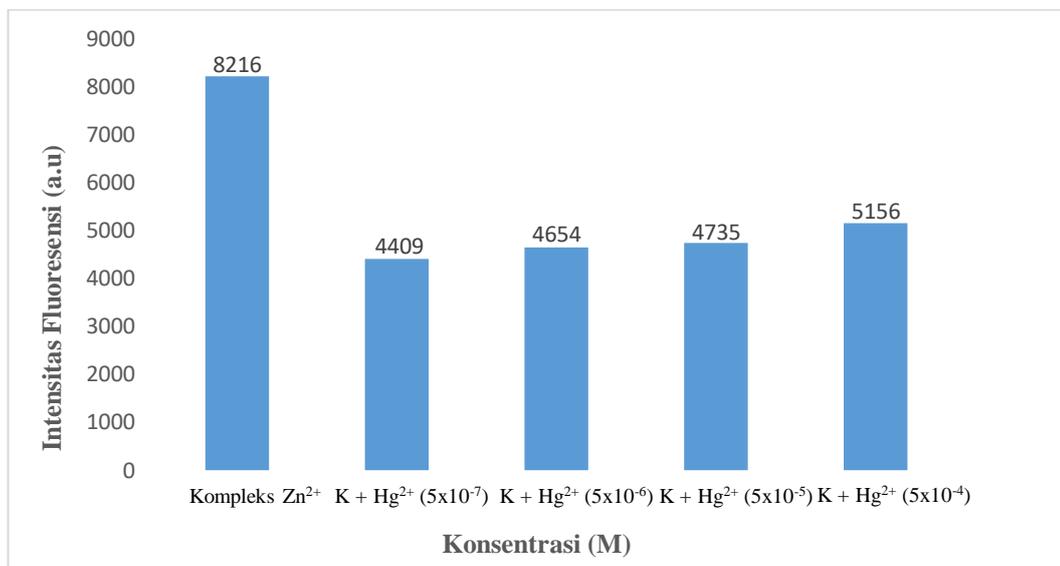
#### 4.8 Penetapan Potensi Fluorosensor

##### 4.8.1 Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks Zn<sup>2+</sup> pada Penambahan Ion Logam Berat Hg<sup>2+</sup>.

Pada penambahan ion logam berat Hg<sup>2+</sup> dilakukan dengan beberapa variasi konsentrasi yaitu  $5 \times 10^{-4}$  M –  $5 \times 10^{-7}$  M ke dalam senyawa kompleks Zn(II) pada konsentrasi  $5 \times 10^{-5}$  M dalam pelarut methanol kloroform (1:1).



**Gambar 20.** Spektrum Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks Terhadap Penambahan Ion Logam Berat Hg<sup>2+</sup> Pada Berbagai Konsentrasi.

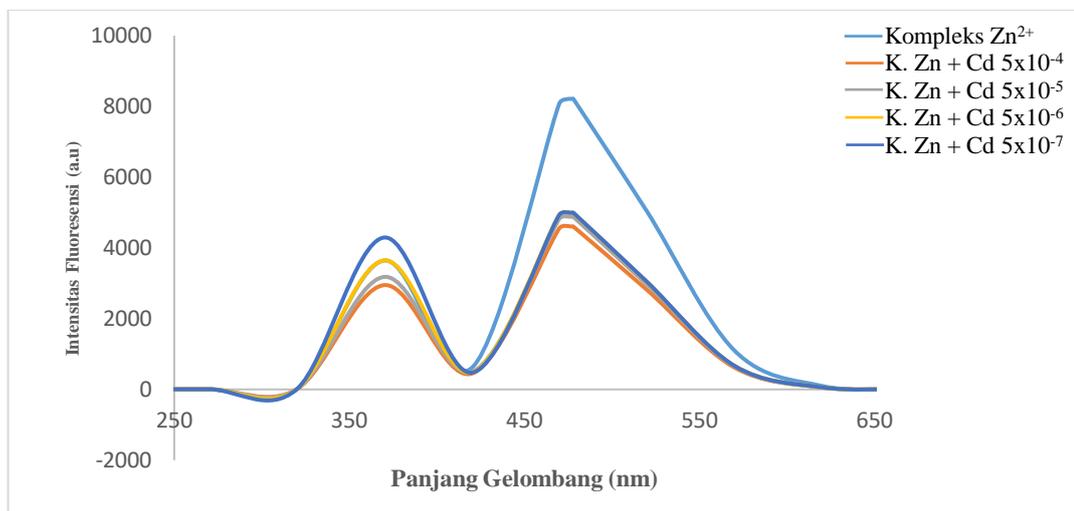


**Gambar 21.** Grafik Perubahan Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks Terhadap Penambahan Ion Logam Berat Hg<sup>2+</sup> Pada Berbagai Konsentrasi.

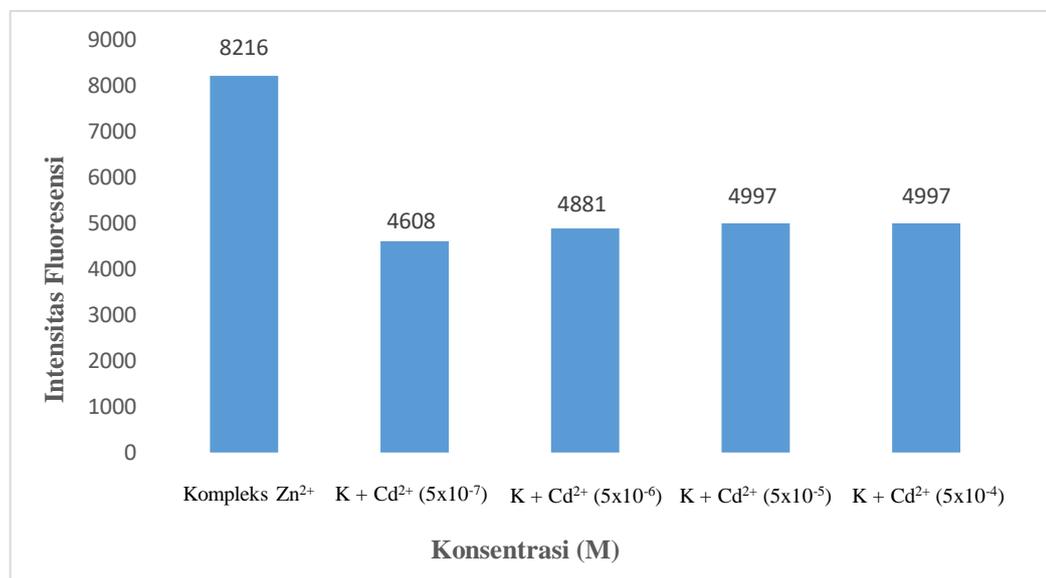
Pada intensitas fluoresensi senyawa kompleks Zn<sup>2+</sup> dengan penambahan ion logam berat Hg<sup>2+</sup> pada berbagai variasi dilakukan pengukuran Panjang gelombang emisi maksimum senyawa kompleks yaitu pada 500 nm. Ion Hg<sup>2+</sup> merupakan logam diamagnetik (lemah sifat magnetnya) yang lebih cenderung meningkatkan intensitas fluoresensi. Interaksi ligan dengan ion logam Hg<sup>2+</sup> dapat menghasilkan pencahayaan yang menyebabkan terjadinya peningkatan fluoresensi pada wilayah serapan maksimal (Afrida, 2013). Gambar 20 dan 21 menunjukkan bahwa senyawa kompleks Zn<sup>2+</sup> pada penambahan ion logam berat Hg<sup>2+</sup> pada konsentrasi 5x10<sup>-4</sup> M – 5x10<sup>-7</sup> M mengalami kenaikan intensitas fluoresensi (*turn on*), yang berarti terjadi efek penerangan yang semakin meningkat dengan bertambahnya konsentrasi ion Hg<sup>2+</sup>. Terjadi sedikit pegeseran Panjang gelombang pula pada penambahan ion Hg<sup>2+</sup> yang menunjukkan terjadi interaksi antara senyawa kompleks Zn<sup>2+</sup> dengan ion Hg<sup>2+</sup> pada Panjang gelombang 476 nm menjadi 478,5 nm. Selain itu terdapat dua puncak serapan pada daerah 370 nm dan 478,5 nm, hal ini terjadi disebabkan karena pada saat elektron kembali ke keadaan dasar, elektron tersebut terlebih dahulu menempati level energi yang lebih tinggi yang terdapat pada keadaan dasar sebelum turun ke level yang lebih rendah (Afrida, 2013).

#### 4.8.2 Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks $Zn^{2+}$ pada Penambahan Ion Logam Berat $Cd^{2+}$ .

Pada penambahan ion logam berat  $Cd^{2+}$  dilakukan dengan beberapa variasi konsentrasi yaitu  $5 \times 10^{-4} M - 5 \times 10^{-7} M$  ke dalam senyawa kompleks  $Zn(II)$  pada konsentrasi  $5 \times 10^{-5} M$  dalam pelarut methanol kloroform (1:1).



**Gambar 22.** Spektrum Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks Terhadap Penambahan Ion Logam Berat  $Cd^{2+}$  Pada Berbagai Konsentrasi.



**Gambar 23.** Grafik Perubahan Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks Terhadap Penambahan Ion Logam Berat  $Cd^{2+}$  Pada Berbagai Konsentrasi.

Sifat kemagnetan suatu logam cukup mempengaruhi intensitas fluoresensi ligan. Sama halnya dengan ion logam  $Hg^{2+}$ , ion  $Cd^{2+}$  juga merupakan logam

diamagnetik yang lebih cenderung akan meningkatkan intensitas fluoresensi. Interaksi ligan dengan partikel logam dari kadmium (Cd) yang dapat menghasilkan pencahayaan yang menyebabkan fluoresensi dapat meningkat pada serapan maksimal (Syahputri, 2014). Pada Gambar 22 terjadi sedikit pergeseran Panjang yang menunjukkan terjadinya interaksi antara senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  dengan ion  $Cd^{2+}$  pada panjang gelombang 477 nm menjadi 478 nm. Pada Gambar 23 menunjukkan bahwa senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  pada penambahan ion logam berat  $Cd^{2+}$  pada konsentrasi  $5 \times 10^{-4}$  M –  $5 \times 10^{-7}$  M mengalami kenaikan intensitas fluoresensi (*turn on*) dikarenakan efek penerangan semakin meningkat dengan bertambahnya konsentrasi logam yang ditambahkan. Sama seperti penambahan ion  $Hg^{2+}$ , pada penambahan ion  $Cd^{2+}$  terdapat dua puncak serapan pada daerah 370 nm dan 478 nm, hal ini terjadi disebabkan karena pada saat elektron kembali ke keadaan dasar, elektron tersebut terlebih dahulu menempati level energi yang lebih tinggi yang terdapat pada keadaan dasar sebelum turun ke level yang lebih rendah (Afrida, 2013).

