



SKRIPSI

SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS Co(II) DENGAN LIGAN 2(4-KLOROFENIL)-4,5-DIFENIL- 1H-IMIDAZOL

IIN CANDRAWATI
NRP. 1412100008

Dosen Pembimbing
Drs. Agus Wahyudi, M.S
Dr. Fahimah Martak, M.Si

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



SCRIPT

SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF COMPLEX Co(II) WITH 2(4-CHLOROPHENYL)-4,5- DIPHENYL-1*H*-IMIDAZOLE AS LIGAND

IIN CANDRAWATI
NRP. 1412100008

Advisor

Drs. Agus Wahyudi, M.S

Dr. Fahimah Martak, M.Si

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS Co(II)
DENGAN LIGAN 2(KLOROFENIL)-4,5-DIFENIL-1H-
IMIDAZOL**

SKRIPSI

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana pada Bidang Studi Kimia, Program S-1
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

IIN CANDRAWATI
NRP. 1412 100 008

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS
 Co(II) DENGAN LIGAN 2(4-KLOROFENIL)-4,5-DIFENIL-
1H-IMIDAZOL

SKRIPSI

Oleh:


IIN CANDRAWATI

NRP. 1412100008

Surabaya, 04 Januari 2017

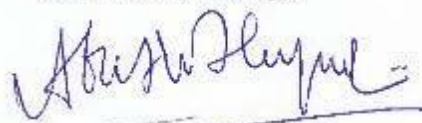
Menyetujui

Dosen Pembimbing II,



Dr. Fahimah Martak, M.Si
NIP. 19660703 199102 2 001

Dosen Pembimbing I,



Drs. Agus Wahyudi, M.S
NIP. 19600815 198803 1 004

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia,



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc
NIP. 19710616 199703 1 002

SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS KOBALT(II) DENGAN LIGAN 2(4-KLOROFENIL)- 4,5-DIFENIL-1H-IMIDAZOL

Nama Mahasiswa : Iin Candrawati
NRP : 1412 100 008
Jurusan : Kimia
Pembimbing I : Drs. Agus Wahyudi, M.S
Pembimbing II : Dr. Fahimah Martak, M.Si

ABSTRAK

Senyawa kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol telah berhasil disintesis menggunakan metode refluks. Rendemen senyawa kompleks yang dihasilkan sebesar 65,29%. Kristal senyawa kompleks yang dihasilkan berwarna ungu dan mempunyai panjang gelombang 445 nm. Berdasarkan analisa unsur CHN diperoleh hasil C=61,038%, H=5,174% dan N=6,779%. Hasil karakterisasi AAS diperoleh kadar ion logam Co(II)=7,146%. Berdasarkan nilai tersebut maka usulan struktur senyawa kompleks tersebut mempunyai geometri oktahedral dengan usulan rumus molekul Co(II)[2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-Imidazol]₂(H₂O)₄·2H₂O. Formula struktur tersebut didukung dengan hasil analisa TGA yang menunjukkan dekomposisi air kristal pada suhu 160,75-180,71 °C dan dekomposisi air ligan pada suhu 216,15-263,18 °C. Spektrofotometer FTIR menunjukkan adanya ikatan $\nu(\text{Co-N})$ dan $\nu(\text{Co-OH}_2)$ pada bilangan gelombang 503,44 cm⁻¹ dan 419,57 cm⁻¹. Uji toksisitas senyawa ini dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) dan dihasilkan nilai toksisitas LC₅₀ ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dan kompleks Co(II) sebesar 23,71 ppm dan 59,70 ppm.

Kata Kunci: Senyawa kompleks Co(II), ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol, toksisitas

SYNTESIS AND TOXICITY TEST OF Co(II) WITH 2(4-CHLOROPHENYL)-4,5-DIPHENYL-1H- IMIDAZOLE LIGAND

Name : Iin Candrawati
Reg. Number : 1412 100 008
Department : Chemistry
Advisor I : Drs. Agus Wahyudi, M.S
Advisor II : Dr. Fahimah Martak, M.Si

ABSTRACT

Cobalt(II) complex compound with 2(4-chlorophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole ligand has been synthesized using reflux method. The yield of the complex is 65.29%. The violet crystal was absorbed at 445 nm. The complex was characterized by CHN elemental analyzer with the results C=61.038%, H=5.174% and N=6.779%. Characterization of metal ion by AAS obtained Co(II)=7.146%. Based on these values, the proposed structure of the complex compound is octahedral and the proposed molecular is $\text{Co(II)}[2(4\text{-chlorophenyl})\text{-}4,5\text{-diphenyl}\text{-}1\text{H}\text{-Imidazole}]_2(\text{H}_2\text{O})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. The structural formula is supported by the analysis of TGA that showed crystal water decomposition at 160.5-180.71 °C and ligand water decomposition at 216.15-263.18 °C. The IR spectrum showed the characteristic of $\nu(\text{Co-N})$ and $\nu(\text{Co-OH}_2)$ at 503.44cm^{-1} and 419.57cm^{-1} . Toxicity test was observed by Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) method revealed the LC_{50} of the ligand and the complex are 23.71 ppm and 59.70 ppm.

Key Words: *Complex Co(II), 2(4-chlorophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole ligand, toxicity*

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin. Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga naskah Tugas Akhir berjudul "**Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Co(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol**" dapat diselesaikan dengan baik. Goresan buah pikiran dalam naskah ini berkat doa dan dukungan dari semua pihak yang mendukung terselesainya naskah oleh sipenulis. Pada kesempatan ini, penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Drs. Agus Wahyudi, M.S dan Dr. Fahimah Martak, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah membuat penulis jatuh cinta pada "*Chemistry*" dalam proses pengarahan dan bimbingan selama penyusunan naskah Tugas Akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Tugas Akhir ini dapat terselesaikan.
3. Prof. Dr. Taslim Ersam selaku Ketua Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis atas fasilitas yang telah diberikan untuk praktikum Tugas Akhir.
4. Bapak dan Ibu yang selalu memperjuangkan kebahagiaan anak-anaknya, beribu maaf dan terimakasih untuk Bapak dan Ibu
5. Keluarga LAB NPCS yang selalu mengajari nilai-nilai hidup dari hal kecil yang tersajikan dengan elok, sebagai teman belajar bermain, pembimbing *sampingan* selain dosen pembimbing dikala mengalami kebingungan.
6. Teman-teman Kimia 2012 *SPECTRA* yang telah memberikan motivasi.
7. Dosen dan Karyawan Kimia yang telah membantu selama penelitian hingga terselesainya naskah Tugas Akhir.
8. Semua Laboran karakterisasi sampel yang telah membantu dalam pengujian sampel.
9. Sahabat-sahabat saya. Mereka yang selalu membuat saya tersenyum. Mereka yang tetap indah, kala ada maupun tiada.

