

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA OKSOTRINUKLIR**  
 **$[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3)\cdot n\text{H}_2\text{O}$**

Aldes Lesbani, Rifsidian Mohadi  
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya  
e-mail: aldeslesbani@yahoo.com

**ABSTRAK**

Senyawa oksotrinuklir telah disintesis menggunakan kromium nitrat dan asam benzoat dalam etanol pada temperatur 80 °C selama 1 jam. Kristal senyawa oksotrinuklir hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR, <sup>1</sup>H NMR padat, X-Ray Difraktometer, TGA, dan MS dengan teknik ionisasi dingin. Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa oksotrinuklir mempunyai vibrasi yang khas pada bilangan gelombang 671 cm<sup>-1</sup> (ν Cr<sub>3</sub>-O). Identifikasi dengan spektrometer massa dalam asetonitril sebagai pelarut menunjukkan fragmentasi pada *m/z*: 1021.83 [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(MeCN)<sub>3</sub>]<sup>+</sup>, 998,80 [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(MeCN)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)]<sup>+</sup>, 980,79 [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(MeCN)<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 939,73 [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(MeCN)]<sup>+</sup>. Puncak yang lebar dan besar pada spektrum <sup>1</sup>H NMR menunjukkan bahwa kromium yang bersifat paramagnetic di dalam senyawa. Pola XRD menunjukkan bahwa senyawa oksotrinuklir adalah kristalin dan hasil termogravimetri menunjukkan senyawa oksotrinuklir stabil sampai suhu 174 °C dan mempunyai 5 mol air kristal. Dari hasil karakterisasi FTIR, <sup>1</sup>H NMR, XRD, TGA, dan MS dapat disimpulkan bahwa senyawa yang terbentuk adalah [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>](NO<sub>3</sub>)·5H<sub>2</sub>O.

Kata Kunci: senyawa oksotrinuklir, kromium, benzoate

**SYNTHESIS AND CHARACTERISATION OF OXOTRINUCLEAR COMPOUND**  
 **$[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3)\cdot n\text{H}_2\text{O}$**

**ABSTRACT**

Oxotrinuclear compound was synthesized using chromium nitrate and benzoic acid in ethanol at 80 °C for 1 h. The crystal of oxotrinuclear compound was characterized using FT-IR spectroscopy, cold spray ionization mass spectroscopy, <sup>1</sup>H NMR solid, X-Ray Difractometer and thermogravimetry analysis. The results showed that the the oxotrinuclear compound has specific vibration for at wavenumber 671 cm<sup>-1</sup> (ν Cr<sub>3</sub>-O). Identification of oxotrinuclear compound using cold spray ionization mass spectrometer in acetonitrile as a solvent showed fragmentation at *m/z*: 1021.83 [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(MeCN)<sub>3</sub>]<sup>+</sup>, 998.80 [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(MeCN)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)]<sup>+</sup>, 980.79 [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(MeCN)<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 939.73 [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(MeCN)]<sup>+</sup>. The broad and large peak in <sup>1</sup>H NMR spectrum indicated of paramagnetic properties of chromium in the oxotrinuclear compound. XRD pattern showed that it is a crystalline compound. Thermal analysis showed that oxotrinuclear compound is stable until 174 °C and has 5 mol water of crystallization. From characterization by FTIR, <sup>1</sup>H NMR, XRD, TGA, and MS can be concluded that the compound formed is [Cr<sub>3</sub>O(OOC C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>](NO<sub>3</sub>)·5H<sub>2</sub>O.

Keywords: oxotrinuclear compound, chromium, benzoic

## PENDAHULUAN

Pengembangan material baru berbasis gabungan senyawa organik dan anorganik terus menjadi topik penelitian yang menarik untuk diteliti disebabkan sifat-sifat yang khas yang dimilikinya seperti sifat magnet, sifat sensor, sifat *luminescence* ataupun sifat fisik lainnya (Lesbani, 2008). Material gabungan ini dapat berupa senyawa-senyawa hibrid maupun senyawa-senyawa organologam. Salah satu senyawa yang terus dipelajari sifat dan kegunaannya bagi kepentingan hidup manusia adalah senyawa oksotrinuklir. Senyawa oksotrinuklir merupakan senyawa yang tersusun atas ikatan antara tiga atom logam dengan oksigen-oksigen sehingga dikenal dengan istilah senyawa okso (Gavrilenko, *et al*, 2004). Senyawa ini terkenal dengan rumus umum  $[M_3(\mu_3-O)(O_2(CR_6)L_3)]^+$  dimana M = atom logam yang biasanya logam-logam blok d, R = alkil atau aril, L = ligan). Senyawa-senyawa oksotrinuklir banyak dimanfaatkan sebagai material magnet dan sebagai sensor karena sifat elektrokimia dari senyawa ini yang karakteristik (An, *et al*, 1999) maupun sebagai katalis dalam reaksi-reaksi organik (Sumner and Steinmetz, 1985). Sifat lain yang menonjol dari senyawa ini adalah pemanfaatannya sebagai material *luminescence* dan sebagai *building block* untuk supramolekul (Lesbani, *et al*, 2008).