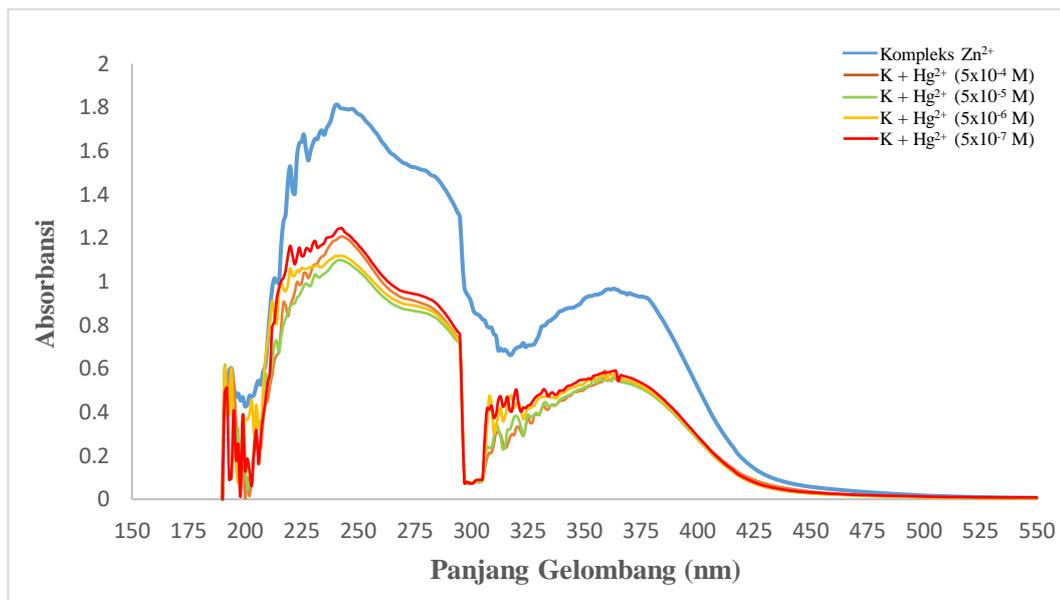
Telah diketahui sebelumnya bahwa Hg dan Cd merupakan logam golongan II B yang bersifat diamagnetik, dimana logam tersebut lebih cenderung meningkatkan intensitas fluoresensinya (Rustika, 2017). Pada penambahan ion  $Hg^{2+}$  dengan konsentrasi  $5 \times 10^{-4}$  M memiliki intensitas fluoresensi sebesar 5156 a.u sedangkan pada penambahan ion  $Cd^{2+}$  dengan konsentrasi  $5 \times 10^{-4}$  M memiliki intensitas fluoresensi sebesar 4997 a.u. Hal ini dikarenakan Hg memiliki nomor atom 80 dan Cd memiliki nomor atom 48, yang dimana unsur dengan nomor atom lebih besar dapat meningkatkan intensitas fluoresensi yang lebih tinggi dikarenakan efek distorsi yang lebih tinggi.

Terjadinya selektivitas fluorosensor berbasis senyawa kompleks dikarenakan adanya ion-ion logam tertentu yang dapat menurunkan atau menaikkan intensitas fluorofor organik secara signifikan, hal ini berkaitan dengan konfigurasi elektron dari ion-ion logam tersebut. Pada penambahan logam  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  dihasilkan efek peningkatan pada intensitas fluoresensi (*turn-on*) hal ini dikarenakan  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  merupakan agen peningkat yang secara langsung kontak dengan senyawa kompleks Zn sehingga mengalami peningkatan intensitas fluoresensi. Agen peningkat berupa logam berat dengan unsur diamagnetik seperti  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  diketahui dapat

menyebabkan peningkatan intensitas fluoresensi melalui fenomena *fluorescence enhancement*. Unsur-unsur diamagnetik memiliki elektron berpasangan pada orbital d seperti  $\text{Hg}^{2+}$  (orbital d10) dan  $\text{Cd}^{2+}$  (orbital d10) yang dapat menimbulkan sifat kemagnetan. Sifat kemagnetan yang ditimbulkan oleh unsur diamagnetik diperoleh dengan terjadinya interaksi elektromagnetik antara ligan dengan ion logam  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  yang menghasilkan pencahayaan sehingga menyebabkan fluoresensi meningkat pada wilayah serapan maksimum. Penambahan logam  $\text{Hg}^{2+}$  pada senyawa kompleks dikatakan selektif dibandingkan dengan logam  $\text{Cd}^{2+}$  karena pada konsentrasi  $5 \times 10^{-4}$ - $5 \times 10^{-7}$  M terjadi kenaikan intensitas yang signifikan, sedangkan pada sensitivitas fluorosensor senyawa kompleks  $\text{Zn}^{2+}$  dengan penambahan ion logam berat  $\text{Hg}^{2+}$  dipengaruhi oleh konsentrasi. Pada penambahan konsentrasi ion logam berat  $\text{Hg}^{2+}$  dengan konsentrasi  $5 \times 10^{-4}$  M yang merupakan konsentrasi tertinggi dihasilkan intensitas emisi fluoresensi yang tinggi pula. Sensitivitas fluoresensi pada logam  $\text{Hg}^{2+}$  lebih tinggi dibanding logam  $\text{Cd}^{2+}$  dikarenakan massa atom pada logam  $\text{Hg}^{2+}$  lebih besar dari logam  $\text{Cd}^{2+}$ , semakin besar massa atom pada logam maka semakin tinggi pula sensitivitas fluoresensinya. Hal ini terjadi dikarenakan,  $\text{Hg}^{2+}$  memiliki gap energi yang lebih kecil dari  $\text{Cd}^{2+}$ . Logam  $\text{Hg}^{2+}$  memiliki orbital 6s yang lebih luas dan orbital d yang lebih dekat dengan inti atom. Hal ini membuat transisi elektronik antara orbital dalam  $\text{Hg}^{2+}$  terjadi pada energi yang lebih rendah sehingga menghasilkan fluoresensi pada panjang gelombang yang berbeda. Sedangkan pada  $\text{Cd}^{2+}$  memiliki gap energi yang lebih besar sehingga memerlukan energi eksitasi yang lebih tinggi dan dapat memancarkan fluoresensi pada panjang gelombang yang lebih pendek. Hal ini menyebabkan fluoresensi pada logam  $\text{Cd}^{2+}$  kurang sensitif dibanding logam  $\text{Hg}^{2+}$ .

#### **4.8.3 Penetapan Intensitas Serapan Panjang Gelombang Maksimum pada Penambahan Ion Logam Berat $\text{Hg}^{2+}$ dan $\text{Cd}^{2+}$ .**

Penetapan intensitas serapan Panjang gelombang maksimum ini diamati dengan spektroskopi UV-Visibel. Pengukuran senyawa kompleks  $\text{Zn}^{2+}$  dengan penambahan ion logam berat  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  menggunakan konsentrasi senyawa kompleks  $\text{Zn}^{2+}$  berbeda bertujuan untuk mengetahui jenis interaksi yang terjadi di dalam proses fluoresensi.

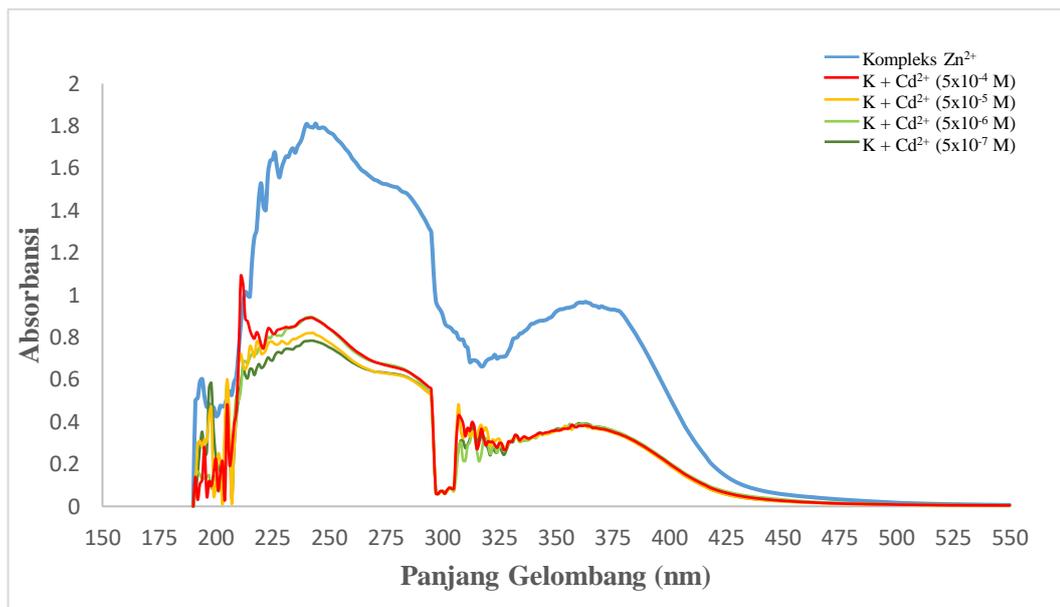


**Gambar 24.** Grafik Pengaruh Penambahan Ion Logam Berat  $\text{Hg}^{2+}$  Pada Penambahan Berbagai Konsentrasi Terhadap Senyawa Kompleks.

**Tabel 5.** Pergeseran Panjang Gelombang Senyawa Kompleks Pada Penambahan Ion Logam Berat  $\text{Hg}^{2+}$

Analisis	Panjang Gelombang Maksimum (nm)	
	1	2
Senyawa Kompleks $5 \times 10^{-5}$ M	246	363
Kompleks + $\text{Hg}^{2+}$ $5 \times 10^{-7}$ M	240	359
Kompleks + $\text{Hg}^{2+}$ $5 \times 10^{-6}$ M	243	357
Kompleks + $\text{Hg}^{2+}$ $5 \times 10^{-5}$ M	242	354
Kompleks + $\text{Hg}^{2+}$ $5 \times 10^{-4}$ M	243	353

Pada Gambar 24 menunjukkan ketika senyawa kompleks ditambahkan dengan ion  $\text{Hg}^{2+}$  akan mengalami pertukaran antara ion  $\text{Hg}^{2+}$  dengan ion  $\text{Zn}^{2+}$  dengan membentuk kompleks baru.



**Gambar 25.** Grafik Pengaruh Penambahan Ion Logam Berat  $\text{Cd}^{2+}$  Pada Penambahan Berbagai Konsentrasi Terhadap Senyawa Kompleks.

**Tabel 6.** Pergeseran Panjang Gelombang Senyawa Kompleks Pada Penambahan Ion Logam Berat  $\text{Cd}^{2+}$

Analisis	Panjang Gelombang Maksimum (nm)	
	1	2
Senyawa Kompleks $5 \times 10^{-5}$ M	246	363
Kompleks + $\text{Cd}^{2+}$ $5 \times 10^{-7}$ M	242	360
Kompleks + $\text{Cd}^{2+}$ $5 \times 10^{-6}$ M	244	356
Kompleks + $\text{Cd}^{2+}$ $5 \times 10^{-5}$ M	240	354
Kompleks + $\text{Cd}^{2+}$ $5 \times 10^{-4}$ M	245	357

Pada Gambar 25 menunjukkan ketika senyawa kompleks ditambahkan dengan ion  $\text{Cd}^{2+}$  akan mengalami pertukaran antara ion  $\text{Cd}^{2+}$  dengan ion  $\text{Zn}^{2+}$  dengan membentuk kompleks baru dengan ion  $\text{Cd}^{2+}$ .

Substituen yang terikat pada struktur kromofor dapat mengubah posisi dan intensitas pita serapan kromofor. Auksokrom merupakan substituen yang dapat meningkatkan intensitas serapan dan panjang gelombang suatu kromofor. Auksokrom yang umum berupa hidroksil, gugus metil, halogen, aloksi dan amino. Jenis pergeseran yang dapat mempengaruhi absorpsi kromofor yaitu, pergeseran

batokromik yang merupakan pergeseran absorpsi maksimum ke Panjang gelombang yang lebih besar karena efek substitusi atau pelarut (*red shift* atau pergeseran merah) dan pergeseran hipsokromik merupakan pergeseran absorpsi maksimum ke Panjang gelombang yang lebih pendek karena efek substitusi atau pelarut (*blue shift* atau pergeseran biru) (Pratiwi & Nandiyanto, 2022). Pada penambahan ion logam berat  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  terjadi pergeseran hipsokromik atau *blue shift* hal ini dikarenakan terjadi pergeseran Panjang gelombang maksimum antara senyawa kompleks dengan ion logam  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  ke arah yang lebih rendah. Pergeseran hipsokromik atau *blue shift* pada senyawa kompleks  $\text{Zn}^{2+}$  dengan penambahan ion logam berat  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  tersebut disebabkan karena adanya gugus kromofor yaitu gugus benzena dan pirazolin, hal ini dapat dilihat juga dari adanya penurunan absorptivitas molar senyawa kompleks yang mengalami penurunan dari 36196 menjadi 19388  $\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$  (Choi dkk, 2010; Khan dkk, 2021).