Mereka, yang tahu tanpa perlu disebut namanya satu per satu, berhubung jumlahnya banyak. Mereka adalah harta karun pemberian Allah SWT yang diberikan di awal perjalanan hidup. Sungguh saya beruntung. Karena mereka semua, saya merasa begitu kaya di usia muda. Teman-teman, ingin saya ekstraksikan kalian semua kedalam satu tablet isap abadi. Untuk kemudian saya emut tablet itu sepanjang masa. Semoga kalian mengerti betapa bernilainya ini semua. Semoga.

10. Kepada Hidup yang telah memberi terlalu banyak dari yang saya layak terima, telah saya curi sekelumit *Chemistry*-Mu, dan saya kembalikan dalam bentuk naskah ini. Terimalah. Tersenyumlah. Karena keindahan-Mu tak tersentuh bahasa.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah Tugas Akhir ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu, penulis terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun. Semoga Tugas Akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 22 Desember 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	Error! Bookmark not defined.
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan	4
1.3 Tujuan	4
1.4 Manfaat	4
BAB II DASAR TEORI.....	5
2.1 Senyawa Kompleks.....	5
2.2 Kompleks Co(II)	5
2.3 Imidazol	6
2.4 Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	7
2.5 Spektrofotometer FTIR.....	7
2.6 Spektrometer NMR.....	9
2.7 <i>Atomic Absorption Spectroscopy</i> (AAS).....	10
2.8 <i>Elemental Analyzer</i> CHN.....	11
2.9 <i>Thermo Gravimetry Analysis</i> (TGA)	12
2.10 Spektrofotometer UV-Vis	14
2.11 <i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT).....	15

BAB III METODOLOGI	17
3.1 Alat dan Bahan.....	17
3.2 Prosedur Sintesis Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol.....	17
3.3 Karakterisasi Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol.....	18
3.3.1 Analisis Spektroskopi Inframerah (FTIR)	18
3.3.2 Analisis Spektroskopi NMR.....	18
3.4 Prosedur Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	18
3.5 Analisis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks	19
3.5.1 Spektroskopi FTIR	19
3.5.2 <i>Atomic Absorption Spectroscopy</i> (AAS)	19
3.5.3 <i>Thermo Gravimetry Analysis</i> (TGA)	20
3.5.4 <i>Elemental Analyzer</i> C, H dan N.....	20
3.5.5 Spektroskopi UV-VIS.....	20
3.5.6 Uji <i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT)	20
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
4.1 Sintesis Ligan 2(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1 <i>H</i> -Imidazol.	23
4.2 Analisis Spektrofotometer FTIR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -Imidazol	27
4.3 Analisis ¹ H NMR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -Imidazol	30
4.4 Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	32
4.5 Analisis Spektrometri FTIR Kompleks Co(II).....	33
4.6 Analisis Spektrofotometri UV-Vis.....	34
4.7 Analisis <i>Atomic Absorption Spectroscopy</i> (AAS).....	35

4.8 <i>Elemental Analyzer</i> CHN.....	36
4.9 Analisis Termogravimetri (TGA) Senyawa Kompleks....	37
4.10 Usulan Struktur Kompleks.....	37
4.11 <i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT).....	38
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	41
5.1 Kesimpulan	41
5.2 Saran	41
DAFTAR PUSTAKA.....	43
LAMPIRAN	51

DAFTAR GAMBAR

Gambar (1) Imidazol.....	1
Gambar (2) 5,6-dikloro-2-(4-nitrofenil)-1 <i>H</i> benzo[<i>d</i>] imidazol.....	1
Gambar (3) Vitamin B ₁₂	2
Gambar (4) Asam Amino Histidin.....	2
Gambar (5) Histamin.....	2
Gambar (6) Biotin.....	2
Gambar (7) 8-kloroteofilin.....	3
Gambar (8) 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol.....	3
Gambar 2. 1 Kerangka Dasar Imidazol.....	6
Gambar 2. 2 Kurva Larutan Standar Kobalt(II).....	11
Gambar 2. 3 TGA Kompleks Co(II) dengan Ligan 8-kloroteofilin (Adam, 2016).	13
Gambar 4. 1 Hasil Sintesis Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> - Imidazol.....	23
Gambar 4. 2 Refluks Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> - Imidazol.....	24
Gambar 4. 3 Hasil Uji KLT Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> - Imidazol.....	25
Gambar 4. 4 Hasil Uji KLT 2D Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- 1 <i>H</i> -Imidazol.....	26
Gambar 4. 5 Sintesis Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> - Imidazol.....	26
Gambar 4. 6 Usulan Mekanisme Reaksi Pembentukan Ligan 2(4- klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -Imidazol.....	27
Gambar 4. 7 Spektrum FTIR Benzil.....	28
Gambar 4. 8 Spektrum FTIR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil- 1 <i>H</i> -imidazol.....	29
Gambar 4. 9 Spektrum ¹ H NMR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5- difenil-1 <i>H</i> -imidazol.....	31
Gambar 4. 10 Kompleks Co(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5- difenil-1 <i>H</i> -Imidazol.....	32
Gambar 4. 11 Spektrum IR Kompleks Co(II) dengan ligan 2(4- klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -Imidazol.....	33

Gambar 4. 12 Spektra UV-Vis (1) larutan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -Imidazol, (2) larutan senyawa kompleks Co(II) dan (3) larutan CoCl ₂ ·6H ₂ O.....	35
Gambar 4. 13 Hasil TGA senyawa kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -Imidazol	37
Gambar 4. 14 Usulan struktur kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -Imidazol	38
Gambar 4. 15 Kurva BSLT ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> Imidazol dan Kompleks Co(II).....	40

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 FTIR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -Imidazol .	8
Tabel 2. 2 Pergeseran kimia ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	9
Tabel 2. 3 Data Absorbansi Larutan Standar Kobalt(II)	10
Tabel 2. 4 Analisa <i>Elemental Analyzer</i> pada kompleks Co(II) .	12
Tabel 2. 5 Dekomposisi Kompleks Co(II) dengan Ligan 8-kloroteofilin	13
Tabel 4. 1 Pergeseran kimia ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	32
Tabel 4. 2 Prediksi Formula Senyawa Kompleks Berdasarkan Hasil Analisa Unsur CHN dan AAS	36
Tabel 4. 3 Hasil Uji Toksisitas menggunakan Metode BSLT	39