Senyawa oksotrinuklir yang biasa dijumpai adalah logam-logam kromium, besi, mangan, ruthenium, rodium, iridium, kobalt dan vanadium (Castro, *et al*, 1996) dengan berbagai kombinasi R dan L yang ada. Ada pula senyawa oksotrinuklir yang memiliki campuran valensi logam misalnya campuran ruthenium, rodium dan iridium (Belyaev and Simanova, 2004).

Pada penelitian ini dilaporkan sintesis senyawa oksotrinuklir  $[Cr_3O(OOCC_6H_5)_6(H_2O)_3](NO_3) \cdot nH_2O$  dan

karakterisasinya secara spektroskopi, difraksi, dan studi stabilitas termal. Senyawa oksotrinuklir dengan atom kromium seperti  $[Cr_3O(OOCR)_6(L)_3]^+$  telah banyak dilaporkan dengan R = asetat (CH<sub>3</sub>) (Fouda and Rempel, 1979), propionat (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>) (Fujihara *et al*, 1998) dengan variasi L yang pada umumnya air atau piridin. Senyawa oksotrinuklir  $[Cr_3O(OOCC_6H_5)_6(L)_3]^+$  dimana L adalah piridin telah disintesis dan dikarakterisasi oleh Harton, *et al* (1994) dan Vlachos, *et al* (2004) dimana L adalah piridin atau metanol dan anionnya adalah klorat atau metanol-nitrat sehingga penelitian ini akan memodifikasi L dengan air dan nitrat sebagai anion. Prosedur sintesis dalam rangka mengganti ligan piridin dan metanol dengan air dimodifikasi dari prosedur yang dilakukan oleh Harton, *et al* (1994) dan Vlachos, *et al* (2004).

## METODOLOGI PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang dipergunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan gelas seperti beker gelas ukuran 250 mL, gelas ukur 100 mL, spatula kaca, corong, pengaduk magnetik, *hotplate*, dan pompa vakum. Untuk proses karakterisasi digunakan spektrofotometer FT-IR Jasco, spektrometer massa Perkin Elmer TurboMass, spektrometer NMR Bruker <sup>1</sup>H *Magic Angle Spinning* 121 MHz, difraktometer XRD Rigaku Corp dan TG-DTA Thermo Plus, Rigaku.

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini meliputi kromium nitrat, asam benzoat, etanol, metanol, dan akuades. Bahan-bahan kimia tersebut dibeli langsung dari *supplier* dan dipergunakan langsung tanpa proses pemurnian lebih lanjut buatan Merck dan Aldrich.

### Sintesis Senyawa Oksotrinuklir [Cr<sub>3</sub>O(OOCC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>](NO<sub>3</sub>)<sub>n</sub>H<sub>2</sub>O

Sintesis senyawa oksotrinuklir [Cr<sub>3</sub>O(OOCC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>](NO<sub>3</sub>)<sub>n</sub>H<sub>2</sub>O dilakukan atas prosedur Harton, *et al* (1994) dan Vlachos, *et al* (2004) dengan sedikit modifikasi. Sebanyak 8 g Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O (0.02 mol) dan 9,04 g asam benzoat (0,04 mol) dilarutkan dalam 10 mL etanol dan campuran dipanaskan pada temperatur 80 °C sambil diaduk dengan pengaduk magnetik. Campuran diaduk terus selama 1 jam untuk diperoleh kristal berwarna hijau. Kristal hijau yang diperoleh disaring dan dicuci dengan akuades lalu dikeringkan dengan cara divakum selama 24 jam. Kristal hijau hasil pengeringan dengan vakum di rekristalisasi dengan metanol untuk menghasilkan kristal hijau yang siap dikarakterisasi.

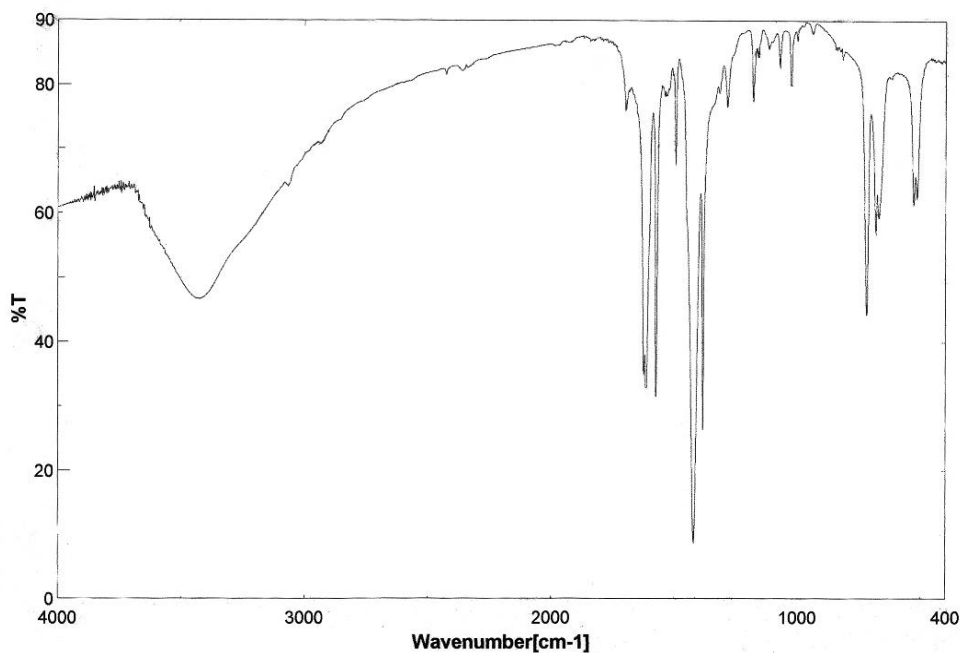
### Karakterisasi Senyawa Oksotrinuklir

Senyawa oksotrinuklir hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FT-IR dengan metoda pelet KBr dan dianalisis dalam rentang bilangan gelombang 400-4000 cm<sup>-1</sup>. Pengukuran menggunakan spektrometer massa dilakukan dengan metoda ionisasi dingin menggunakan nitrogen cair dan sampel senyawa oksotrinuklir dilarutkan dalam asetonitril. Pengukuran <sup>1</sup>H NMR padat dilakukan dengan metoda MAS (*magic angle spinning*) dengan tabung zirkonia sebagai tempat sampel. Pengukuran menggunakan difraksi sinar X melalui teknik *powder* dimana sampel senyawa oksotrinuklir digerus secara halus lalu dianalisis dengan XRD pada kecepatan *scanning* 1°/menit. Analisis termogravimetri dilakukan dengan menggunakan senyawa α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebagai standar dengan nitrogen sebagai gas inert.

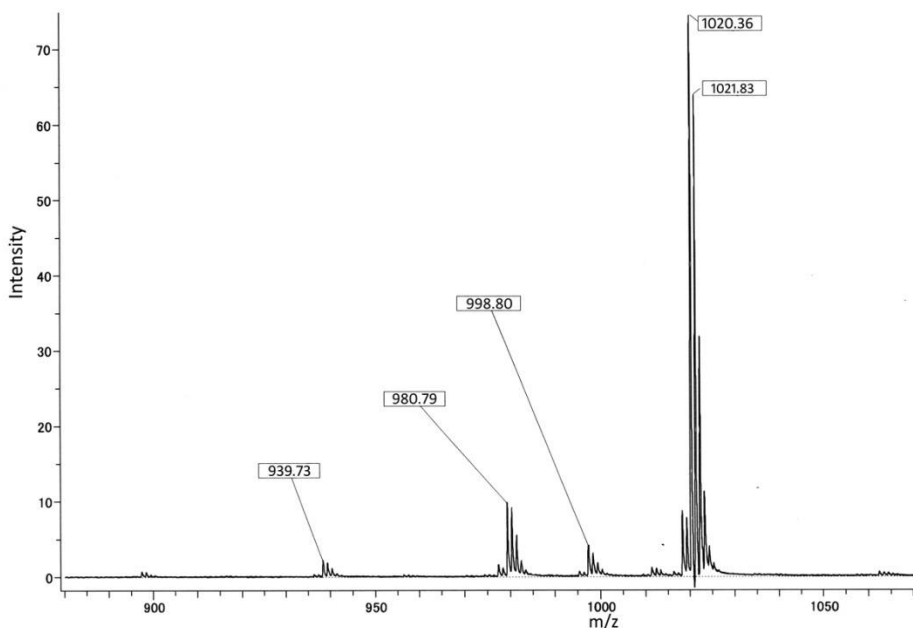
### HASIL DAN PEMBAHASAN

Senyawa oksotrinuklir disintesis dengan mudah pada kondisi udara terbuka tanpa bantuan gas inert seperti yang dilakukan oleh kebanyakan sintesis senyawa-senyawa organologam (Szafran *et al*, 1991). Senyawa oksotrinuklir yang terbentuk berwarna hijau dengan rendemen yang diperoleh sebesar 16%. Walaupun rendemen yang terbentuk kecil, akan tetapi proses pengerjaan dengan modifikasi prosedur Vlachos, *et al* (2004) memberikan peluang terhadap proses sintesis senyawa oksotrinuklir yang sederhana dan mudah dilakukan. Senyawa hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FT-IR untuk mengetahui keberadaan gugus μ-3 kromium-oksigen yang khas pada senyawa oksotrinuklir simetris (Ohto *et al*, 1995). Spektra FT-IR senyawa oksotrinuklir hasil sintesis disajikan pada Gambar 1.

Keberadaan gugus benzoat teridentifikasi pada bilangan gelombang 1614-1623 cm<sup>-1</sup> yang merupakan ciri khas senyawa aromatik. Senyawa nitrat yang merupakan *counterion* teridentifikasi pada bilangan gelombang 683 cm<sup>-1</sup>. Ciri khas senyawa oksotrinuklir yang simetris ditandai oleh adanya gugus μ-3 kromium-oksigen yang muncul pada bilangan gelombang 671 cm<sup>-1</sup> (Johnson, *et al*, 1981). Selanjutnya senyawa oksotrinuklir hasil sintesis diidentifikasi lebih lanjut menggunakan spektrometer massa dimana sampel senyawa oksotrinuklir dilarutkan terlebih dahulu dengan asetonitril (Bergen *et al*, 1993). Pola fragmentasi spektrum massa senyawa oksotrinuklir hasil sintesis disajikan pada Gambar 2.



Gambar 1. Spektra FT-IR senyawa oksotrinuklir hasil sintesis



Gambar 2. Spektrum massa senyawa oksotrinuklir hasil sintesis

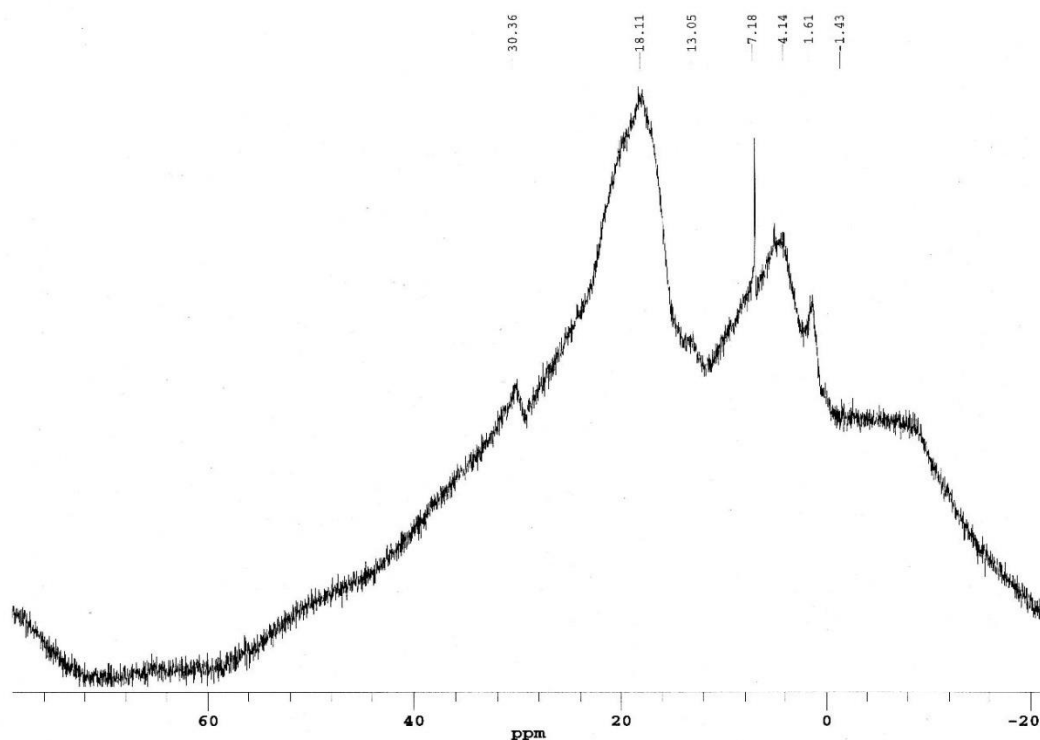
Pada Gambar 2 terlihat bahwa adanya empat puncak fragmentasi molekul pada senyawa oksotrinuklir hasil sintesis yakni pada  $m/z$  1021,83; 998,80; 980,79; dan 939,73. Ke empat fragmentasi tersebut teridentifikasi sebagai  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{MeCN})_3]^+$  pada  $m/z$  1021,83,  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6$

$(\text{MeCN})_2(\text{H}_2\text{O})]^+$  pada  $m/z$  998,80,  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{MeCN})_2]^+$  pada  $m/z$  980,79, dan  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{MeCN})]^+$  pada  $m/z$  939,73. Senyawa nitrat yang merupakan *counterion* tidak teridentifikasi pada pengukuran ini. Senyawa air yang bertindak sebagai ligan yang terikat pada tiga atom kromium

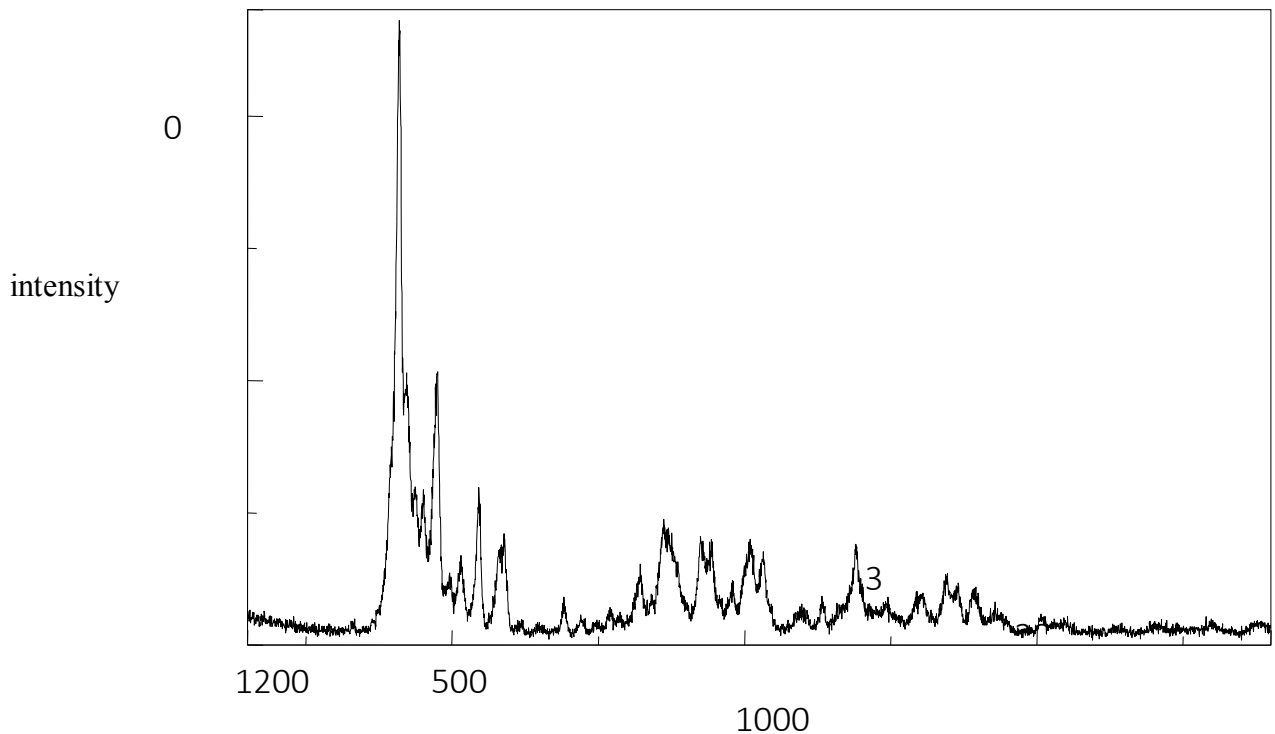
pada pengukuran dengan spektrometer massa tergantung oleh asetonitril sebagai pelarut senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3)$  sehingga menghasilkan puncak tertinggi pada  $m/z$  1021,83 yakni puncak dari  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{MeCN})_3]^+$ . Dari data hasil pengukuran dengan spektrometer massa ini terlihat bahwa senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3)_n\text{H}_2\text{O}$  berhasil disintesis. Untuk selanjutnya karakterisasi dilakukan untuk melihat sifat-sifat senyawa oksotrinuklir baik sifat fisik maupun sifat kimia. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrometer  $^1\text{H}$  NMR, difraktometer XRD, dan pengukuran stabilitas senyawa oksotrinuklir menggunakan analisis termogravimetri. Spektra  $^1\text{H}$  NMR senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3)_n\text{H}_2\text{O}$  tersaji pada Gambar 3.

Pada spektra  $^1\text{H}$  NMR senyawa oksotrinuklir seperti yang tersaji diatas terlihat bahwa terjadi pelebaran spektra

dimulai dari pergeseran kimia -20 ppm hingga 60 ppm. Pelebaran spektra  $^1\text{H}$  NMR ini dimungkinkan karena senyawa oksotrinuklir yang disintesis dalam penelitian ini mengandung atom kromium sebagai atom pusat dari senyawa organologam yang terbentuk. Atom kromium yang memiliki konfigurasi elektron terluar  $3d^54s^1$  dimungkinkan memiliki sifat paramagnetik (Shriver and Atkins, 2006). Apabila sifat paramagnetik muncul dalam senyawa organologam atau senyawa kompleks yang di sintesis, maka pengukuran menggunakan spektroskopi NMR akan memberikan puncak yang melebar yang disebabkan sifat tersebut (Belmore *et al.*, 1994). Selanjutnya dilakukan pengukuran menggunakan difraktometer XRD terhadap senyawa oksotrinuklir hasil sintesis. Pola XRD senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3)_n\text{H}_2\text{O}$  tersaji pada Gambar 4.



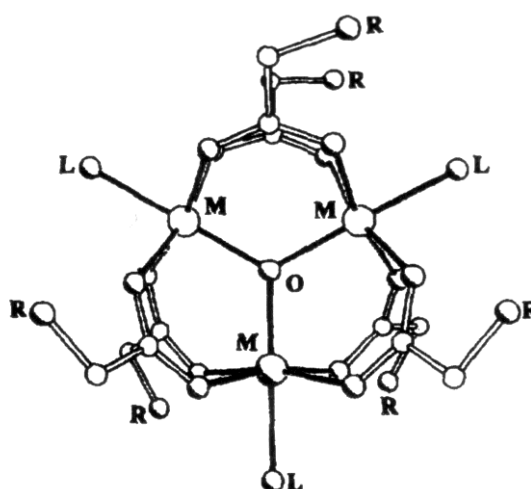
**Gambar 3.** Spektra  $^1\text{H}$  NMR (MAS) senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3)_n\text{H}_2\text{O}$



**Gambar 4.** Pola XRD senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3) \cdot n\text{H}_2\text{O}$

Pola XRD senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOC}\text{C}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3) \cdot n\text{H}_2\text{O}$  seperti yang tersaji pada Gambar 4 terlihat bahwa adanya puncak-puncak difraksi pada  $2\theta$  dibawah 10. Puncak-puncak difraksi  $2\theta$  dibawah 10 tersebut menunjukkan bahwa senyawa

oksotrinuklir hasil sintesis memiliki kristalinitas yang tinggi. Hal ini sesuai dengan studi difraksi sinar X kristal tunggal terhadap senyawa oksotrinuklir simetris  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{O}_2\text{CPh})_6(\text{py})_3]\text{ClO}_4$  (Harton, *et al*, 1994) sesuai dengan Gambar 5.

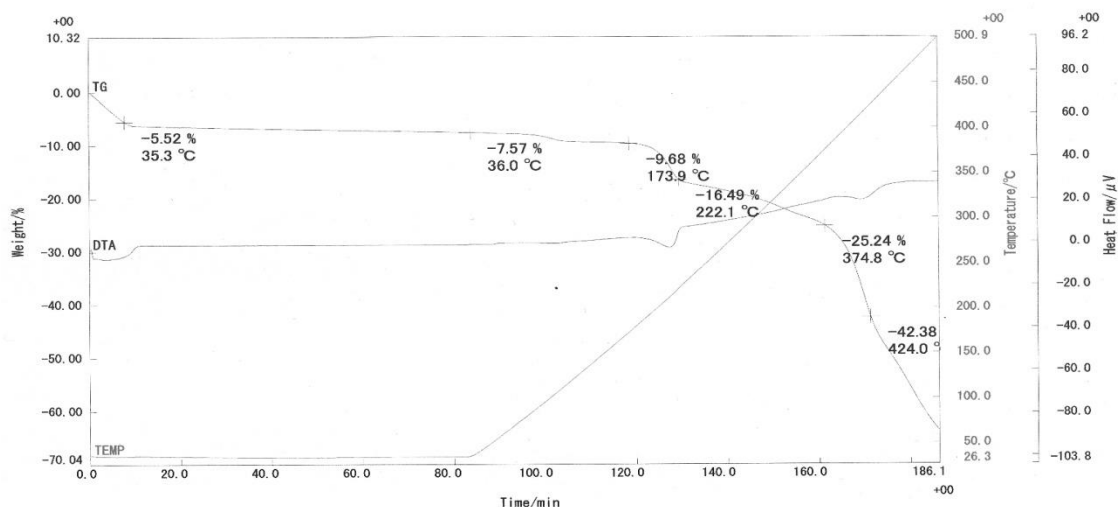


**Gambar 5.** Struktur senyawa oksotrinuklir simetris dengan M = atom pusat, L = ligan.

Stabilitas senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3) \cdot n\text{H}_2\text{O}$  dapat diketahui melalui pengukuran menggunakan termogravimetri. Senyawa organologam mengandung gugus organik yang tidak tahan terhadap temperatur tinggi yang menyebabkannya berbeda dengan senyawa-senyawa anorganik. Hal ini yang menyebabkan perlunya pengukuran stabilitas termal senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3) \cdot n\text{H}_2\text{O}$  menggunakan termogravimetri. Pola termogravimetri hasil pengukuran terhadap senyawa oksotrinuklir hasil sintesis disajikan pada Gambar 6.

Pada pola termogravimetri senyawa oksotrinuklir hasil sintesis seperti yang tersaji pada Gambar 6 terlihat bahwa pada tahap awal pengukuran pada temperatur  $35^\circ\text{C}$  terjadi pengurangan berat sampel akibat pemanasan sebesar 5,52%. Perpanjangan waktu hingga 85 menit pada temperatur  $36^\circ\text{C}$  dengan kenaikan temperatur yang lambat menyebabkan pengurangan sampel sebesar 7,57%. Senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3) \cdot n\text{H}_2\text{O}$  mengalami dekomposisi ditandai dengan pola termogravimetri

yang mulai menurun pada suhu  $174^\circ\text{C}$  dengan kehilangan berat akibat dekomposisi sampel senyawa oksotrinuklir sebanyak 10%. Pada keadaan ini jumlah air kristal dapat dihitung dari persentase sampel yang hilang terdekomposisi dengan asumsi berat molekul air yakni 18 g/mol. Hasil perhitungan menghasilkan nilai air kristal dari senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3) \cdot n\text{H}_2\text{O}$  yakni sebesar 5 mol sehingga senyawa oksotrinuklir hasil sintesis memiliki rumus molekul  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3) \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . Pada kenaikan temperatur hingga  $400^\circ\text{C}$  maka jumlah sampel yang terdekomposisi mendekati setengah dari jumlah sampel sehingga sesuai dengan asumsi bahwa senyawa organologam memiliki stabilitas termal yang tidak tinggi bila dibandingkan dengan senyawa-senyawa anorganik pada umumnya (Weller, 2002). Dari data karakterisasi yang telah dilakukan dapat dinyatakan bahwa senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3) \cdot n\text{H}_2\text{O}$  telah berhasil disintesis dengan mudah dan memiliki stabilitas termal hingga  $174^\circ\text{C}$ .



**Gambar 6.** Pola termogravimetri senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3) \cdot n\text{H}_2\text{O}$

## KESIMPULAN

Senyawa oksotrinuklir  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3)\cdot n\text{H}_2\text{O}$  dapat disintesis dari senyawa okso dengan atom kromium  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOCR})_6(\text{L})_3]^+$  dengan rendemen yang dihasilkan sebesar 16%. Hasil karakterisasi terhadap senyawa oksotrinuklir hasil sintesis menggunakan spektrofotometer FTIR menunjukkan vibrasi Cr<sub>3</sub>-O pada 671 cm<sup>-1</sup>. Data <sup>1</sup>H NMR padat dan MS menghasilkan fragmentasi molekul pada *m/z* 1021,83  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{MeCN})_3]^+$ , sifat paramagnetic. Sifat kristalinitas yang tinggi padatan hasil sintesis terlihat dengan difraksi 2θ yang tajam pada sudut difraksi dibawah 10 X-Ray Difraktometer. TGA menunjukkan senyawa ini stabil hingga suhu 174 °C dengan 5 mol air Kristal sehingga struktur senyawa oksotrinuklir hasil sintesis yang diperoleh adalah  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_6\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3](\text{NO}_3)\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

## UCAPAN TERIMA KASIH

Disampaikan kepada Prof. N. Mizuno, The University of Tokyo atas pemakaian peralatan analisis untuk karakterisasi senyawa oksotrinuklir.

## DAFTAR PUSTAKA

- An. J, Chen.Z.D, Bian. J, Jin. X.L, Wang.S.X, Xu. G.X, 1999, Synthesis Crystal Structures and Magnetic Properties of Trinuclear Oxo-Centered Manganese Complexes of the General Formula  $[\text{Mn}_3\text{O}(\text{O}_2\text{CR})_6\text{L}_3]^{z+}$  (R=Me, Et, Ph, CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>; L = 3-methylpyridine or water Z = 1,0), *Inorganica Chimica Acta*, 287, 82-88.
- Belmore. K, Madison. X.J, Harton. A, Vincent. J.B, 1994, Carbon-13 NMR Studies of Oxo-Centered Trinuclear Chromium(III) Complexes of the General Formula  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{O}_2\text{CR})_6(\text{L})_3]^+$  (R= Me, Ph; L = H<sub>2</sub>O, py), *Spectrochimica Acta*, 50A, 2365-2370.
- Belyaev.A.N, Simanova. S.A, 2004, Ru, Rh, and Ir Trinuclear Mixed-Valence Oxygen-Bridged Carboxylate Complexes, *Russian Journal of Coordination Chemistry*, 30, 184-193.
- Bergen. A.V.D, Colton. R, Percy. M, West. B.O, 1993, Electrospray Mass Spectrometric Study of  $[\text{M}_3\text{O}(\text{RCOO})_6\text{L}_3]^+$  Cations (M= Cr, Fe; L = H<sub>2</sub>O. MeOH, py), *Inorganic Chemistry*, 32, 3408-3411.
- Castro. S.L, Streib.W.E, Sun. J.S, Christou. G, 1996, Structural, Spectroscopic, and Magnetochemical Characterization of the Trinuclear Vanadium (III) Carboxylates  $[\text{V}_3\text{O}(\text{O}_2\text{CR})_6\text{L}_3](\text{ClO}_4)$  (R= Various groups; L= Pyridine, 4-Picoline, 3,5-Lutidine), *Inorganic Chemistry*, 35, 4462-4468.
- Fouda.S.A, Rempel. G.L, 1979, μ<sub>3</sub>-Oxo-Triruthenium Acetat Cluster Complexes as Catalysts for Olefin Hydrogenation, *Inorganic Chemistry*, 18, 1-8.



- Fujihara. T, Aonahata. J, Kumakura. S, Nagasawa. A, Murakami. K, Ito. T, 1998, Kinetic Study on the Substitution of Dimethylacetamide for The Terminal Aqua Ligands in the Trinuclear Chromium(III) Complexes  $[\text{Cr}_3(\mu_3\text{-O})(\mu\text{-RCO}_2)_6(\text{H}_2\text{O})_3]^+$  ( R= H, CH<sub>3</sub>, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>, CH<sub>2</sub>Cl, CHCl<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>OCH<sub>2</sub>, (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C, CH<sub>2</sub>ClCH<sub>2</sub>, (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>)CH). Elucidation of the Mechanism From the Activation Volumes and the Substituent Effects of Bridging Carboxylate Ligands, *Inorganic Chemistry*, 37, 3779-3784.
- Gavrilenko.K.S, Addison.A, Thompson. L, Pavlishchuk. V.V, 2004, Magnetic Characteristic of Trinuclear Complexes  $[\text{M}_3\text{O}(\text{CH}_3\text{COO})_6(\text{pz})_3]^+$  (M = Fe, Cr; pz = pyrazine), *Theoretical and Experimental Chemistry*, 40, 214-216.
- Harton.A, Nagi.M.K, Glass.M.M, Junk.P.C, Atwood. J.L, Vincent. J.B, 1994, Synthesis and Characterization of Symmetric and unsymmetric Oxo-Bridged Trinuclear Chromium Benzoate Complexes: Crystal and Molecular Structure of  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{O}_2\text{CPh})_6(\text{py})_3]\text{ClO}_4$ , *Inorganica Chimica Acta*, 217, 171-174.
- Johnson. M.K, Powell. D. B, Cannon. R.D, 1981, Vibrational Spectra of Carboxylato Complexes-III. Trinuclear 'basic' Acetates and Formates of Chromium(III), Iron (III) and Other Transition Metals, *Spectrochimica Acta*, 37A, 995-1006.
- Lesbani, A, 2008, *Syntheses of Ionic Crystals of Polyoxometalate-Organometallic Complex and Sorption Properties*, Ph.D Dissertation, The University of Tokyo.
- Lesbani.A, Kawamoto. R, Uchida. S, Mizuno. N, 2008, Control of Structures and Sorption Properties of Ionic Crystals of  $\text{A}_2[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OCC}_2\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3]_2[\alpha\text{SiW}_{12}\text{O}_{40}]$  ( A = Na, K, Rb, NH<sub>4</sub>, Cs, TMA), *Inorganic Chemistry*, 47, 3349-3357.
- Ohto.A, Yamamoto.A.T, Abe. M, Ito. T, Sasaki. Y, Umakoshi. K, Cannon. R.D, 1995, Structure and Vibrational Spectra of Trinuclear Metal Cluster Complexes, A Question of Symmetry, *Chemistry Letters*, 97-98.
- Shriver and Atkins, 2006, *Inorganic Chemistry*, 4<sup>th</sup> Edition, Oxford University Press, Oxford.
- Sumner Jr. C.E, Steinmetz. G.R, 1985, Isolation of Oxo-Centered Cobalt(III) Clusters and Their Role in The Cobalt Bromide Catalyzed Autoxidation of Aromatic Hydrocarbons, *Journal of American Chemical Society*, 107, 6124-6126.
- Szafran. Z, Pike R.M, Singh. M. M, 1991, *Microscale Inorganic Chemistry*, John Willey and Sons, New York.
- Vlachos.A, Psycharis. V, Raptopoulou. C.P, Lalioti. N, Sanakis. Y, Diamantopoulos. G, Fardis. M, Karayanni. M, Papavassiliou. G, Terzis. A, 2004, A Nearly Symmetric Trinuclear Chromium (III) Oxo Carboxylate Assembly: Preparation, Molecular and Crsytal Structure, and Magnetic Properties of  $[\text{Cr}_3\text{O}(\text{O}_2\text{CPh})_6(\text{MeOH})_3](\text{NO}_3)\cdot 2\text{MeOH}$ , *Inorganica Chimica Acta*, 357, 3162-3172.
- Weller. M.T, 2002, *Inorganic Materials Chemistry*, Oxford Chemistry Premiers, Oxford University Press, UK.