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa :

1. Senyawa kompleks ion logam  $Zn^{2+}$  dengan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena telah berhasil disintesis dengan perolehan rendemen sebesar 55% yang menandakan bahwa hasil sintesis cukup baik. Titik leleh pada ligan yang diperoleh sebesar  $230,9^{\circ}C$  dan titik leleh yang diperoleh pada senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  sebesar  $245^{\circ}C$ , peningkatan titik leleh ini menandakan bahwa senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  telah terbentuk. Hasil karakterisasi dengan FTIR diperoleh ikatan amina, C-H pada cincin piridin, C=C aromatis, C=N pada cincin aromatis, C-N pada gugus pirazolin, C-H aromatis dan Zn-N. Berdasarkan hasil analisis dengan UV-Vis diperoleh dua puncak serapan pada 246 nm dan 363 nm dengan nilai absorptivitas molar ( $\epsilon$ ) sebesar  $\log \epsilon$  4,56 dan  $\log \epsilon$  4,28 dengan hasil intensitas fluoresensi senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  sebesar 8216 a.u. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar absorptivitas molar yang diperoleh maka semakin besar pula intensitas yang dihasilkan pada senyawa kompleks  $Zn^{2+}$ . pH optimum pada pembentukan senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  yaitu pada pH 9. Pembentukan senyawa kompleks dengan ion  $Hg^{2+}$  diperoleh pH optimum 7 dan pada ion  $Cd^{2+}$  diperoleh pH optimum 9. Diperoleh 2 puncak emisi dengan hasil intensitas fluoresensi senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  sebesar 3644 a.u dan 8216 a.u pada panjang gelombang 370 nm dan 478 nm. Hasil pengukuran senyawa kompleks dengan penambahan ion logam berat  $Hg^{2+}$  dan  $Cd^{2+}$  menunjukkan pergeseran dari panjang gelombang maksimum kearah yang lebih rendah (*blue shift*) yang disebabkan karena adanya gugus kromofor pada gugus benzene dan pirazolin.
2. Hasil studi fluorosensor menunjukkan bahwa senyawa kompleks ion  $Zn^{2+}$  dengan ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena berpotensi sebagai fluorosensor logam tipe *turn-on* untuk ion logam  $Cd^{2+}$  dan ion  $Hg^{2+}$  keduanya meningkatkan intensitas fluoresensi. Pada studi fluorosensor ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks  $Zn^{2+}$  dengan penambahan ion logam  $Hg^{2+}$  lebih sensitive dibanding dengan ion logam  $Cd^{2+}$ .

Fluorosensor logam berat ini mampu mendeteksi keberadaan ion  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  sampai konsentrasi yang cukup rendah yaitu  $5 \times 10^{-7}$  M.

## 5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, penulis memberi saran dilakukannya pengaplikasian senyawa kompleks  $\text{Zn}^{2+}$  terhadap limbah langsung yang mengandung logam berat  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cd}^{2+}$  seperti pada industri elektronik, industri tambang dan industri pembuatan cat.

## DAFTAR PUSTAKA

- Acha, N. D., C. Elosua., J. M. Corres., and F. J. Arregui. 2019. Fluorescent Sensor for The Detection of Heavy Metal Ions in Aqueous Media. *Multidisciplinary Digital Publishing Institute*. 19(599): 1-34.
- Afrida, Monalisa. 2013. Sintesis Senyawa Kompleks  $[Zn^{II}(4'-(2-thienyl)-2,2':6',2''-terpyridine)(NO_3)_2]$  Dan Aplikasinya Sebagai Fluorosensor Logam Berat. *Tesis*. Universitas Indonesia.
- Agustina, T. 2014. Kontaminasi Logam Berat Pada Makanan dan Dampaknya Pada Kesehatan. *TEKNOBUGA*. Volume 1 No. 1: 56-65.
- Ali, Hijazi Abu., Salam M., Issa A.A., Mutaz A., and Suhair J. 2016. Dichloro-bis-(pyridine-2-yl-undecyl-amine)zinc(II),  $[ZnCl_2(C_{16}N_2H_{26})_2]$ : Synthesis, Characterization and Antimalarial Activity. *Journal of Coordination Chemistry*. 69(16): 2514-2522.
- Apratiwi, N., 2016. Studi Penggunaan UV-Vis Spectroscopy untuk Identifikasi Campuran Kopi Luwak dengan Kopi Arabika. *Skripsi*. Fakultas Pertanian Universitas Lampung, Bandar Lampung.
- Asmaningrum, H. P., & Pasaribu, Y. P. 2016. Penentuan Kadar Besi (Fe) Dan Kesadahan Pada Air Minum Isi Ulang Di Distrik Merauke. *Magistra: Jurnal Keguruan dan Ilmu Pendidikan*, 3(2), 95-104.
- Ataie, J. N., dkk. 2008. Zinc Coordination Geometry and Ligand Binding Affinity: The Structural and Kinetic Analysis of the Second-Shell Serine 228 Residue and the Methionine 180 Residue of the Aminopeptidase from *Vibrio proteolyticus*. *Jurnal Biochemistry, Brandeis University*.
- Belami, Yulianti, L. Indah M, dan Sidharta, B. Roy R. 2014. Pemanfaatan Purun Tikus (*Eleocharis Dulcis*) Untuk Menurunkan Kadar Merkuri (Hg) Pada Air Bekas Penambangan Emas Rakyat. *Jurnal Fakultas Teknobiologi, Universitas atma Jaya Yogyakarta*.
- Bernalte-Garcia, A., F.J. Garcia Barros., F.J. Higes-Rolando., and F. Luna-Giles. 2001. The Coordination Chemistry of Thiazoline/Thiazolidine Derivates. II: Synthesis and Characterization of  $[CoCl_2(PyTT)]$  and  $-ZnCl_2(PyTT)$   $[PyTT = 2-(2-pyridyl)imino-N-(2-thiazolin-2-yl)thiazolidine]$ . *Polyhedron*. 20(28): 3315-3319.
- Cahyani, N., D. T. F. L. Batu., dan Sulistiono. 2016. Kandungan Logam Berat Pb, Hg, Cd, dan Cu pada Daging Ikan Rejung (Sillago Sihama) di Estuari Sungai Donan, Cilacap, Jawa Tengah. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 19(3) : 267-276.
- Chen, Dr., Klassen, C.D. 2009. *Cadmium Toxicity*. Environmental Health Perspective.
- Choi, H., Raabe, I., Kim, D., Teocoli, F., Kim, C., Song, K., Yum, J. H., Ko, J., Nazeeruddin, M.K., & Gratzel, M. (2010). High molar extinction coefficient

- organic sensitizers for efficient dye-sensitized solar cells. *Chemistry – A European Journal*, 16(4), 1193-1201.
- Choudhary, A.N and Juyal, V. 2011. Synthesis of Chalcone and Their Derivates as Antimicrobial Agents. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science*. 3(3): 125-128.
- Ciupa, A., Mahon, F.M., Bank, P.A.D., Caggiano, L. 2012. Simple Pyrazoline and Pyrazole “turn on” Fluorescent Sensors Selective for Cd<sup>2+</sup> and Zn<sup>2+</sup> in MeCN. *Organic and Biomolecular Chemistry*. 10: 8753-8757.
- Colak. A.T., Pinar O.V, Ferdag C., Demet A., Selda, K. Ruhi U., (2013), “Syntheses, characterization, antimicrobial and cytotoxic activities of pyridine-2,5-dicarboxylate complexes with 1,10-phenanthroline”, *Journal of Trace Element in Medicine and Biology, Elsevier*. 27, hal. 295-301.
- Dahliarti, H.Y Teruna, dan Jasril. 2014. Sintesis dan Uji Aktivitas Antibakteri dari Senyawa 1-Fenil-3-(1-Naftil)-5-(2-Klorofenil)-2-Pirazolin. *JOM Fmipa* 1(2): 396-402.
- Dunst, S., and T. Pavel. 2019. Imaging Flies by Fluorescence Microscopy: Principles, Technologies and Application. *Genetics*. 211: 15-34.
- Eddy, N.O., S. A. Odoemelam., and A. J. Mbaba. 2008. Elemental Composition of Soil in Some Dumpsites. *Electronic Journal of Environmental Agriculture and Food Chemistry*. 5(3): 1349-1363.
- Fatoni., 2015. Analisa Secara Kualitatif dan Kuantitatif Kadar Kafein Dalam Kopi Bubuk Lokal Yang Beredar di Kota Palembang Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *Laporan Penelitian Mandiri*. Fakultas Farmasi STIFI Bhakti Pertiwi, Palembang.
- Fithri, L. 2016. Sintesis Karakterisasi Dan Uji Toksisitas Senyawa Kompleks dari Ion Logam Zn(II) dengan Ligan 2,6-Bis(4-Nitrobenzamido)-piridin. *Tesis Institut Teknologi Sepuluh November*.
- Gabryel-skrodzka, M., Nowak, M., Stachowiak, K., Zabiszak, M., Ogawa, K., & Jastrzab, R. (2021). The Influence of pH on Complexation Process of Copper(II) Phosphoethanolamine to Pyrimidine Nucleosides. *Ii*, 1–13.
- Guerrero, Miguel., Josefina Pons., Merce Font-Bardia., Teresa Calvet., and Josep Ros. 2010. Synthesis, Characterization, and Photoluminescent Properties of ZnII, CdII, and HgII Complexes with N, O Hybrid Pyrazole Ligand. *Aust J Chem*. 63: 958-964.
- Hadi, M. C., 2013. Bahaya Merkuri Di Lingkungan Kita, *Jurnal Skala Husada*, vol.10 175-183, Poltekkes Denpasar.
- Hakim, Y.Z dan Zulys, A. 2016. A Fluorescence Study of Pyrazole Derrivative 2 (1,5-diphenyl-4,5-dihydro-1H-pyrazole-3-yl)pyridine Upon Addition of La<sup>3+</sup> and Eu<sup>3+</sup> Ions. *International Conference on Materials, Manufacturing and Mechanical Engineering*. ISBN: 978-1-60595-413-4.

- Hankiewicz, J. H., S. Lewicki., and Z. Pajak. 2012. Simple Gated Integrator For Transient Recording. *Journal of Physics E Scientific Instrument*. 19(4): 260-262.
- Hanuji, S.Y. 2016. Optimasi Sensitivitas Sensor *Bent-Optical Fiber* Dengan Pelapisan Kitosan Untuk Deteksi Ion Kadmium. *Skripsi*. Fakultas MIPA Universitas Negeri Semarang, Semarang.
- Hermawati, E.S., Suhartana., dan Taslimah. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Zn(II)-8-Hidroksikuinolin. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi* 19 (3) : 94 – 98.
- Irhamni., Pandia, S., Purba, E. dan Hasan, W. 2017. Serapan Logam Berat Esensial dan Non Esensial pada Air Lindi TPA Kota Banda Aceh dalam Mewujudkan Pembangunan Berkelanjutan. *Jurnal Serambi Engineering* 2(3): 134 – 140.
- Istarani, F., & Pandebesie, E. S. (2014). Studi Dampak Arsen ( As ) dan Kadmium (Cd) terhadap Penurunan Kualitas Lingkungan. *Jurnal Teknik Pomits*, 3(1), D53–D58.
- Jugal V. 2016. Design, synthesis and biological evaluation of pyrazoline nucleus based homoleptic Ru(III) compounds. *Patel, Med. Chem. Commun.* 00: 1-3.
- Kartika, A. 2016. Studi Pengkelatan Ion Logam Dy<sup>3+</sup> dan Pr<sup>3+</sup> Oleh Ligan 2-(1,5-difenil-4,5-dihidro-1H-pirazolin-3-yl)piridin Sebagai Fluorosensor Serta Selektivitasnya. *Skripsi*. Fakultas MIPA Universitas Indonesia, Depok.
- Lakowicz, J.R. 2006. *Principles of Fluorescence Spectroscopy*. University of Maryland School of Medicine Baltimore. Maryland, USA (3<sup>rd</sup> Ed).
- Lubis, A.M., Perangin-angin, B. dan Nasruddin. 2016. Studi Tentang Pengamatan Fluoresensi Berdasarkan Domain Panjang Gelombang Pada Spektroskopi Fluoresensi Untuk Identifikasi Bahan. *Agrium ISSN 0852-1077 (Print) ISSN 2442-7306 (Online)*. 20 No.1. hal. 305.
- Mahesar, A.S., Lucarini, M., Durazzo, A., Santini, A., Lampe, A.I., and Kiefer, J. 2019. Application of Infrared Spectroscopy for Functional Compounds Evaluation in Olive Oil: A Current Snapshot. *Journal of Spectroscopy*. (4): 1-11.
- Muneera, M. S., & Joseph, J. (2016). Design, synthesis, structural elucidation, pharmacological evaluation of metal complexes with pyrazoline derivatives. *Journal of Photochemistry and Photobiologi B: Biology*, 163, 57-68.
- Nasaruddin, N. H., Ahmad, S. N., Bahron, H., Rahman, N. M. M. A., & Yusof, N. S. M. (2021). Schiff bases and their Ia(III) complexes: Conventional and microwave-assisted synthesis, physicochemical and spectroscopic analysis. *Malaysian Journal of Chemistry*, 23(2), 91–101. <https://doi.org/10.55373/mjchem.v23i2.1002>

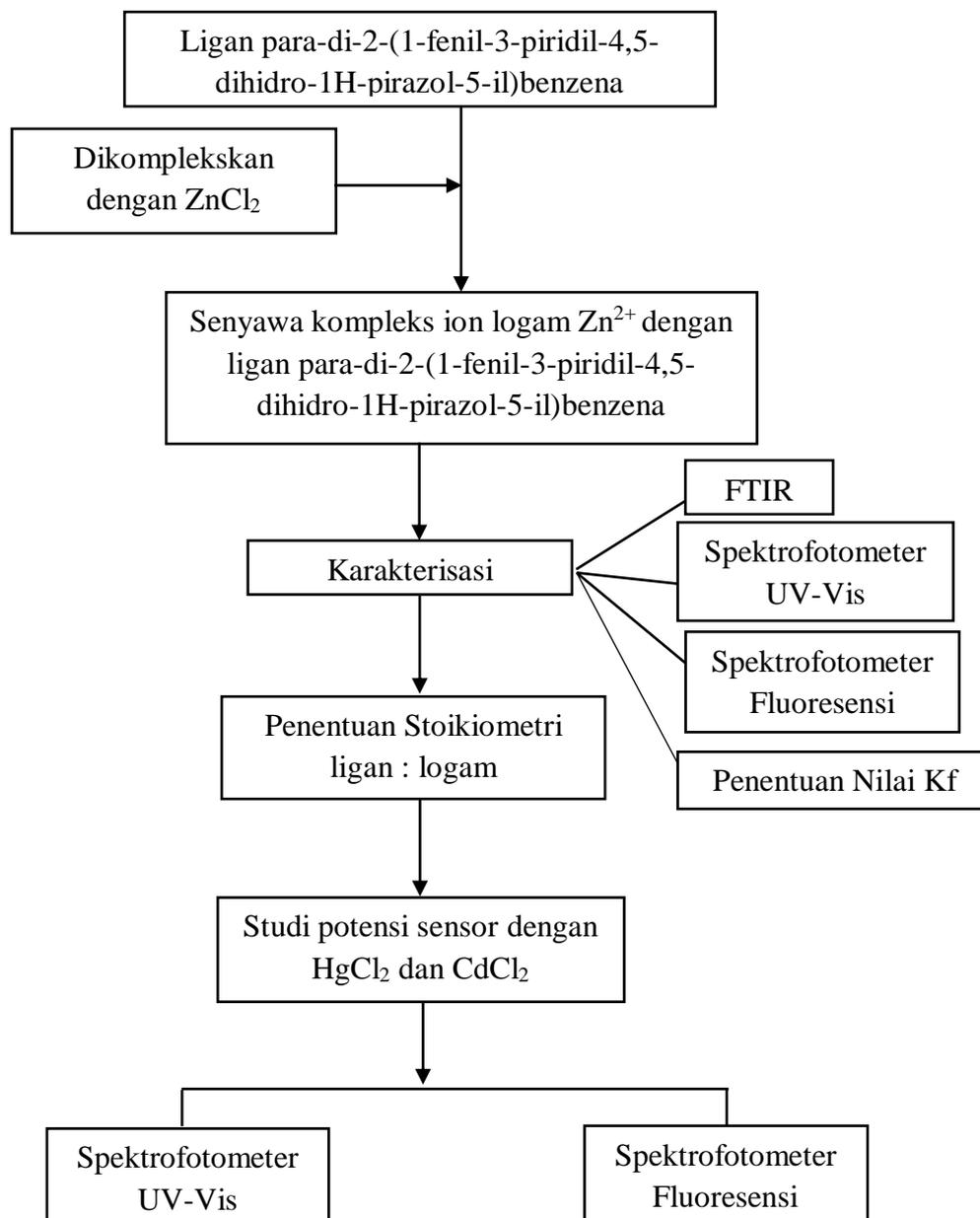
- Nurfitri, S. A., 2020. Sintesis Ligan Turunan Pirazolin Sebagai Fluoresensi Ion  $\text{CN}^-$ . Skripsi Universitas Pakuan
- Pandey, R., Kumar, A., Xu, Q., dan Pandey, D.S. 2019. Zinc(II), Copper(II) and Cadmium(II) Complexes as Fluorescent Chemosensors for Cations. *Royal Society Of Chemistry*. 49, 542-568.
- Patil, C.B., Mahajan, S.K., dan Katti, S.A. 2009. Chalcone: A Versatile Molecule. *Journal of Pharmaceutical Science and Research*. 1(3): 11-12.
- Pavia, D.L., Gary M.L., dan George S.K., 2001. *Introduction To Spectroscopy*. Third Edition. Thomson Learning: Singapura.
- Pratiwi, R. A., & Nandiyanto, A. B. D. (2022). How to Read and Interpret UV-VIS Spectrophotometric Results in Determining the Structure of Chemical Compounds. *Indonesian Journal of Educational Research and Technology*, 2(1), 1–20. <https://doi.org/10.17509/ijert.v2i1.35171>
- Purwanto, A. E. F. S., 2011. Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Kadmium untuk Pengujian Cd dalam Zirkonium. In: *Prosiding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*. Yogyakarta: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN.
- Putri, L. E., 2017. Penentuan Konsentrasi Senyawa Berwarna  $\text{KMnO}_4$  dengan Metoda Spektroskopi UV Visible. *Natural Science Journal*. Vol 3. No 1: 391-398.
- Putri, D. N., 2020. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks dari Ion Logam  $\text{Co}^{2+}$  dengan Ligan Para-Di-2-(1-Fenil-3-Piridil-4,5-Dihidro-1H-Pirazoil-5-il) Benzena dan Potensinya Sebagai Fluoresensor Ion Logam Berat  $\text{Hg}^{2+}$  dan  $\text{Cu}^{2+}$ . *Skripsi*. Fakultas MIPA Universitas Pakuan, Bogor.
- Purwati, D. I., 2021. Sintesis Senyawa Kompleks Ion Logam  $\text{Zn}^{2+}$  dan  $\text{Cu}^{2+}$  dengan Ligan Turunan Pirazolin Untuk Deteksi Ion  $\text{CN}^-$  Berbasis Fluoresensor. *Skripsi*. Fakultas MIPA Universitas Pakuan, Bogor.
- Rahmadani, T., S. M. Sabang., dan I. Said. 2015. Analisis Kandungan Logam Zink (Zn) dan Timbal (Pb) dalam Air Laut Pesisir Pantai Mamboro Kecamatan Palu Utara. *Jurnal Akademika Kimia*. 4(4): 197-203.
- Rustikawati. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Cu}^{2+}$  dengan Ligan 2-(1,5-difenil-4,5-dihidro-1H-pirazol-3-yl)piridin Sebagai Detektor Ion Sianida. Tesis Universitas Indonesia.
- Rhys, W. 2011. An Introduction Fluorescence Spectroscopy. *Journal of AOAC International*. Volume 8.
- Robinson, T. P., Ehlers, T., Hubbard, R. B, IV., Bai, X, A, JL., Goldsmith, DJ., Bowen, JP. 2003. Design, Synthesis and Biological Evaluation of Angiogenesis Inhibitors: Aromatic Enone and Dienone Analogues of Curcumin. *Bioorganic and Medical Chemistry Letters*.

- Sanderson, M. J., I. Smith., and D. Bootman. 2014. Fluorescence Microscopy. *Cold Spring Harb Protoc.* 1042-1065.
- Sakhinathan, S.P., Vanamangamudi, G., dan Thirunarayan, G. 2012. Synthesis, spectral studies and antimicrobial activities of some 2-naphtyl pyrazoline derivatives. *Elsevier Journal.* 95: 693-700.
- Sariyanto, Lanjar. (2010). Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Kromium (III) dengan Benzokain. Skripsi. Surakarta: Univesitas Sebelas Maret.
- Skoog, D. A., F. J. Holler., and S. R. Crouch. 2012. Fluoresence Spectroscopy. *Journal of AOAC International.* Volume 5.
- Sugiyarto, Kristian H dan Retno Suyanti. (2012). Dasar-dasar Kimia Anorganik Transisi. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Suarsa, I. W. 2015. Spektroskopi. *Skripsi.* Fakultas MIPA Universitas Udayana, Denpasar.
- Syahputri, Y. 2014. Sintesis Ligan para-di-2-(1-methyl-3-pyridyl-4,5-dihydro-1H-pyrazol-5yl)benzena dan Aplikasinya sebagai Fluorosensor Ion Logam Cd<sup>2+</sup> dan Pb<sup>2+</sup>. *Tesis.* Universitas Indonesia.
- Syamsidar, 2014. Bahan Kimia Berbahaya Pada Makanan Minuman Dan Kosmetik. Makassar: Alauddin Prees.
- Taslimah a., Eka SH., dan Suhartana a. 2016. Sintesis dan Karakterisasi senyawa kompleks Zn(II)-8Hidroksikuinolin. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi.* 19(3): 94-98.
- Theophile. 2012. Introduction to Infrared Spectroscopy. *National Technical University of Athen.*
- Tyagi, P., Chandra S., Saraswat B.S., (2014), "Ni(II) and Zn(II) complexes of 2-((thiophen-2-ylmethylene)amino)benzamide: Synthesis, spectroscopic characterization, thermal, DFT and anticancer activities", *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, Elsevier, Vol. 134, hal. 200–209.
- Vincent, C., Krishnakumar, K., dan Elias., G. 2020. Pharmacological Potential Of A Resourceful Heterocycle: Pyrazoline. *American Journal Of Pharmtech Research.* 10(3).
- Wenzel, Thomas. 2021. *Molecular and Atomic Spectroscopy.* Libretexts. California State University.
- Wu, Hui-Lu, Yuan Jing-Kun, Huang Xing-Cai, Kou F., Liu B., Jia F., Wang KaiTong, Bai Y., (2012), "Two zinc(II) and cadmium(II) complexes based on the V-shaped ligand 2,6-bis(2-benzimidazolyl)pyridine: Synthesis, crystal structure, DNA-binding properties and antioxidant activities", *Elsevier, Inorganica Chimica Acta.* Vol 390 : 12-21.

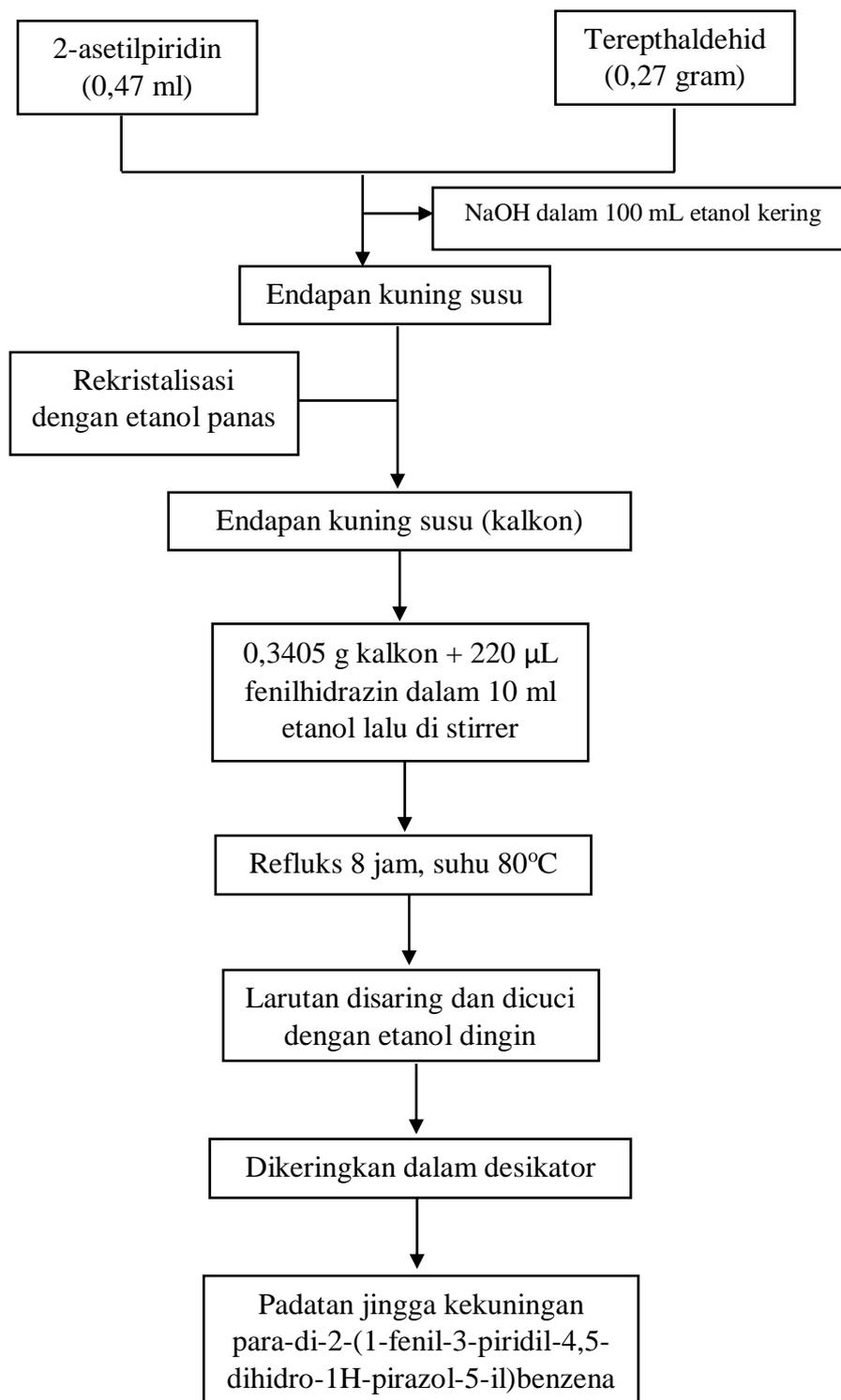
Zhang, S., Neumann, H., dan Beller, M. 2019. Synthesis of  $\alpha,\beta$ -unsaturated carbonyl compounds by carbonylation reactions. *Royal Society of Chemistry*.

## LAMPIRAN

## Lampiran 1. Bagan Alir Umum Penelitian

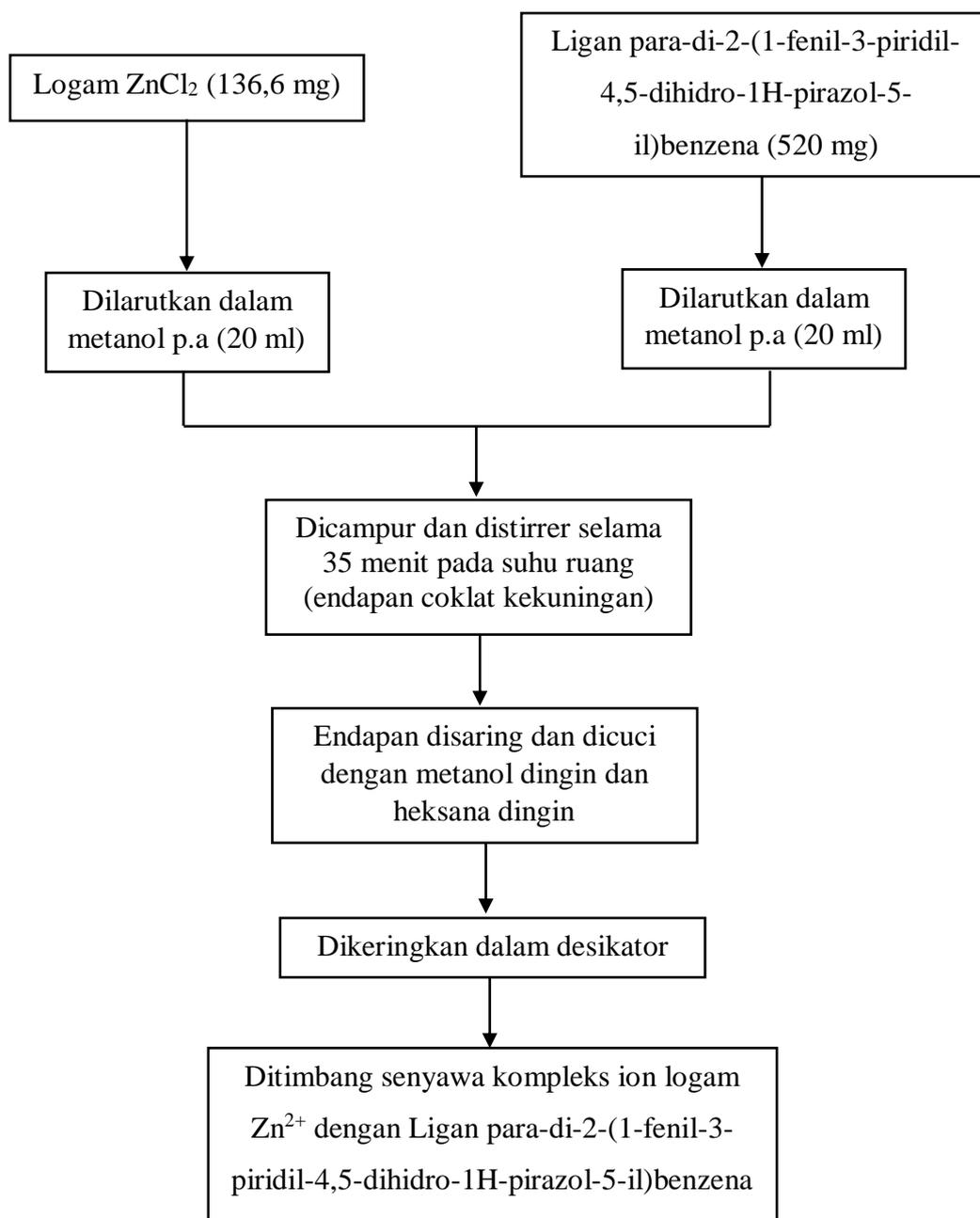


**Lampiran 2.** Sintesis Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena

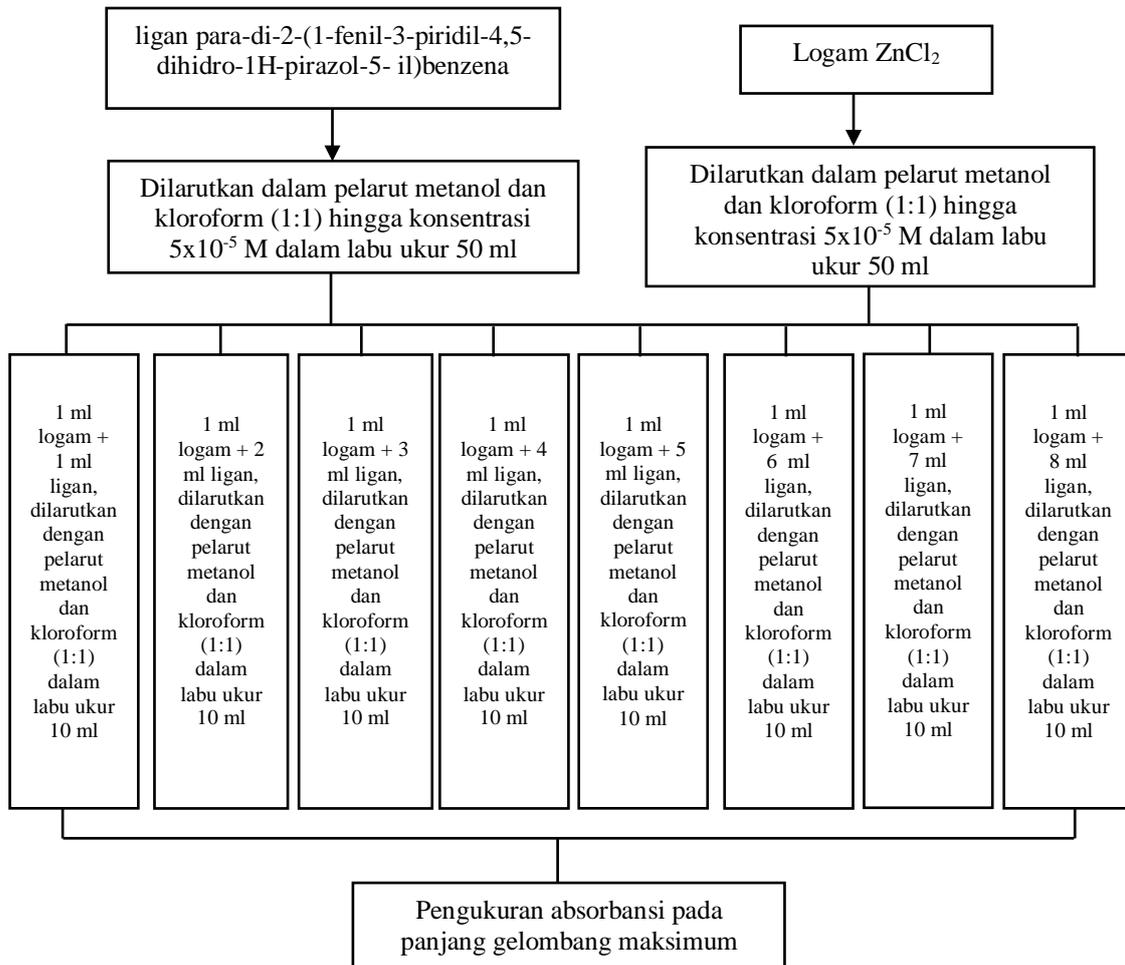


**Lampiran 3.** Sintesis Senyawa Kompleks  $Zn^{2+}$  dengan Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena

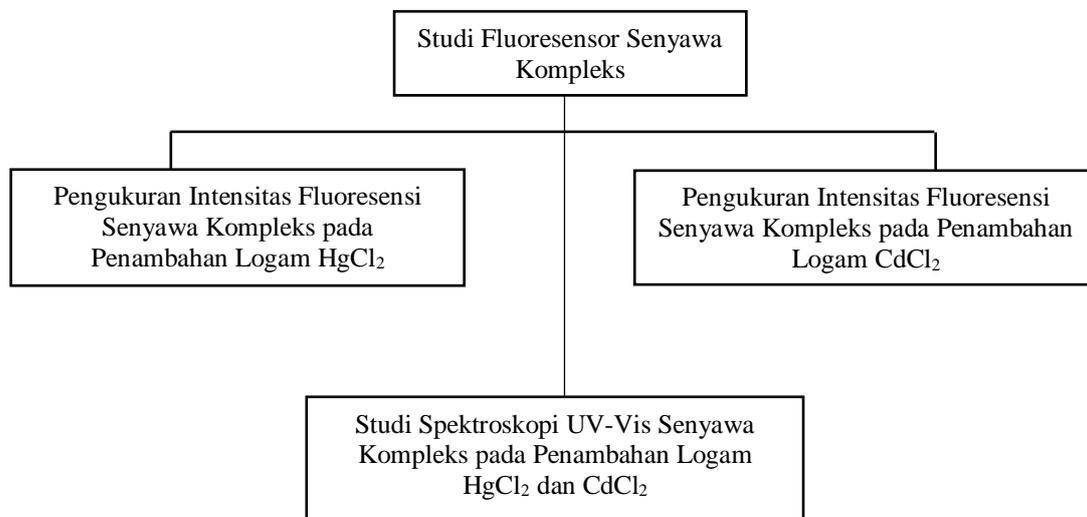
Perbandingan logam dan ligan (1:1)

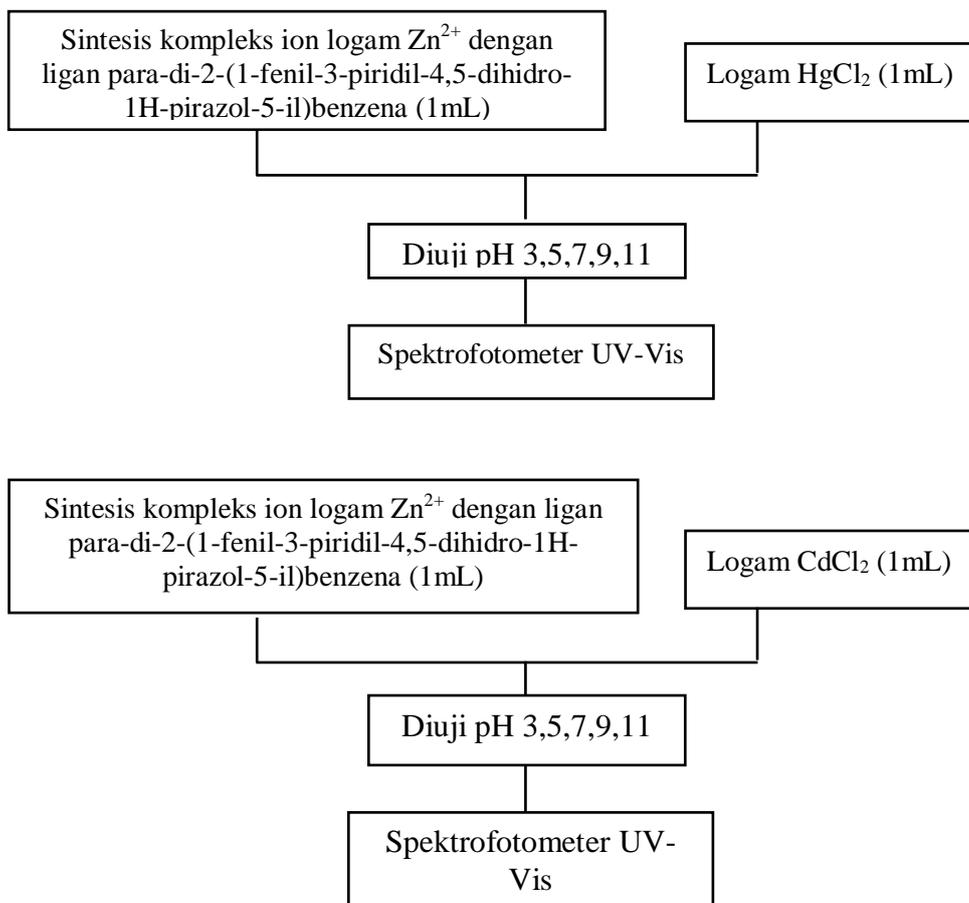
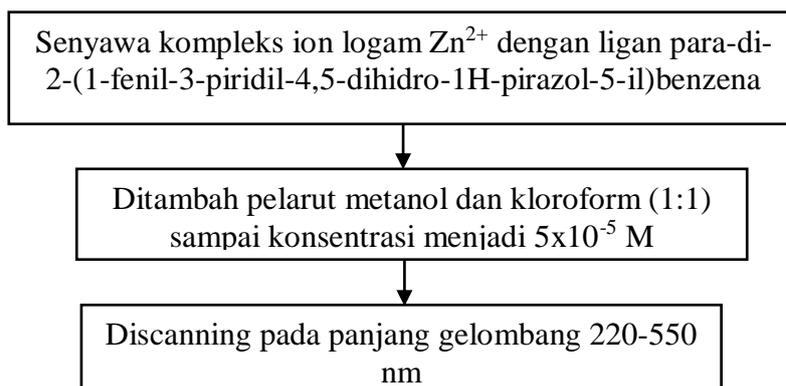


**Lampiran 4.** Penentuan Stoikiometri  $Zn^{2+}$  : Ligan para-di-2-(1-fenil-3-piridil-4,5-dihidro-1H-pirazol-5-il)benzena

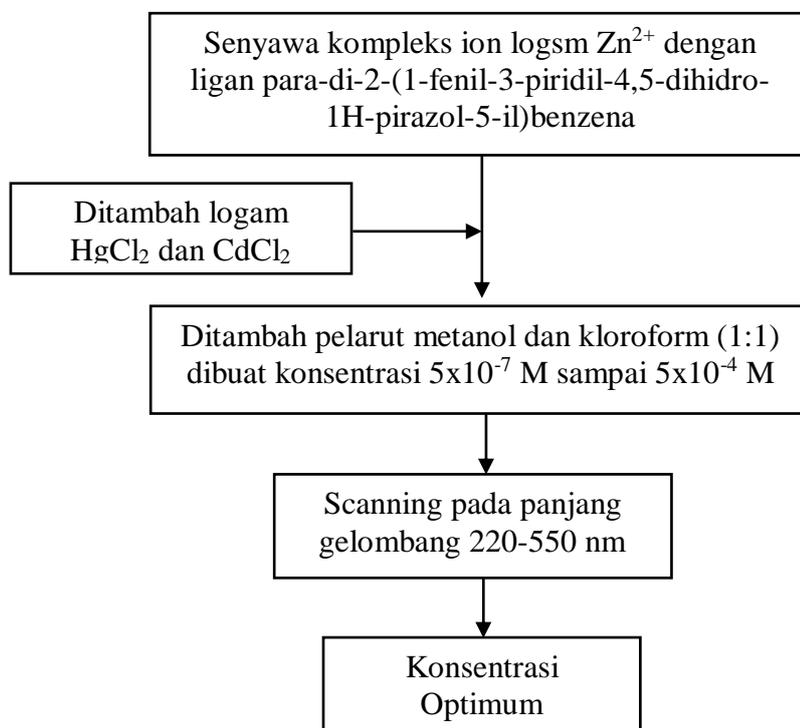


**Lampiran 5.** Penetapan Potensi Fluorosensor

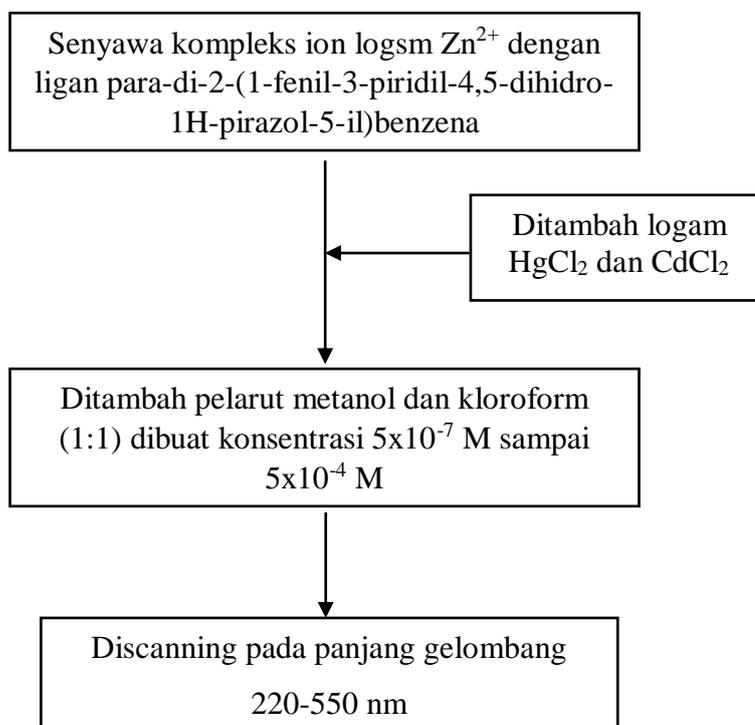


**Lampiran 6. Penentuan pH Optimum****Lampiran 7. Pengukuran Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks**

**Lampiran 8.** Pengukuran Intensitas Fluoresensi Senyawa Kompleks Dengan Penambahan Logam  $\text{HgCl}_2$  dan  $\text{CdCl}_2$



**Lampiran 9.** Studi Spektroskopi UV-Vis Senyawa Kompleks Dengan Penambahan Logam  $\text{HgCl}_2$  dan  $\text{CdCl}_2$



**Lampiran 10.** Perhitungan perbandingan mol ligan : ZnCl<sub>2</sub>

$$\text{Mr Ligan} = 520 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr. ZnCl}_2 = 136,30 \text{ g/mol}$$

## ➤ Perbandingan Ligan : Logam

- Ligan Turunan Pirazolin

$$\text{Mol} = \frac{\text{Massa}}{\text{Massa Relatif}} \times \frac{1000}{\text{Volume}}$$

$$5 \times 10^{-5} \text{ M} = \frac{\text{Massa}}{520 \text{ gram/mol}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{200 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = 5,2 \times 10^{-3} \text{ gram}$$

$$\text{Massa} = 5,2 \text{ mg}$$

- Logam ZnCl<sub>2</sub>

$$\text{Mol} = \frac{\text{Massa}}{\text{Massa Relatif}} \times \frac{1000}{\text{Volume}}$$

$$5 \times 10^{-5} \text{ M} = \frac{\text{Massa}}{136 \text{ gram/mol}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{200 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = 1,4 \times 10^{-3} \text{ gram}$$

$$\text{Massa} = 1,4 \text{ mg}$$

**Lampiran 11.** Perhitungan senyawa kompleks Zn<sup>2+</sup> dengan logam berat Hg<sup>2+</sup> dan Cd<sup>2+</sup>.

$$\text{Mr senyawa kompleks Zn}^{2+} = 792 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Mr HgCl}_2 = 271,6 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Mr CdCl}_2 = 201,32 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Mol} = \frac{\text{Massa}}{\text{Massa Relatif}} \times \frac{1000}{\text{Volume}}$$

$$V1.M1 = V2.M2$$

- Senyawa kompleks Zn<sup>2+</sup>

$$5 \times 10^{-5} \text{ M} = \frac{\text{Massa}}{792 \text{ gram/mol}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{20 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = 0,0008 \text{ gram}$$

- Pengenceran Larutan  $\text{HgCl}_2$   $5 \times 10^{-4} \text{ M} - 5 \times 10^{-7} \text{ M}$

$5 \times 10^{-4} \text{ M} = \frac{\text{Massa}}{271,6 \text{ gram/mol}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}$ <p>Massa = 0,0014 gram</p>	<p>Konsentrasi <math>5 \times 10^{-6} \text{ M}</math></p> $5 \times 10^{-5} \text{ M} \times V_1 = 5 \times 10^{-6} \text{ M} \times 10 \text{ ml}$ <p><math>V_1 = 1 \text{ ml}</math></p>
<p>Konsentrasi <math>5 \times 10^{-5} \text{ M}</math></p> $5 \times 10^{-4} \text{ M} \times V_1 = 5 \times 10^{-5} \text{ M} \times 10 \text{ ml}$ <p><math>V_1 = 1 \text{ ml}</math></p>	<p>Konsentrasi <math>5 \times 10^{-7} \text{ M}</math></p> $5 \times 10^{-6} \text{ M} \times V_1 = 5 \times 10^{-7} \text{ M} \times 10 \text{ ml}$ <p><math>V_1 = 1</math></p>

- Pengenceran Larutan  $\text{CdCl}_2$   $5 \times 10^{-4} \text{ M} - 5 \times 10^{-7} \text{ M}$

$5 \times 10^{-4}$ $M = \frac{\text{Massa}}{201,32 \text{ gram/mol}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{10 \text{ mL}}$ <p>Massa = 0,001 gram</p>	<p>Konsentrasi <math>5 \times 10^{-6} \text{ M}</math></p> $5 \times 10^{-5} \text{ M} \times V_1 = 5 \times 10^{-6} \text{ M} \times 10 \text{ ml}$ <p><math>V_1 = 1 \text{ ml}</math></p>
<p>Konsentrasi <math>5 \times 10^{-5} \text{ M}</math></p> $5 \times 10^{-4} \text{ M} \times V_1 = 5 \times 10^{-5} \text{ M} \times 10 \text{ ml}$ <p><math>V_1 = 1 \text{ ml}</math></p>	<p>Konsentrasi <math>5 \times 10^{-7} \text{ M}</math></p> $5 \times 10^{-6} \text{ M} \times V_1 = 5 \times 10^{-7} \text{ M} \times 10 \text{ ml}$ <p><math>V_1 = 1 \text{ ml}</math></p>

- Perhitungan rendemen ligan turunan pirazolin

Massa teoritis = Mol x Massa Relatif senyawa kompleks

$$= 0,001 \text{ mol} \times 520 \text{ gram/mol}$$

$$= 0,52 \text{ gram}$$

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,4235 \text{ gram}}{0,52 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$= 81,44\%$$

- Perhitungan rendemen senyawa kompleks  $\text{Zn}^{2+}$

Massa teoritis = Mol x Massa Relatif senyawa kompleks

$$= 0,001 \text{ mol} \times 3705,3 \text{ gram/mol}$$

$$= 3,7053 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Yield} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{2,0413 \text{ gram}}{3,7053 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 55\% \end{aligned}$$

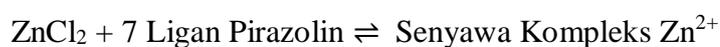
### Lampiran 12. Penentuan Konstanta Kestabilan Senyawa Kompleks $\text{Zn}^{2+}$

Diketahui :

Ligan pirazolin = 0,001 mol

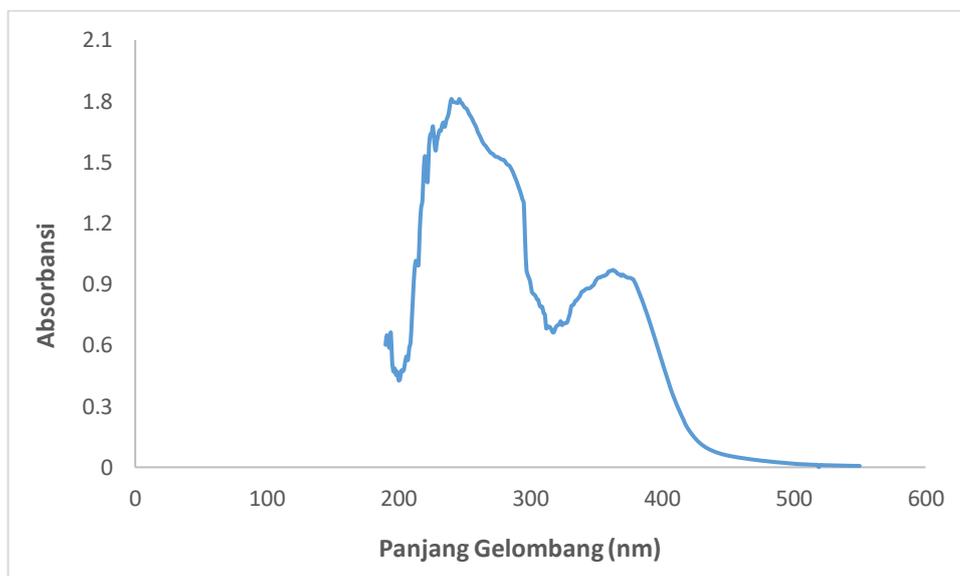
$\text{ZnCl}_2$  = 0,001 mol

Senyawa Kompleks  $\text{Zn}^{2+}$  = 0,001 mol



$$\begin{aligned} K_f &= \frac{\text{Senyawa Kompleks}}{\text{Ligan} \times \text{ZnCl}_2} \\ &= \frac{0,001}{(0,001)^7 \times 0,001} \\ &= 1 \times 10^{21} \end{aligned}$$

### Lampiran 13. Hasil Uji Spektrofotometer UV-Visibel Senyawa Kompleks $\text{Zn}^{2+}$



Puncak 1 (246 nm)

$$\text{Absorptivitas Molar } (\epsilon) = \frac{a}{b \cdot c} = \frac{1,8098}{1 \cdot 5 \times 10^{-5}} = 36196 \frac{\text{L}}{\text{mol}} \cdot \text{cm}$$

$$\text{Log } \epsilon = \text{log } 36196 = 4,56$$

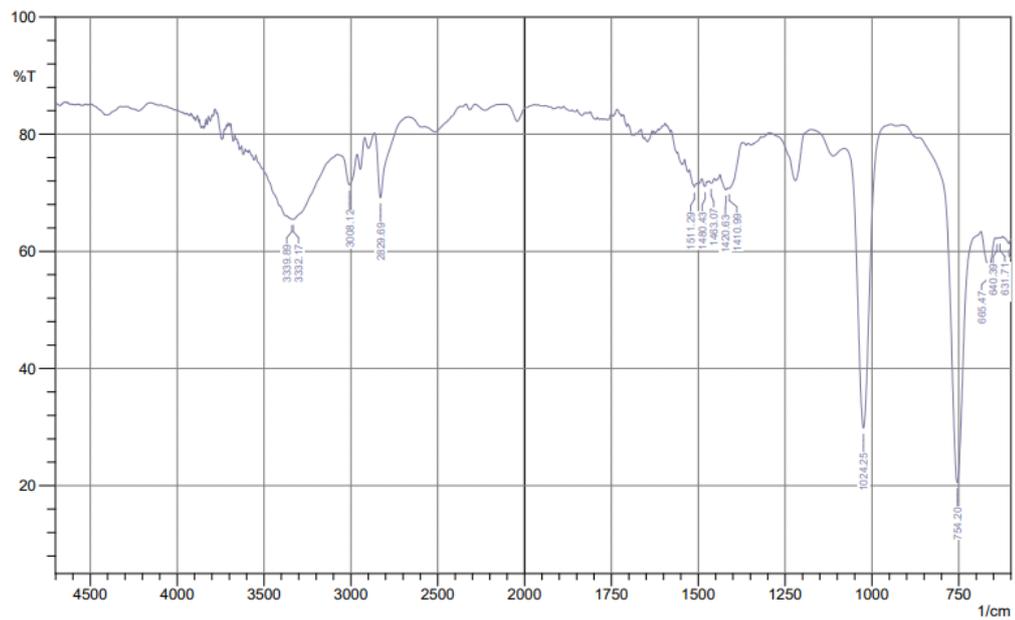
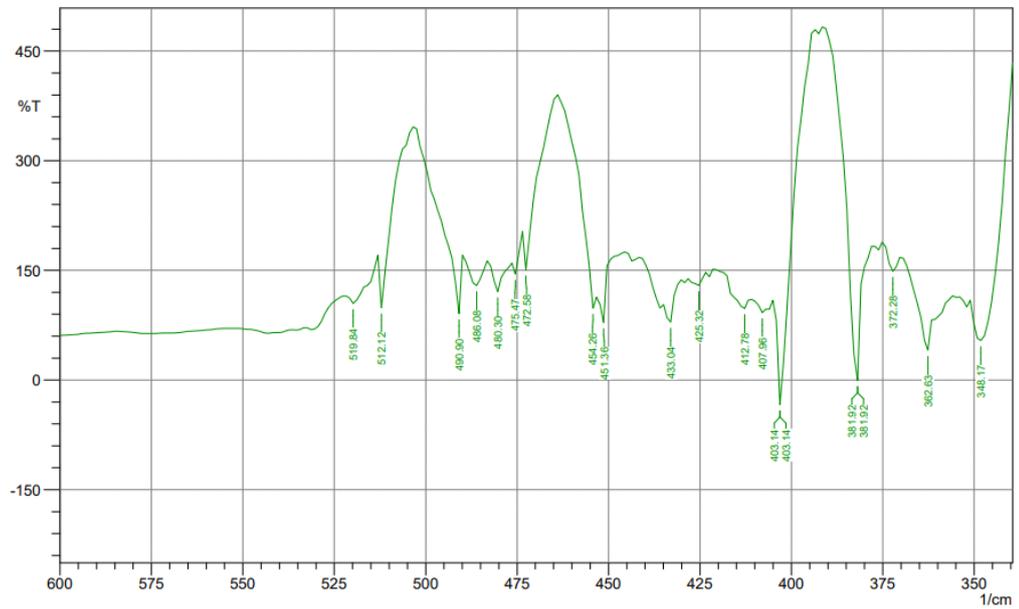
Puncak 2 (363 nm)

$$\text{Absorptivitas Molar } (\epsilon) = \frac{a}{b \cdot c} = \frac{0,9694}{1 \cdot 5 \times 10^{-5}} = 19388 \frac{\text{L}}{\text{mol}} \cdot \text{cm}$$

$$\text{Log } \epsilon = \text{log } 19388 = 4,28$$

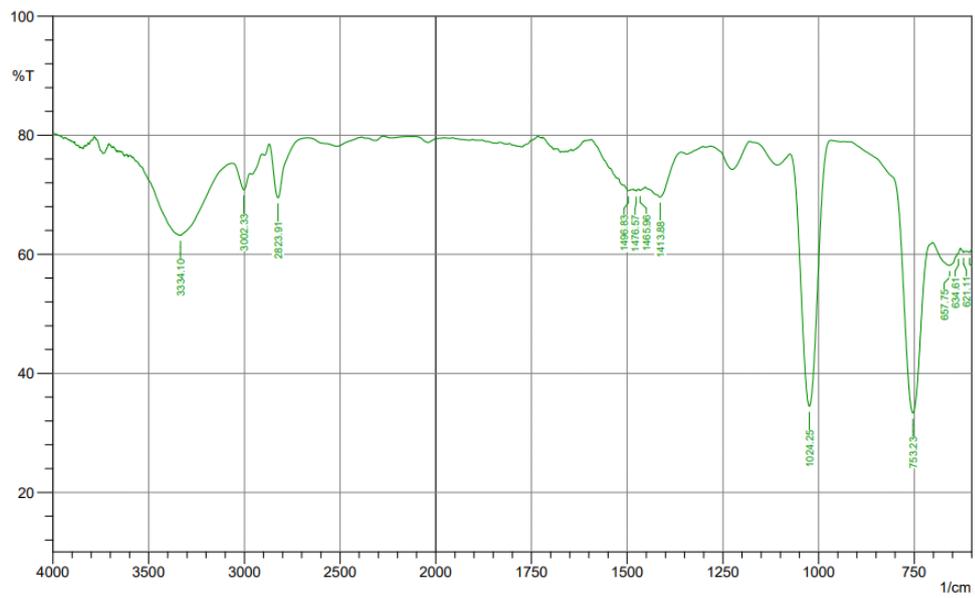
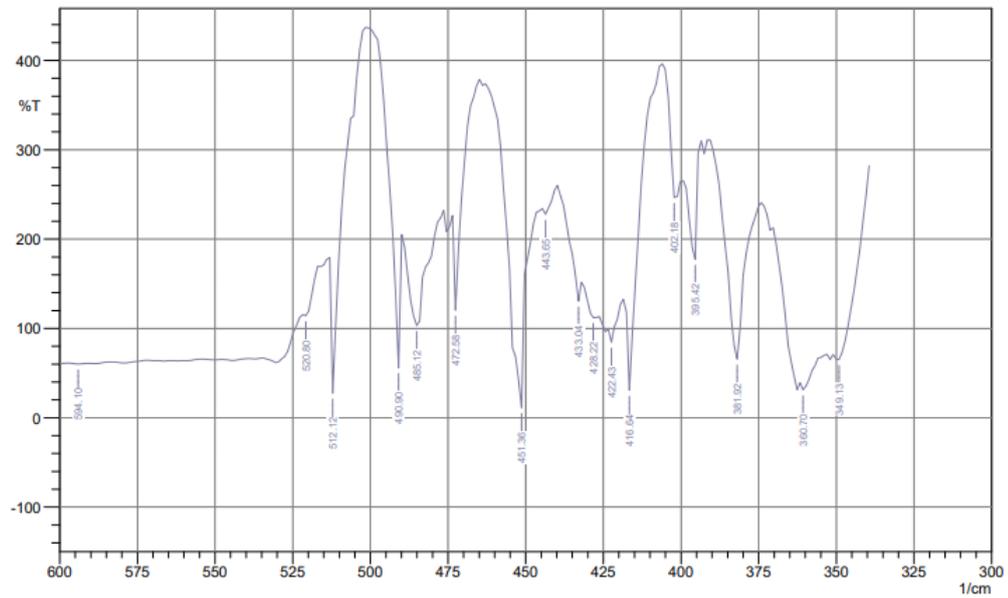
**Lampiran 14. Spektrum FTIR Senyawa Kompleks  $Zn^{2+}$** 

SHIMADZU



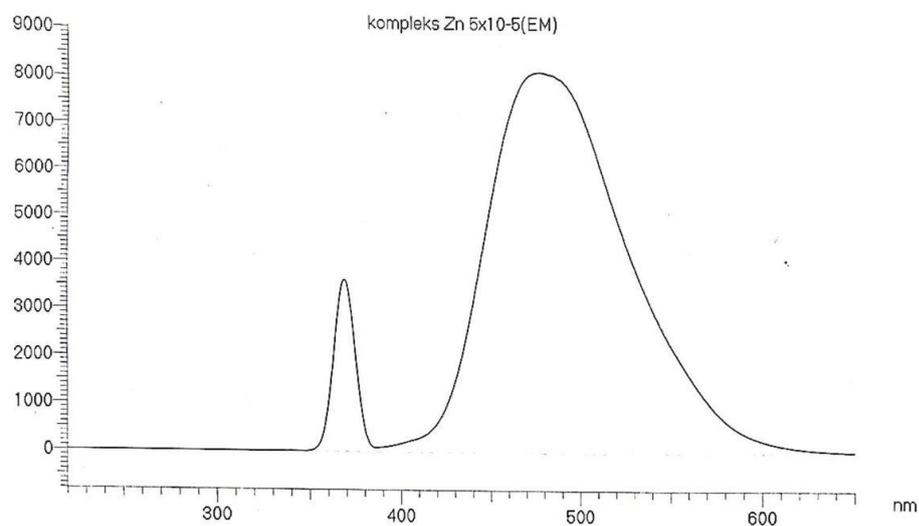
**Lampiran 15. Spektrum FTIR Ligan Turunan Pirazolin**

SHIMADZU



**Lampiran 16. Hasil Uji Spektrofluorometer Senyawa Kompleks  $Zn^{2+}$** 

Report date: 13:51:58, 03/31/2022



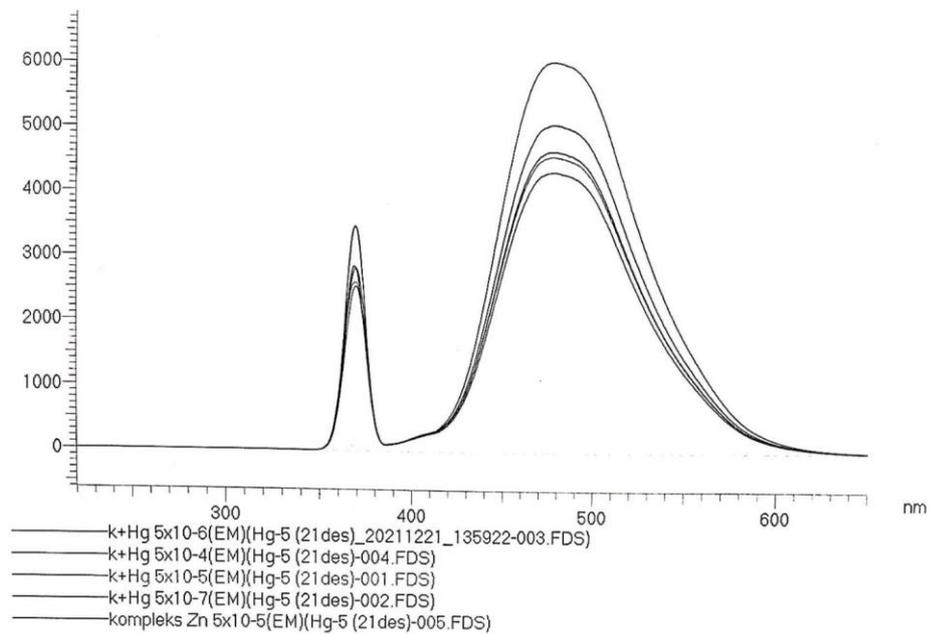
Sample: kompleks Zn 5x10<sup>-5</sup>(EM)  
File name: Cd-5 (21des)-005.FDS  
Run date: 13:29:12, 12/21/2021  
Operator: Spektrofluoro  
Comment:

Instrument  
Model: F-2700 FL Spectrophotometer  
Serial number: 2639-007  
ROM Version: 4J14000 06

Instrument parameters  
Measurement type: Wavelength scan  
Scan mode: Emission  
Data mode: Fluorescence  
EX WL: 365.0 nm  
EM Start WL: 220.0 nm  
EM End WL: 650.0 nm  
Scan speed: 1500 nm/min  
Delay: 0.0 s  
EX Slit: 10.0 nm  
EM Slit: 10.0 nm  
PMT Voltage: 400 V  
Response: 0.08 s  
Corrected spectra: Off

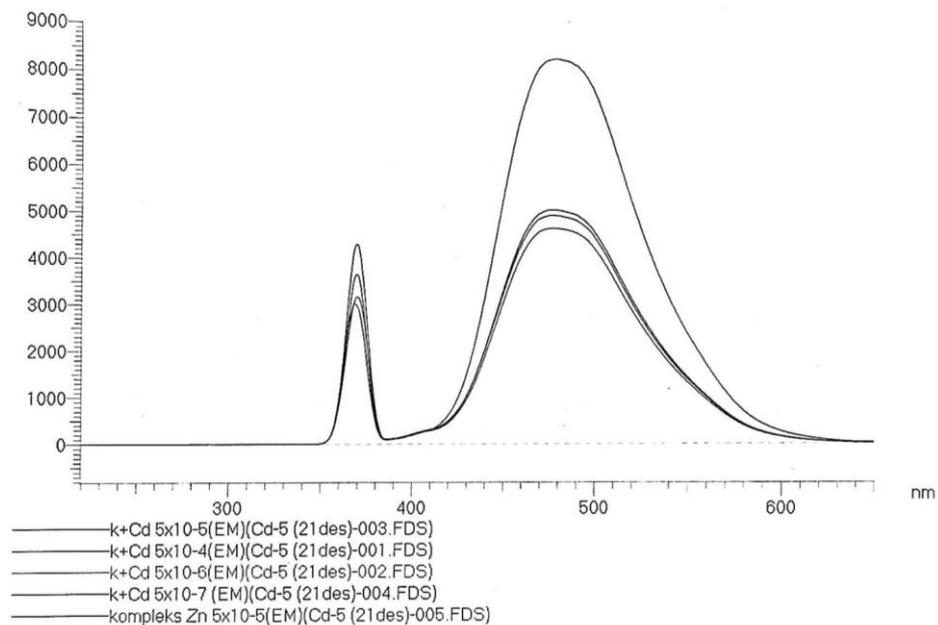
**Lampiran 17.** Hasil Uji Spektrofluorometer Senyawa Kompleks  $Zn^{2+}$  dengan Penambahan Ion Logam Berat  $Hg^{2+}$

Report date: 13:52:57, 03/31/2022



**Lampiran 18.** Hasil Uji Spektrofluorometer Senyawa Kompleks  $Zn^{2+}$  dengan Penambahan Ion Logam Berat  $Cd^{2+}$

Report date: 13:52:19, 03/31/2022



## Lampiran 19. Dokumentasi Penelitian

 <p>Padatan Kalkon</p>	 <p>Padatan Ligan Pirazolin</p>	 <p>Padatan Kompleks Zn<sup>2+</sup></p>
 <p>Larutan senyawa kompleks Zn<sup>2+</sup>, Logam Zn<sup>2+</sup> dan Ligan turunan pirazolin 5x10<sup>-5</sup> M</p>	 <p>Instrumen FTIR yang digunakan</p>	 <p>Melting point apparatus yang digunakan</p>
 <p>Instrumen Spektrofluorometer yang digunakan</p>	 <p>Larutan K.Zn + Hg<sup>2+</sup> dan K.Zn + Cd<sup>2+</sup> (5x10<sup>-4</sup> M- 5x10<sup>-7</sup> M)</p>	 <p>Instrumen Spektrofotometer UV-Vis yang digunakan</p>