*Karya ini kusembahkan untuk Ibu, Bapak dan
adikku Ajeng Candrawati*

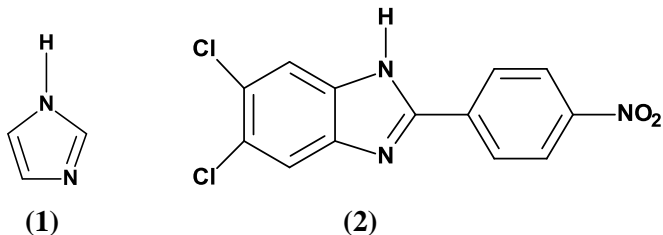
BAB 1

PENDAHULUAN

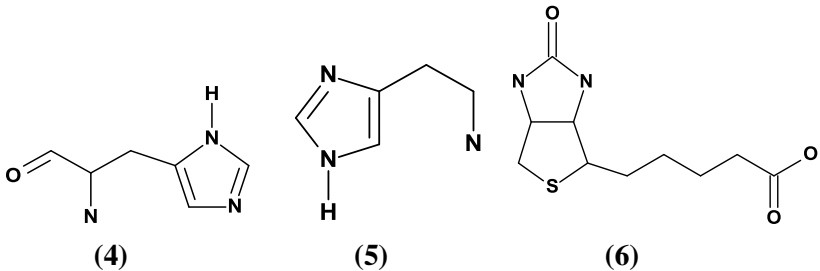
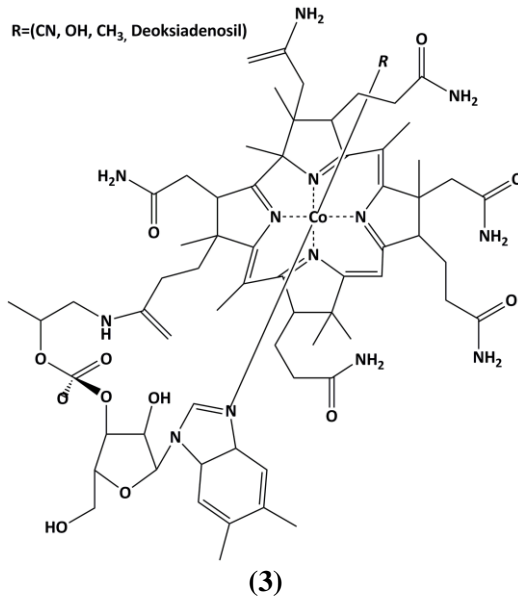
1.1 Latar Belakang

Imidazol (**1**) merupakan senyawa heterosiklik aromatik yang disebut juga senyawa "1,3-diazol" dan merupakan jenis alkaloid. Imidazol dan turunannya banyak digunakan untuk sintesis senyawa organik yang dimanfaatkan dalam bidang farmasi (Leahy dkk., 2012; Cheng dkk., 2005; He dkk., 2004; Ismail dkk., 2004; Marquis dkk., 2006; Mavrova dkk., 2006; Boiani dkk., 2005). Imidazol banyak digunakan dalam bidang medis diantaranya sebagai antikanker, inhibitor b-laktamase, inhibitor karboksipeptidase, inhibitor hemeoksidase, antipenuaan, antikoagulan, antiinflamasi, antibakteri, antijamur, antiviral, antituberkular, antidiabetes dan antimalaria (Hamada dkk., 2013; LaBarbera dkk., 2005; Servusova dkk., 2013; Roman dkk., 2007; Babizhayev, 2006; Dolezal dkk., 2008).

Turunan imidazol (**1**) yaitu senyawa 5,6-dikloro-2-(4-nitrofenil)-1*H*-benzo[*d*]imidazol (**2**) telah dilaporkan oleh Shalini dkk (2010) mempunyai potensi yang baik untuk sitotoksitas dan antiviral dalam melawan virus pada RNA dan DNA. Struktur senyawa (**2**) pada cincin imidazol mengikat gugus fenil dan pada posisi *para* mengikat gugus NO₂. Gugus NO₂ mempunyai sifat sebagai gugus penarik elektron (-I) dan mesomeri (-M). Senyawa (**2**) juga mengikat dua gugus Cl pada benzen yang terikat dengan cincin imidazol. Gugus Cl mempunyai sifat penarik elektron (-I) dan mesomeri (+M).

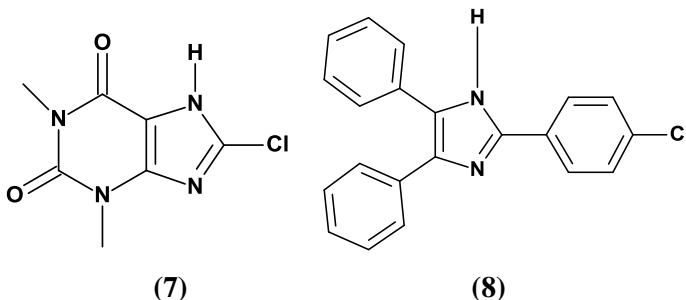


Imidazol membentuk struktur utama beberapa biomolekul terkenal dalam organisme manusia, seperti vitamin B₁₂ (3), asam amino histidin (4), histamin (5) dan biotin (6). Dalam vitamin B₁₂ tersebut senyawa kompleks menggunakan atom pusat ion logam kobalt serta berkoordinasi dengan dimetilbenzimidazol yang merupakan senyawa turunan imidazol (Ucucu dkk., 2001).



Penelitian dengan menggunakan ligan turunan imidazol pada ligan 8-kloroteofilin (7) telah dilakukan oleh Adam (2016)

dengan membuat kompleks Cr(III), Mn(II), Co(II) dan Ni(II). Penelitian tersebut menghasilkan aktivitas yang paling baik pada kompleks Co(II) dengan inhibisi pada bakteri *Bacillus subtilis* yaitu sebesar 7 µg/mL. Senyawa (7) mengikat gugus Cl pada cincin imidazol.



Turunan imidazol dengan variasi gugus yang terikat pada cincin imidazol dapat memberikan aktivitas yang berbeda. Senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (8) mengikat gugus fenil dan pada posisi *para* terikat dengan gugus Cl. Senyawa (8) juga mengikat dua gugus fenil pada posisi C4 dan C5 cincin imidazol, pada penelitian senyawa (8) menghasilkan aktivitas anti bakteri dengan nilai inhibisi bakteri *S. aureus*, *Bacillus subtilis* dan *Escheria coli* berturut-turut sebesar 5 µg/mL, 6 µg/mL dan 5 µg/mL (Jain dkk., 2010).

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan sebelumnya penggunaan ligan turunan imidazol perlu dikembangkan. Turunan imidazol dengan gugus Cl sebagai penarik elektron (-I) dan mesomeri (+M) dapat memberikan aktivitas yang baik, serta dengan mengomplekskan senyawa turunan imidazol sebagai ligan dan ion logam kobalt sebagai atom pusat diharapkan dapat memberikan aktivitas yang baik secara biologis. Oleh karena itu pada penelitian ini meneliti senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (8) dengan menggunakan ion logam kobalt sebagai atom pusat untuk memperoleh aktivitas biologis pada uji toksisitas dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

1.2 Permasalahan

Berdasarkan latar belakang maka permasalahan yang dibahas pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana mendapatkan kompleks kobalt(II) yang disintesis dari sumber ion logam $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol?
2. Bagaimana prediksi formula senyawa kompleks kobalt(II) yang disintesis dari sumber ion logam $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol?
3. Berapa nilai LC_{50} senyawa kompleks kobalt(II) yang disintesis dari sumber ion logam $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol pada metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mendapatkan kompleks kobalt(II) yang disintesis dari sumber ion logam $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol.
2. Mengetahui prediksi formula senyawa kompleks kobalt(II) yang disintesis dari sumber ion logam $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol.
3. Mengetahui nilai LC_{50} senyawa kompleks kobalt(II) yang disintesis dari sumber ion logam $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol pada metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

1.4 Manfaat

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya pada bidang sintesis senyawa kompleks dan uji toksisitas dari kompleks yang dihasilkan.

BAB II

DASAR TEORI

2.1 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks dapat didefinisikan sebagai sebuah atom atau ion logam pusat yang dikelilingi oleh serangkaian ligan. Ligan merupakan ion atau molekul yang dapat berdiri sendiri. Senyawa kompleks merupakan kombinasi asam lewis dan basa lewis. Ion atau atom logam pusat disebut sebagai asam lewis karena menerima pasangan elektron bebas dari basa lewis (ligan). Sebaliknya, ligan disebut basa lewis karena dapat memberikan pasangan elektron bebas dari ion atau atom logam pusat. Atom pusat dan ligan terikat secara kovalen koordinasi. Contoh senyawa kompleks adalah $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$, dimana ion Co^{3+} dikelilingi oleh enam buah ligan NH_3 (Atkins dkk., 2010).

2.2 Kompleks Co(II)

Kobalt merupakan logam transisi golongan VIIIB, mempunyai nomor atom 27 dan massa atom 58,933 g/mol. Kobalt berwarna abu-abu seperti baja dan bersifat sedikit magnetis serta dapat melebur pada suhu 1490 °C (Greenwood dan Earnshaw, 1984). Kobalt mudah larut dalam asam-asam encer dan mempunyai bilangan oksidasi +2 dan +3, dimana bilangan oksidasi +2 relatif lebih stabil (Cotton dan Wilkinson, 1988).

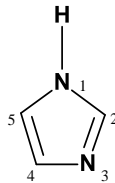
Konfigurasi elektron kobalt adalah $[\text{Ar}] 3d^7 4s^2$, sedangkan konfigurasi elektron ion kobalt(II) adalah $[\text{Ar}] 3d^7 4s^0$. Ion kobalt(II) banyak digunakan sebagai atom pusat dalam senyawa koordinasi. Atom pusat berfungsi sebagai penerima pasangan elektron bebas dari ligan. Kemampuan suatu ion logam untuk berikatan dengan sejumlah ligan dinyatakan oleh bilangan koordinasinya. Kuat ikatan ion kobalt(II) dengan ligan mampu meningkatkan aktivitas biologi suatu senyawa. Oleh karena itu banyak peneliti yang mensintesis senyawa kompleks dengan ion kobalt(II) (Cotton dkk., 1995).

Kompleks Co(II) banyak digunakan karena diketahui mempunyai aktivitas biologi yang baik (Huang dkk., 2006; Silver

dkk., 1995; Huang Q dkk., 2006; Oliveira dkk., 2005; Hettich dan Schneider, 1997; Dixon dkk., 1996; Peng dkk., 2007). Penelitian sebelumnya melaporkan bahwa kompleks kobalt hexamin dapat menginduksi DNA kondensasi (Widom dkk., 1980; Widom dkk., 1983), dan dapat digunakan untuk menyelidiki RNA rambut (Gust dkk., 2004). Kompleks kobalt juga digunakan sebagai vitamin B₁₂ (**3**) (Ucucu dkk., 2001).

2.3 Imidazol

Imidazol (1,3-diaza-2,4-siklopentadiena) adalah senyawa organik yang mempunyai cincin lima planar dengan tiga atom C dan dua atom N pada posisi 1 dan 3. Anggota kelompok imidazol yang paling sederhana adalah imidazol itu sendiri dengan rumus molekul C₃H₄N₂. Nama sistemik dari senyawa imidazol adalah 1,3-diazol, pada salah satu atom N mengikat atom H dan dapat dianggap sebagai pirol tipe N seperti pada **Gambar 2.1**. Imidazol memiliki dua tautomer bentuk ekivalen karena atom hidrogen dapat diletakkan pada salah satu dari dua atom nitrogen. Imidazol larut dalam air dan pelarut polar lainnya.



Gambar 2. 1 Kerangka Dasar Imidazol

Imidazol merupakan senyawa yang sangat polar ditunjukkan dengan harga dipolnya yaitu sebesar 3,61 D. Senyawa tersebut diklasifikasikan sebagai senyawa aromatik karena adanya π elektron, terdiri atas sepasang elektron dari nitrogen yang terprotonasi dan satu dari empat atom-atam pada cincin. Imidazol bersifat amfoter yang dapat berfungsi sebagai asam, namun kekuatan asamnya lebih lemah daripada fenol dan imida, tetapi lebih asam dibandingkan alkohol. Proton asam terletak pada N-1. Imidazol sebagai basa yang mempunyai pK_a asam konjugat pada kisaran 7. Hal ini membuat imidazol lebih

basa enam puluh kali lipat dibandingkan piridin. Sisi basa imidazol terletak pada N-3. Imidazol banyak berperan dalam aktivitas biologi seperti asam amino histidin (4). Imidazol sering ditemukan pada daun teh dan biji kopi (Bhatnagar dkk., 2011).

2.4 Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol

Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol (8) merupakan ligan turunan imidazol, Senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol (8) mengikat gugus fenil dan pada posisi *para* mengikat gugus Cl, senyawa (8) juga mengikat dua gugus fenil pada posisi C4 dan C5 cincin imidazol. Penelitian pada senyawa (8) menghasilkan aktivitas anti bakteri dengan nilai inhibisi bakteri *S. aureus*, *Bacillus subtilus* dan *Escheria coli* berturut-turut sebesar 5 µg/mL, 6 µg/mL dan 5 µg/mL (Jain dkk., 2010).

Metode yang digunakan untuk sintesis adalah refluks dengan mencampurkan benzil (10 mmol) dan ammonium asetat (0,1 mol) dalam pelarut asam asetat glasial (25 mL), distirer pada suhu 80-100 °C dan dialiri gas nitrogen selama 1 jam. Ditambahkan *p*-klorobenzaldehid (10 mmol) dalam asam asetat glasial (5 mL) ditambah tetes pertetes selama 15-20 menit pada suhu yang sama dan distirer selama 4 jam. Selama proses refluks berlangsung dimonitor dengan menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT).

Monitoring pada saat sintesis menggunakan eluen etil asetat. Setelah selesai sintesis, campuran dicuci dengan air dingin dan dikeringkan dengan penyaring vakum. Produk direkristalisasi menggunakan etil asetat sebanyak tiga kali untuk memurnikan senyawa. Selanjutnya ligan hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR dan ¹H NMR untuk memastikan bahwa ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol (8) telah terbentuk.

2.5 Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) digunakan untuk analisis senyawa kompleks melalui ikatan kovalen koordinasi yang terdapat pada senyawa tersebut. Ikatan kovalen koordinasi antara ion logam dan ligan dapat mengubah

frekuensi puncak serapan dari ion ligan. Beberapa jenis vibrasi pada senyawa kompleks antara lain sebagai berikut

1. Vibrasi ligan. Vibrasi ligan adalah karakteristik ligan bebas. Vibrasi ligan yang terkoordinasi mengalami sedikit pergeseran frekuensi spektrum terhadap vibrasi ligan bebas.
2. Vibrasi rangka. Vibrasi ini merupakan karakteristik untuk seluruh molekul senyawa koordinasi.
3. Vibrasi *coupling*. Vibrasi ini ditimbulkan akibat terjadinya *coupling* vibrasi ligan dan vibrasi rangka atau *coupling* antar beberapa vibrasi rangka dari berbagai macam ikatan koordinasi.
4. Vibrasi M-donor atom ligan. Vibrasi ini dapat memberikan informasi langsung mengenai kekuatan ikatan dan karakteristik ikatan koordinasi, vibrasi ini dapat diamati pada daerah sidik jari (*finger print*) daerah bilangan gelombang 200-400 cm^{-1} (Rahadjeng, 1997).

Penelitian senyawa kompleks dengan menggunakan ion logam kobalt(II) telah banyak dilakukan. Senyawa kompleks mempunyai puncak serapan khas pada bilangan gelombang 586-499 cm^{-1} merupakan *stretching vibrasi* dari ikatan $\nu(\text{M-N})$. Sedangkan daerah sekitar bilangan gelombang 450 merupakan vibrasi $\nu(\text{M-OH}_2)$, dimana M merupakan *metal* dari logam Cr(III), Mn(II), Co(II) dan Ni(II) (Adam, 2016).

Contoh lain dari analisis spektrofotometer IR adalah pada senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol yang telah disintesis oleh Jain dkk (2010) menghasilkan puncak serapan ditunjukkan pada **Tabel 2.1**.

Tabel 2. 1 FTIR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Puncak Serapan (cm^{-1})	Vibrasi Gugus Fungsi
3054,8	C-H sp^2
1594,6	C=N
1092,9	C-Cl
771,9	Benzen tersubstitusi <i>p</i> -Cl

(Jain dkk., 2010)

2.6 Spektrometer NMR

Spektroskopi *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) didasarkan pada penyerapan panjang gelombang radio oleh inti-inti tertentu dalam molekul organik, jika molekul tersebut berada dalam medan magnet yang kuat. Cuplikan diradiasi pada frekuensi tetap ν sementara medan magnet disapukan melalui suatu kisaran nilai tertentu. Daya rf (*radio frequency*) yang diabsorpsi oleh cuplikan direkam pada setiap nilai H. Bila nilai H memenuhi persyaratan resonansi, akan muncul sebuah puncak pada spektrum. Spin nukleus peka terhadap lingkungan sebab elektron-elektron yang bergerak di dekat nukleus tersebut menyebabkan munculnya medan magnetik internal yang memodifikasi medan efektif yang dirasakan oleh proton dengan suatu nilai yang berbeda dari medan yang diberikan secara eksternal. Pergeseran kimia (*chemical shift*) yang dihasilkan menyebabkan proton-proton dalam satuan struktural molekul yang berbeda dapat menunjukkan puncak NMR pada nilai medan magnetik yang berbeda (Pavia, 2001).

Penelitian yang dilakukan oleh Jain dkk (2010) mensintesis ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dikarakterisasi dengan ^1H NMR menghasilkan data berdasarkan pergeseran kimia dengan jumlah proton pada spektrum ^1H NMR dibandingkan dengan struktur dari senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol. Data spektrum ^1H NMR tersebut dapat dilihat pada **Tabel 2.2**.

Tabel 2. 2 Pergeseran kimia ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

$\delta_{\text{H}}(\text{ppm})$	Proton
7,3-7,41	m, 12H, Ar-H
7,51-7,9	m, 2H, Ar-H
13,1	s, 1H, N-H

(Jain dkk., 2010)

2.7 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

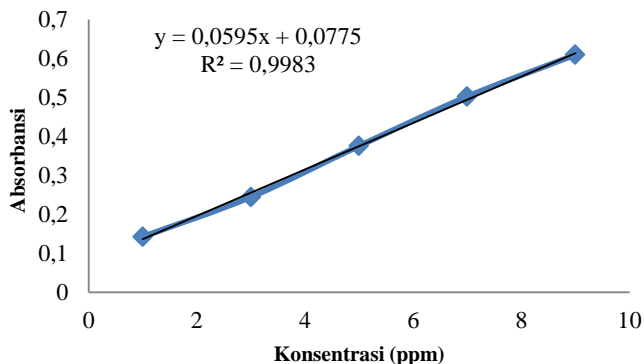
Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) atau Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam yang didasarkan pada absorpsi cahaya oleh atom. Prinsip yang digunakan pada spektrofotometer ini yaitu larutan cuplikan disalurkan dan kemudian dibakar dengan api sehingga cuplikan berubah menjadi gas atom-atomnya. Api tersebut akan mengandung atom-atom dari cuplikan. Beberapa atom akan tereksitasi dan beberapa lainnya tetap berada pada *ground state*. Alat ini menggunakan prinsip absorbansi yang mengikuti hukum Beer. Komponen utama yang terdapat pada alat ini yaitu sumber sinar, sumber api, sebuah monokromator dan sebuah detektor (Hendayana, 1994).

Data yang diperoleh dari AAS adalah konsentrasi (mg/L), pada masing-masing konsentrasi akan menghasilkan nilai absorbansi. Contoh tabel data absorbansi larutan standar kobalt(II) disajikan pada **Tabel 2.3**. Berdasarkan data absorbansi yang diperoleh, dibuat kurva kalibrasi larutan standar dan didapatkan persamaan regresi linier pada **Gambar 2.2** yaitu [$Abs = 0,0595K + 0,077$] dan $r = 0,998$. Dari persamaan tersebut dapat diketahui kadar logam kobalt dalam kompleks Co(II)-Pirazinamida yaitu $9,35 \pm 0,10 \%$ (Gudasi dkk., 2006).

Tabel 2. 3 Data Absorbansi Larutan Standar Kobalt(II)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0,1430
3	0,2449
5	0,3758
7	0,5023
9	0,6069

(Gudasi dkk., 2006).



Gambar 2. 2 Kurva Larutan Standar Kobalt(II)

(Gudasi dkk., 2006).

2.8 *Elemental Analyzer* CHN

Metode analisis unsur CHN (*elemental analyzer*) bekerja berdasarkan prinsip oksidasi pada saat pembakaran yang mengubah bahan-bahan organik maupun anorganik menjadi produk pembakaran. Selanjutnya, gas hasil pembakaran dilewatkan media reduksi dan mengalir melewati kolom kromatografi dengan bantuan gas helium. Setelah itu, terjadi pemisahan dan hasilnya dideteksi oleh detektor konduktivitas termal yang akan memberikan sinyal keluaran sebanding dengan konsentrasi masing-masing campuran (Martak dkk., 2009).

Elemental analyzer merupakan salah satu analisis yang biasa digunakan dalam proses penentuan rumus molekul dari suatu senyawa. Alat ini dapat digunakan untuk penentuan persen komposisi atom karbon, hidrogen, nitrogen, maupun sulfur dalam suatu senyawa. Alat yang digunakan untuk analisis *elemental analyzer* mikrounsur C, H, N, S ini terlebih dahulu distandarisi dengan *L-Cistein Standard* ($C_6H_{12}N_2O_4S_2$, C = 29,99%, H = 5,03%, N = 11,66%, S = 26,69% dan O = 26,63%) sebelum digunakan. Hasil yang diperoleh dari analisis unsur ini kemudian dibandingkan dengan perhitungan secara teoritis untuk

memperoleh rumus molekul yang paling sesuai (Martak dkk., 2009).

Berikut ini merupakan contoh hasil dari *elemental analyzer* pada senyawa kompleks Co(II) yang telah dilakukan oleh Kavitha (2016) ditunjukkan pada **Tabel 2.4**.

Tabel 2. 4 Analisa *Elemental Analyzer* pada kompleks Co(II)

Senyawa	%Elemental analysis (%teori)			
	C	H	N	S
Co[C ₁₆ O ₃ NH ₁₀] ₂ ·H ₂ O	63,19 (63,48)	3,75 (3,64)	4,39 (4,62)	
Co[C ₁₅ O ₃ N ₂ H ₉] ₂ ·2H ₂ O	60,55 (57,61)	3,04 (3,52)	9,51 (8,96)	
Co[C ₁₆ O ₂ NSH ₁₀] ₂ ·2H ₂ O	61,54 (61,58)	3,19 (3,20)	4,38 (4,49)	10,25 (10,26)

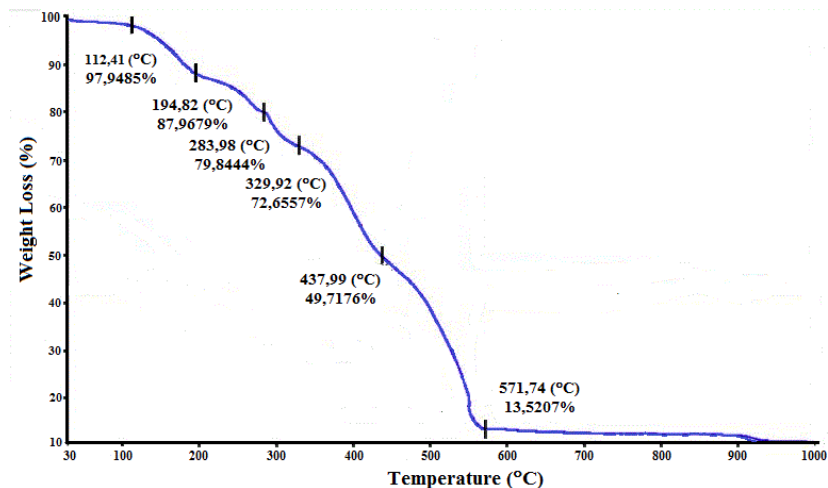
(Kavitha dkk., 2016)

2.9 Thermo Gravimetry Analysis (TGA)

Thermo Gravimetry Analysis (TGA) merupakan suatu teknik analisis yang digunakan untuk mengukur perubahan berat suatu material berdasarkan perubahan suhu (Skoog dkk., 1997). Analisis TGA ini dilakukan dengan meletakkan cuplikan pada suatu tempat (*crucible*) dan kemudian dimasukkan ke dalam pemanas elektrik yang dilengkapi dengan *thermocouple* untuk mengukur suhu. Kondisi saat analisis dialiri gas inert untuk mencegah oksidasi atau reaksi lain yang tidak diinginkan. Komputer digunakan untuk mengontrol instrumen. Analisis dilakukan melalui peningkatan suhu secara bertahap dan dihasilkan kurva dengan membuat plot antara berat (sumbu y) dengan suhu (sumbu x) (Reutzel-Edens, 2004).

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Adam (2016) mengenai dekomposisi kompleks Co(II) dengan ligan 8-kloroteofilin ditunjukkan pada **Gambar 2.3**. TGA pada dekomposisi kompleks Co(II) dengan ligan 8-kloroteofilin diperoleh lima tahap penurunan. Dekomposisi yang diperoleh berdasarkan kenaikan suhu termogravimetri, hal ini

mendefinisikan molekul yang berbeda beda mempunyai dekomposisi pada suhu yang berbeda-beda sesuai dengan ikatannya. Hasil dari dekomposisi kemudian dicocokkan dengan struktur dari kompleks Co(II) dengan ligan 8-kloroteofilin secara teori. Tahap dekomposisi kompleks Co(II) dengan ligan 8-kloroteofilin ditunjukkan pada **Tabel 2.5**.



Gambar 2. 3 TGA Kompleks Co(II) dengan Ligan 8-kloroteofilin (Adam, 2016).

Tabel 2. 5 Dekomposisi Kompleks Co(II) dengan Ligan 8-kloroteofilin

Tahap	Suhu TGA (°C)	Dekomposisi massa %TG		Spesies yang terdekomposisi
		Hasil	Teori	
I	30-195	12,04	12,50	4H ₂ O
II	195-330	15,30	15,27	H ₂ O+N ₂ +1/2N ₂
III	330-438	22,94	22,12	3C ₂ H ₂ +1/2N ₂ +1/2Cl ₂
IV	438-572	36,20	37,08	Ctp ⁻
Residu	>600	13,52	13,01	CoO

(Adam, 2016).

2.10 Spektrofotometer UV-Vis

Prinsip dasar spektroskopi UV-Vis adalah terjadinya transisi elektronik akibat penyerapan sinar UV-Vis yang menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari orbital yang kosong. Transisi yang paling mungkin terjadi yaitu transisi pada tingkat energi tertinggi (HOMO) ke orbital molekuler yang kosong pada tingkat terendah (LUMO). Pada sebagian besar molekul, orbital molekuler terisi pada tingkat energi terendah adalah orbital σ yang berhubungan dengan ikatan σ , sedangkan orbital π berada pada tingkat energi lebih tinggi. Orbital nonikatan yang mengandung elektron-elektron yang belum berpasangan berada pada tingkat energi yang lebih tinggi lagi, sedangkan orbital-orbital antiikatan yang kosong yaitu σ^* dan π^* menempati tingkat energi yang tertinggi (Pavia, 2001).

Absorpsi cahaya UV-Vis mengakibatkan transisi elektronik, yaitu promosi elektron-elektron dari orbital keadaan dasar yang berenergi rendah ke orbital dasar yang berenergi tinggi. Panjang gelombang UV-Vis bergantung pada mudahnya promosi elektron. Molekul-molekul yang memerlukan lebih banyak energi untuk promosi elektron menyerap pada panjang gelombang yang lebih pendek. Sebaliknya, molekul yang memerlukan energi lebih sedikit menyerap pada panjang gelombang yang lebih panjang. Terdapat dua jenis pergeseran pada spektra UV-Vis, yaitu pergeseran ke panjang gelombang yang lebih besar disebut pergeseran merah (*red shift*), yaitu menuju ke tingkat energi yang lebih tinggi, sedangkan pergeseran ke panjang gelombang yang lebih kecil disebut pergeseran biru (*blue shift*), yakni menuju ke tingkat energi yang lebih rendah (Hendayana, 1994).

Spektroskopi UV-Vis banyak digunakan untuk menentukan panjang gelombang maksimum dari senyawa kompleks hasil sintesis yang dibandingkan dengan panjang gelombang ligan serta sumber logam. Apabila diperoleh panjang gelombang dan absorbansi maksimum yang berbeda-beda antara sumber logam, ligan serta senyawa kompleks maka dapat disimpulkan jika senyawa kompleks telah terbentuk (Alwathoni, 2011).

2.11 *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

Terdapat beberapa metode uji toksisitas yang biasa digunakan dalam studi bioaktivitas, salah satunya adalah uji kematian larva *Artemia salina* yang disebut *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Metode BSLT cenderung lebih banyak digunakan dalam uji bioaktivitas. Keuntungan dari penggunaan metode ini, yaitu waktu pelaksanaan cepat, relatif murah, sederhana, tidak memerlukan teknik aseptik, tidak memerlukan perawatan khusus, dan menggunakan cuplikan yang relatif sedikit. Prinsip metode *Brine Shrimp Lethality Test* adalah sifat toksisitas senyawa bioaktif dari tanaman pada dosis tinggi, sehingga dapat diartikan kematian hewan sederhana seperti larva udang laut (*Artemia salina*). Metode ini secara *in-vivo* dapat digunakan sebagai alat pemantau yang tepat untuk praskrining dan fraksinasi senyawa bioaktif baru dari sumber alam (Meyer dkk., 1982).

Pada uji toksisitas ditentukan nilai LC_{50} (*Lethal Concentration* 50% yaitu konsentrasi yang menyebabkan kematian 50% pada hewan uji) dari suatu cuplikan (ekstrak tumbuhan, fraksi tumbuhan atau senyawa lainnya) dengan mengamati jumlah %larva. Suatu cuplikan dikatakan memiliki efek toksik bila nilai $LC_{50} < 1000 \mu\text{g/mL}$ dan untuk senyawa murni bila $LC_{50} < 200 \mu\text{g/mL}$. Perhitungan %larva seperti pada persamaan 2.1 berikut:

$$\% \text{larva} = \frac{\Sigma \text{larva yang diamati}}{\Sigma \text{larva uji}} \times 100\% \quad (2.1)$$

dengan mengetahui kematian larva *Artemia salina*, kemudian dicari angka probit melalui tabel dan dibuat persamaan garis 2.2 sebagai berikut:

$$Y = Bx + A \quad (2.2)$$

dengan Y adalah log konsentrasi dan x angka probit.

Dari persamaan 2.2 kemudian dihitung nilai LC_{50} dengan memasukkan nilai probit (50% kematian), apabila pada kontrol terdapat larva yang mati, maka %kematian ditentukan dengan rumus Abbot pada persamaan 2.3.

$$\% \text{Kematian} = \frac{\Sigma \text{ larva yang mati} - \Sigma \text{ larva yang mati pada kontrol}}{\Sigma \text{ larva yang digunakan}} \times 100\% \quad (2.3)$$

(Meyer dkk., 1982; Nurhayati dkk., 2006).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian meliputi beaker gelas, alat refluks, desikator vakum, *hot plate*, magnetik stirer, kertas saring, kertas pH, plat kromatografi lapis tipis (KLT) dan neraca analitik. Adapun instrumen yang digunakan untuk karakterisasi meliputi *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) ZEE nit 700 untuk penentuan kandungan ion logam di Laboratorium Terpadu FMIPA UNESA, Spektrofotometer UV/VIS Genesys 10S di Laboratorium Fundamental Jurusan Kimia ITS, Spektroskopi Infra Merah SHIMADZU FTIR 8400S untuk penentuan gugus fungsi di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia ITS, JEOL NMR JNM-ECA magnet 500 MHz Institut Teknologi Bandung, Analisis Termal TGA STAR SW 10.00 di laboratorium Energi ITS, Foto Mikroskop Olympus cx21 di Laboratorium Ekologi Jurusan Biologi ITS, analisis unsur C, H, N EAGER 300 Report *elemental analyzer* di Universitas Kebangsaan Malaysia dan Uji *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) di Laboratorium NPCS jurusan Kimia ITS.

Bahan yang digunakan dalam penelitian meliputi aquadest, 1,2-difeniletana-1,2-dion ($C_{14}H_{10}O_2$) (Merck), amonium asetat (Merck), asam asetat glasial, gas N_2 , *p*-klorobenzaldehid, metil klorida, etil asetat, *n*-heksana, $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ (Merck), HNO_3 pekat 5 M NaOH (Merck), dan metanol.

3.2 Prosedur Sintesis Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Sintesis senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol mengikuti prosedur kerja yang telah dilakukan sebelumnya oleh Jain dkk (2010). 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil) (2,1023 gram; 10 mmol) dan amonium asetat (7,708 gram; 10 mmol) dicampurkan dalam 25 mL asam asetat glasial. Campuran

kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dan dilakukan pemanasan pada 80-100 °C selama 1 jam dengan kondisi atmosfer nitrogen. Selanjutnya *p*-klorobenzaldehid (1,4051 gram; 10 mmol) dalam 5 mL asam asetat glasial ditambahkan pertetes selama 15-20 menit pada suhu yang sama dan direfluks kembali. Setelah reaksi selesai, larutan didiamkan pada suhu kamar. Larutan dituangkan didalam penangas es batu sampai terbentuk endapan, endapan kuning yang terbentuk dilakukan filtrasi lalu dicuci dengan air dingin dan dikeringkan di desikator. Produk yang didapatkan direkristalisasi dengan etil asetat tiga kali agar didapatkan senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol murni.

3.3 Karakterisasi Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

3.3.1 Analisis Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Analisis spektroskopi inframerah dilakukan menggunakan alat spektrofotometer inframerah Shimadzu IR 8400S di Laboratorium Kimia ITS. Langkah awal yang dilakukan adalah pembuatan *pellet* sampel ligan ditambah dengan senyawa KBr. Kedua senyawa tersebut kemudian digerus secara bersamaan pada cawan agat hingga tercampur sempurna. Setelah itu, dimasukkan serbuk campuran dalam *press holder*, ditekan perlahan hingga terbentuk *pellet*. Selanjutnya *pellet* tersebut diukur spektranya pada bilangan gelombang 375-4000 cm^{-1} .

3.3.2 Analisis Spektroskopi NMR

Analisis NMR 500 MHz dilakukan dengan melarutkan 1 μg sampel ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dalam 1 mL pelarut DMSO. Setelah itu, dilakukan pengujian ^1H NMR pada sampel.

3.4 Prosedur Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Sintesis senyawa kompleks dilakukan dengan metode refluks (Adam, 2016). Sebanyak 1 mmol $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan

dalam 30 mL metanol disertai pengadukkan. Selanjutnya kedalam larutan ditambahkan 2 mmol 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol. Campuran direfluks selama 24 jam, selama sintesis dilakukan kontroling dan ditetesi NaOH. Setelah reaksi selesai, larutan disaring kemudian filtrat yang didapatkan didiamkan selama 14 hari hingga terbentuk kristal. Kristal yang terbentuk kemudian disaring, lalu dikeringkan dalam desikator untuk dikarakterisasi lebih lanjut.

3.5 Analisis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks

3.5.1 Spektroskopi FTIR

Analisis spektroskopi inframerah dilakukan menggunakan alat spektrofotometer inframerah merek Shimadzu IR 8400S di Laboratorium Kimia ITS. Langkah awal yang dilakukan adalah pembuatan *pellet* sampel kompleks ditambah dengan senyawa KBr. Kedua senyawa tersebut kemudian digerus secara bersamaan pada cawan agat hingga tercampur sempurna. Setelah itu, dimasukkan serbuk campuran dalam *press holder*, ditekan perlahan hingga terbentuk *pellet*. Selanjutnya *pellet* tersebut diukur spektranya pada bilangan gelombang 375-4000 cm^{-1} .

3.5.2 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Disiapkan larutan standar dari $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi 100 ppm yang dibuat dari 0,01 gram $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dengan aquades hingga volume 100 mL. Setelah itu dibuat larutan standar Co dengan konsentrasi 0, 1, 3, 5, 7 dan 9 ppm. Larutan tersebut diukur absorbansinya dan dibuat kurva standar yaitu hubungan antara konsentrasi terhadap absorbansi.

Konsentrasi larutan kompleks dibuat sebesar 100 ppm. Pembuatan larutan kompleks dilakukan dengan cara menimbang 0,01 gram kompleks yang didestruksi ke dalam 1 mL HNO_3 pekat, lalu dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas. Larutan kompleks diencerkan menjadi 5 ppm ke dalam labu takar 50 mL kemudian diukur absorbansinya dengan AAS. Hasilnya dibandingkan

dengan kurva standar yang telah dibuat dan dilakukan analisis kandungan ion logam Co(II) dalam sampel.

3.5.3 Thermo Gravimetry Analysis (TGA)

Analisis TGA dilakukan pada suhu 20-1200 °C dengan kenaikan suhu 5 °C per menit dan digunakan gas nitrogen. Sebanyak 5-10 mg sampel kompleks diletakkan di cawan alumunium. Hasil analisis akan diperoleh grafik dengan sumbu y sebagai fungsi massa terdekomposisi dan suhu pada sumbu x.

3.5.4 Elemental Analyzer C, H dan N

Alat untuk analisis C, H dan N distandarisasi dahulu dengan *L-Cistina Standard* ($C_6H_{12}N_2O_4S_2$, C=29,99%, H=5,03%, N=11,66%, S=26,69%, dan O=26,53%). Sampel kompleks ditempatkan ke dalam alumunium foil lalu ditambahkan vanadium oksida untuk menyempurnakan reaksi oksidasi. Sampel kompleks tersebut dimasukkan dalam pelat berlubang untuk dilakukan pembakaran dengan gas oksigen.

3.5.5 Spektroskopi UV-VIS

Disiapkan larutan $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, larutan ligan dan larutan kompleks dengan konsentrasi masing-masing 0,01 M dalam pelarut metanol. Selanjutnya sampel diukur dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang 200-400 nm untuk ligan dan panjang gelombang 400-700 nm untuk logam dan senyawa kompleks.

3.5.6 Uji Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)

a. Penetasan larva *Artemia salina*

Disiapkan wadah untuk penetasan telur udang. Di salah satu sisi wadah diletakkan lampu. Di dalam wadah diisi dengan air laut. Dimasukkan telur udang ke dalam wadah, dan lampu dinyalakan selama 48 jam untuk menetasakan telur. Larva udang yang hidup bergerak ke arah cahaya lampu. Diambil larva udang yang hidup untuk diuji.

b. Persiapan larutan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dan kompleks(II)

Larutan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dan senyawa kompleks Co(II) dibuat dengan konsentrasi 1000 ppm dalam air laut. Ditambahkan 0,25 mL metanol untuk melarutkan sampel. Diencerkan larutan kompleks dengan konsentrasi 0 ppm, 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm dan 250 ppm.

c. Uji Toksisitas

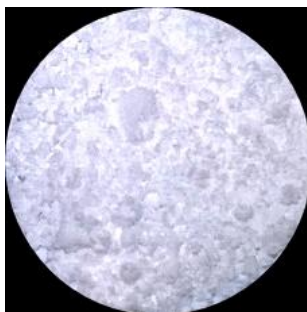
Larutan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dan larutan kompleks Co(II) pada konsentrasi 0 ppm, 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm dan 250 ppm diambil masing-masing 100 μ L dalam wadah uji. Dimasukkan 10 ekor larva udang ke dalam setiap konsentrasi larutan ligan dan kompleks. Setiap konsentrasi larutan dilakukan tiga kali pengulangan. Pengujian selama 24 jam, kemudian dihitung jumlah larva yang mati dan masih hidup dari tiap variasi konsentrasi. Dari data yang didapat dihitung mortalitas dengan cara akumulasi mati larva *Artemia salina* dibagi total awal (jumlah larva *Artemia salina*) dikali 100 %. Grafik dibuat hubungan log konsentrasi pada sumbu x dengan persentase kematian larva *Artemia salina* pada sumbu y.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Ligan 2(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol

Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol telah berhasil disintesis menggunakan metode refluks. Kristal yang dihasilkan berbentuk padat, berwarna putih dan mempunyai titik leleh 197-199 °C ditunjukkan pada **Gambar 4.1**. Rendemen yang dihasilkan sebesar 71,89%.



Gambar 4. 1 Hasil Sintesis Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Ammonium asetat dalam sintesis berfungsi sebagai sumber proton dan nukleofil nitrogen untuk pembentukan struktur dasar imidazol. Dalam pelarut asam asetat glasial, larutan amonium asetat terurai menjadi ion amonium (NH_4^+) dan ion asetat (CH_3COO^-). Proton dari NH_4^+ akan memprotonasi gugus karbonil yang terdapat pada benzil dan $:\text{NH}_3$ bertindak sebagai nukleofil. Karbon pada benzil mengalami kekurangan elektron sehingga nukleofil ($:\text{NH}_3$) mudah masuk untuk menyerang sehingga membentuk intermediet tetrahedral. Karbon mengalami pemindahan proton lalu membentuk ion pada H_2O dan H^+ memberikan proton kepada N. Asam asetat mengambil H dari NH_2 sehingga membentuk ikatan rangkap kemudian melepaskan gugus pergi. Terbentuklah struktur dasar dengan tiga cincin

aromatik. Proses sintesis ligan menggunakan metode refluks dapat dilihat pada **Gambar 4.2**.

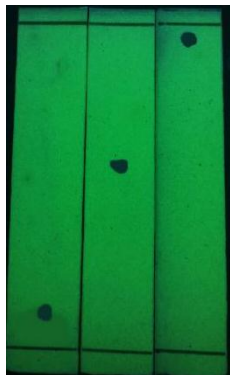


Gambar 4. 2 Refluks Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Setelah reaksi berlangsung selama 1 jam, senyawa *p*-klorobenzaldehid ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam campuran. