

## FORMATION CONDITIONS OF CALCIUM AND MAGNESIUM METAL COMPLEXES WITH OXINE AS COMPLEXES

### KONDISI PEMBENTUKAN KOMPLEKS ION LOGAM KALSIUM DAN MAGNESIUM DENGAN OKSIN SEBAGAI PENGOMPLEKS

Patricia Helena<sup>1)</sup> Budhi Oktavia<sup>2\*)</sup>

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang  
Jln. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Padang, Indonesia Telp. 0751 7057420*

<sup>1</sup>patricia.helena23071996@gmail.com

<sup>2</sup>budhioktavia8@gmail.com

**Abstract** — 8-Hydroxyquinoline or oxine is a complexing agent which can form complexes with all metal ions in the nonpolar state. Because of the ability of oxine to form metal-oxinate complexes, it is difficult to perform qualitative and quantitative analysis if one sample contains many metal ions. The purpose of this study is to obtain the optimum conditions for the formation of compounds of Ca-Oxinic and Mg-Oxinic complexes. The reaction between  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Mg}^{2+}$  ions forms a yellow chelate complex. The results of the study showed that the Ca-Oxinic complex compound gave maximum absorbance at a wavelength of 450 nm. The optimum concentration of Ca-oxynat complex formation was 15 ppm with optimum pH of  $\text{Ca}^{2+}$  4 ion with stirring time for 20 minutes and achieving stability of complex formation in 45 minutes minutes. While the compound Mg-Oxinat complex provides maximum absorbance at a wavelength of 455 nm. The optimum concentration of the formation of Mg-oxinate complex was 20 ppm with the optimum pH of  $\text{Mg}^{2+}$  4 ions with stirring time for 20 minutes and achieved the stability of complex formation in 40 minutes minutes.

**Keywords:** Oxine, Ca-oxinate, Mg-oxinate.

#### 1. Pendahuluan

Kalsium merupakan logam putih perak yang agak lunak. Logam ini melebur pada  $845^{\circ}\text{C}$ . Kalsium menguraikan air dengan membentuk kalsium hidroksida dan hydrogen. Kalsium membentuk kation ( $\text{Ca}^{2+}$ ) dalam larutan-larutan air. Garam-garamnya biasanya berupa bubuk putih dan membentuk larutan yang tak berwarna kecuali bila anionnya berwarna [1].

Pada perairan yang diperuntukkan bagi air minum, kadar kalsium sebaiknya tidak lebih dari 75 mg/L. Kadar kalsium pada perairan tawar biasanya kurang dari 15 mg/liter, pada perairan yang berada sekitar batuan karbonat antara 30-100 mg/liter [2].

Magnesium (Mg) adalah logam alkali tanah yang cukup berlimpah pada perairan alami [3]. Bersama dengan kalsium, magnesium merupakan penyusun utama kesadahan. Garam-garam magnesium bersifat mudah larut dan cenderung bertahan sebagai larutan, meskipun garam-garam kalsium telah

mengalami presipitasi. Sumber utama magnesium di perairan adalah ferro magnesium dan magnesium karbonat yang terdapat dalam batuan [4]. Kadar magnesium pada perairan alami bervariasi antara 1-100 mg/liter. Kadar magnesium maksimum yang diperkenankan untuk kepentingan air minum adalah 50 mg/liter [5].

Salah satu reaksi pengompleksan adalah pembentukan senyawa kompleks khelat dengan pereaksi organik, yakni 8-hidroksikuinolin yang sering juga disebut dengan nama trivial oksin. Oksin adalah zat yang digunakan secara luas dalam bidang kimia analitik, anorganik dan organik sejak tahun 1960-an [6].

Oksin merupakan ligan yang dapat digunakan sebagai reagen dalam ekstraksi pelarut untuk berbagai macam ion logam, yang selektivitasnya dapat ditingkatkan dengan memilih daerah pH yang sesuai. Senyawa ini larut dalam pelarut organik mempunyai titik leleh  $74^{\circ}\text{C}$  sampai  $76^{\circ}\text{C}$  serta titik didih sekitar

267°C. Oksin membentuk sepi dengan logam-logam divalen dan trivalen yang mempunyai rumus umum  $M(C_9H_6ON)_2$  dan  $M(C_9H_6ON)_3$ . Oksinat dari logam yang bervalensi lebih tinggi dapat agak berbeda komposisinya yaitu  $Ce(C_9H_6ON)_4$ ,  $Th(C_9H_6ON)_4$ ,  $(C_9H_6ON)_4$ ,  $WO_2(C_9H_6ON)_2$ ,  $MoO_2(C_9H_6ON)_2$ ,  $U_3O_6(C_9H_6ON)_6$ ,  $(C_9H_6ON)$ . Oksin umumnya digunakan sebagai larutan 1 persen (0,07 M) dalam kloroform, tetapi konsentrasi-konsentrasi setinggi 10 persen menguntungkan dalam beberapa keadaan (misalnya untuk stronsium) [7].

Pada penelitian ini telah dilakukan penentuan kondisi kompleks logam kalsium dan magnesium dengan oksin sebagai pengompleks Metodologi

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu : Spektrometri Genesys 20 D, pH meter, magnetic stirrer, neraca analitik, peralatan gelas, labu ukur, botol semprot, batang pengaduk, pipet tetes, pipet volume dan botol reagen.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ,  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ,  $C_9H_6NOH$  (Oksin),  $C_2H_5OH$  (Etanol), KOH,  $HNO_3$ , dan aquades

### 2.2. Prosedur Kerja

#### 2.2.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Logam Oksinat

Sebanyak 3 mL larutan ion  $Ca^{2+}$  dan ion  $Mg^{2+}$  2,5 ppm dimasukkan ke dalam tabung reaksi ditambahkan 2 mL Oksin 0,1 M yang telah dilarutkan dengan etanol. Kompleks yang terbentuk langsung diukur dengan menggunakan Spektrometri 20 D pada panjang gelombang 400-500 nm

#### 2.2.2 Penentuan Waktu Pengadukan Optimum Kompleks Logam Oksinat

Sebanyak 3 ml ion  $Ca^{2+}$  dan ion  $Mg^{2+}$  2,5 ppm ditambahkan dengan oksin dalam etanol sebanyak 2 ml dan dimasukkan kedalam gelas kimia. Kemudian dilakukan pengadukan

dengan variasi waktu 5, 10, 15, 20, 25 dan 30 menit menggunakan magnetik stirrer. Kompleks yang terbentuk kemudian diukur menggunakan spektrometri 20 D pada panjang gelombang maksimum untuk  $Ca(II)$ -Oksinat dan  $Mg(II)$ -Oksinat.

#### 2.2.3 Penentuan pH Optimum pada Pembentukan Kompleks Logam Oksinat

Sebanyak 3 mL larutan ion  $Ca^{2+}$  dan ion  $Mg^{2+}$  2,5 ppm ( pH 1-8 ). Variasi pH dibuat dengan menambahkan KOH 1 M atau  $HNO_3$  1 M bertetes-tetes hingga diperoleh pH yang diinginkan. Kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi ditambahkan 10 mL Oksin dengan konsentrasi 0,1 M yang telah dilarutkan dengan etanol. Kompleks yang terbentuk langsung diukur serapan kompleksnya pada panjang gelombang maksimum masing-masing kompleks  $Ca(II)$  Oksinat dan  $Mg(II)$  Oksinat dengan menggunakan Spektrometri 20 D

#### 2.2.4 Penentuan Konsentrasi Ion Logam Optimum pada Pembentukan Kompleks Logam Oksinat

Sebanyak 3 mL larutan ion  $Ca^{2+}$  dan ion  $Mg^{2+}$  ( 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm ) dimasukkan ke dalam masing-masing tabung reaksi, masing-masing ditambahkan 2 mL Oksin dengan konsentrasi 0,1 M yang telah dilarutkan dengan etanol. Kompleks yang terbentuk langsung diukur serapan kompleks nya pada panjang gelombang maksimum masing-masing kompleks  $Ca(II)$  Oksinat dan  $Mg(II)$  Oksinat dengan menggunakan Spektrometri 20 D

#### 2.2.5 Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Logam Oksinat

Penentuan dilakukan dalam kondisi optimum yang diperoleh yaitu pada panjang gelombang maksimum, waktu pengadukan optimum, pH optimum, dan konsentrasi

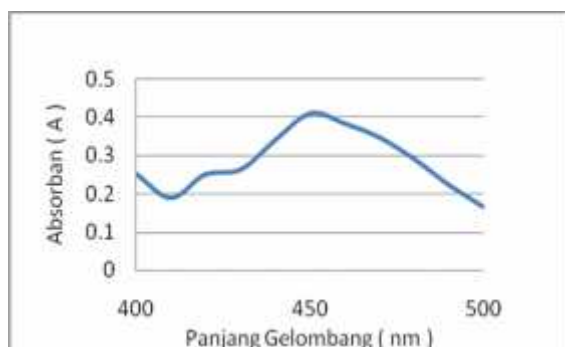
optimum ion logam. Setelah diperoleh sampel langsung diukur dengan Spektronik 20 D dengan variasi lama waktu 0 – 60 menit dengan rentang waktu pengukuran nilai absorban 5 menit sekali pada panjang gelombang maksimum untuk kompleks Ca(II)-Oksinat dan Mg(II)-Oksinat

### 3. Hasil dan Pembahasan

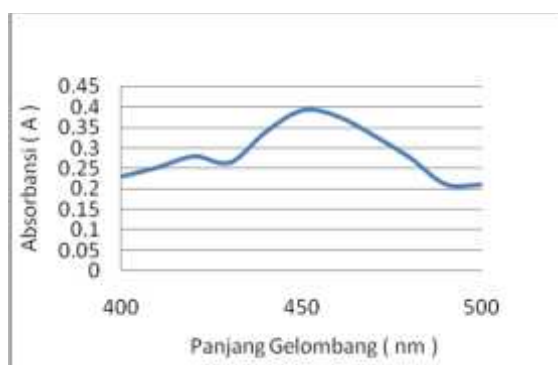
#### 3.1 Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Ca-Oksinat dan Mg-Oksinat dilakukan dengan kondisi sebagai berikut ; sebanyak 3 ml larutan Ca 2.5 ppm dimasukkan ke dalam tabung reaksi ditambahkan 2 ml oksin 0.1 M yang telah dilarutkan dengan etanol. Kompleks yang terbentuk berwarna kuning.

Kompleks yang terbentuk kemudian diukur dengan menggunakan Spektronik pada panjang gelombang 400-500 nm



Gambar 1. Kurva panjang gelombang kompleks Ca-oksinat.

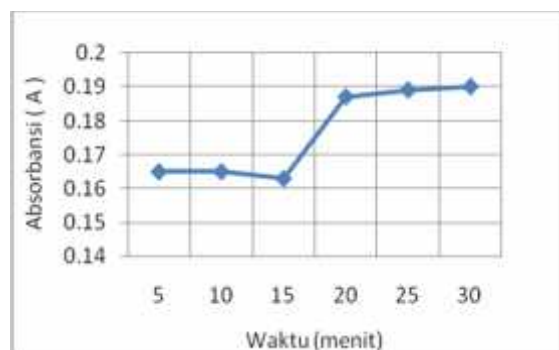


Gambar 2. Kurva panjang gelombang kompleks Mg-oksinat

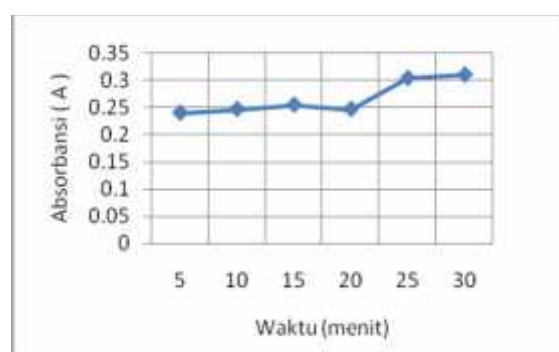
Berdasarkan data diketahui bahwa kompleks Ca-Oksinat memberikan panjang gelombang maksimum pada panjang gelombang 450 nm sedangkan untuk kompleks Mg-Oksinat memberikan panjang gelombang maksimum pada panjang gelombang 455 nm.

#### 3.2 Waktu Pengadukan Optimum Kompleks Logam Oksinat

Dari gambar 3 dan 4 dapat dilihat bahwa senyawa kompleks Ca-Oksinat dan Mg-Oksinat membentuk kompleks khelat konstan pada waktu pengadukan 20 menit untuk Ca-Oksinat dan 25 menit untuk Mg-oksinat. Kecilnya pengaruh variasi waktu pengadukan menandakan bahwa reaksi oksin dengan ion kalsium dan magnesium terjadi dengan cepat.



Gambar 3. Kurva hubungan antara variasi waktu pengadukan dengan nilai absorbansi senyawa kompleks Ca-Oksinat

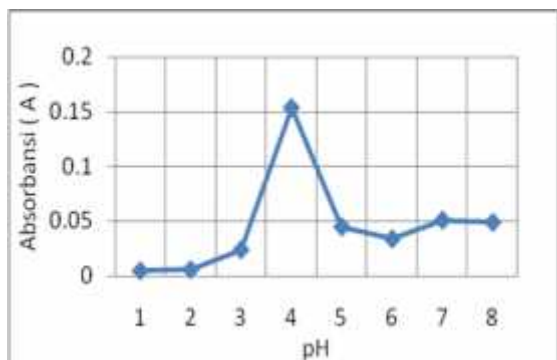


Gambar 4. Kurva hubungan antara variasi waktu pengadukan dengan nilai absorbansi senyawa kompleks Mg-Oksinat

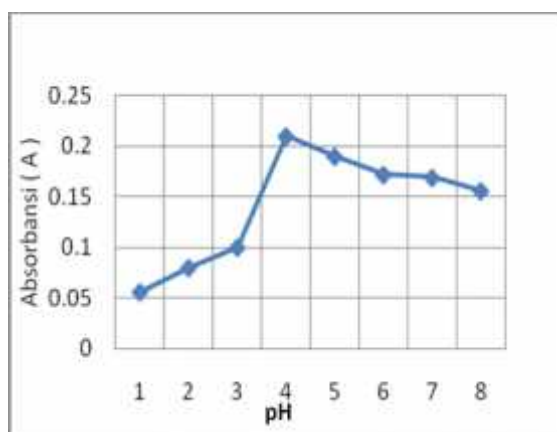
#### 3.3. pH Optimum Pembentukan Kompleks Logam Oksinat

Penentuan pH optimum pembentukan kompleks logam oksinat bertujuan untuk

mendapatkan pH yang cocok pada pembentukan senyawa kompleks.



Gambar 5. Kurva hubungan variasi pH dengan nilai absorbansi senyawa kompleks Ca-Oksinat

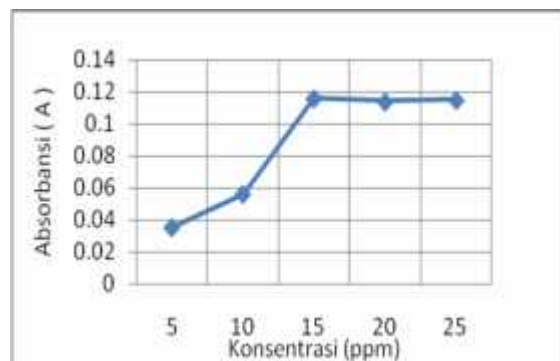


Gambar 6. Kurva hubungan variasi pH dengan nilai absorbansi senyawa kompleks Mg-Oksinat

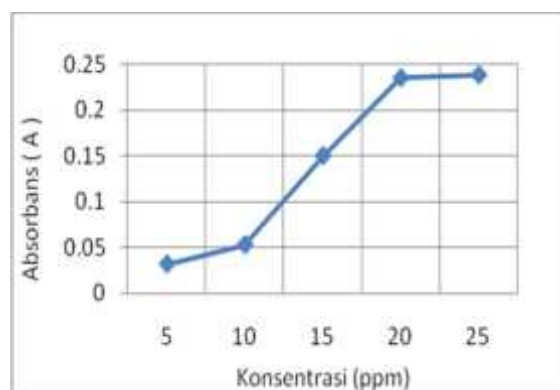
Pada gambar 5 dan 6 dapat dilihat pH optimum pembentukan kompleks Ca-Oksinat dan Mg-Oksinat terjadi pada pH 4 dengan nilai absorbansi 0.152 untuk Ca-Oksinat dan 0.21 untuk Mg-Oksinat.

### 3.4 Konsentrasi Optimum Pembentukan Kompleks Logam Oksinat

Penentuan konsentrasi optimum pembentukan kompleks logam oksinat bertujuan untuk mendapatkan konsentrasi ion logam yang tepat bereaksi dengan oksin.



Gambar 7. Kurva hubungan konsentrasi ion logam Ca terhadap nilai absorbansi senyawa kompleks Ca-Oksinat

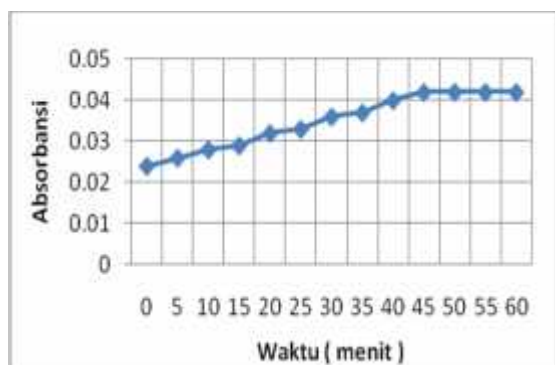


Gambar 8. Kurva hubungan konsentrasi ion logam Mg terhadap nilai absorbansi senyawa kompleks Mg-Oksinat.

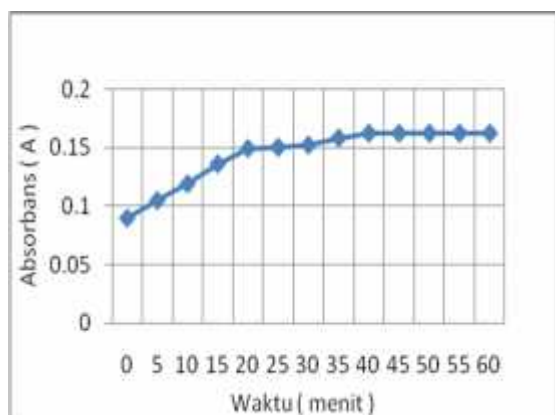
Berdasarkan gambar 7 dan 8 dapat dilihat nilai absorbansi meningkat dengan bertambahnya konsentrasi ion logam. Setelah mencapai optimum peningkatan konsentrasi ion logam hanya sedikit mempengaruhi nilai absorbansi. Dari data diatas konsentrasi optimum pembentukan kompleks logam oksinat terjadi pada konsentrasi 15 ppm untuk Ca-Oksinat dan 20 ppm untuk Mg-Oksinat.

### 3.5. Waktu Kestabilan Kompleks Logam Oksinat

Penentuan kestabilan kompleks logam oksinat bertujuan untuk menentukan selang waktu yang baik terbentuk nya kompleks yang stabil untuk dianalisis.



Gambar 9. Kurva hubungan variasi waktu pendiaman senyawa kompleks Ca-Oksinat dengan nilai absorbansi



Gambar 10. Kurva hubungan variasi waktu pendiaman senyawa kompleks Mg-Oksinat dengan nilai absorbansi

Dari Gambar 9 dapat dilihat bahwa nilai absorbansi pada waktu pendiaman senyawa kompleks Ca-Oksinat antara 0- 40 menit mengalami peningkatan. Pada selang waktu 45-60 menit terjadi serapan yang stabil sehingga pada waktu ke 45 menit merupakan waktu optimum kestabilan kompleks Ca-Oksinat yang baik untuk dianalisis.

Pada gambar 10 dapat dilihat bahwa nilai absorbansi pada waktu pendiaman senyawa kompleks Mg-Oksinat antara 0-35 menit mengalami peningkatan. Sedangkan pada selang waktu 40-60 menit terjadi serapan yang stabil sehingga 40 menit merupakan waktu optimum kestabilan kompleks Mg-Oksinat.

#### 4. Kesimpulan

- 1) Panjang gelombang maksimum kompleks Ca-Oksinat adalah 450 nm

dan 455 nm untuk kompleks Mg-Oksinat

- 2) Kondisi optimum pembentukan kompleks Ca-Oksinat terjadi pada pH 4 dengan waktu pengadukan 20 menit dengan konsentrasi 15 ppm dan waktu kestabilan kompleks 45 menit.
- 3) Kondisi optimum pembentukan kompleks Mg-Oksinat terjadi pada pH 4 dengan waktu pengadukan 25 menit dengan konsentrasi 20 ppm dan waktu kestabilan kompleks 40 menit.

#### Referensi

1. Morii, H., Matsumoto, K. I., Endo, G., Kimura, M., & Takaishi, Y. 2007. Magnesium and calcium in drinking water. *New Perspectives in Magnesium Research: Nutrition and Health*, 11–18.
2. Kravchenko, O. V., Sevastyanova, L. G., Genchel, V. K., & Bulychev, B. M. 2015. Hydrogen generation from magnesium oxidation by water in presence of halides of transition and non-transition metals. *International Journal of Hydrogen Energy*, 40(36), 12072–12077.
3. Qin, T., Zhang, P., & Qin, W. 2017. A novel method to synthesize low-cost magnesium fluoride spheres from seawater. *Ceramics International*, 43(16), 14481–14483.
4. Tiwow, V. M. A., Hafid, I. W., & Supriadi. 2016. Analysis of Calcium ( Ca ) and Phosphorus ( P ) in Waste of Scales and Fins of Mujair Fish ( *Oreochromis*. *Jurnal Akademika Kimia*, 5(4), 159–165.
5. Wang, P. 1997. Recent Applications of High-Performance Liquid Chromatography The Analysis Of Metal Complexes. *Juornal Of Chromatography A*. Vol. 789. Halaman 437-451.
6. Stary, J., 1963, Systematic study of the solvent extraction of metal oxinates, *Anal. Chim Acta*, Vol 28, 132-149.
7. Vogel, A.I. 1990. *Kimia Analisis Kualitatif Anorganik*. Edisi Kelima. Bagian I. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.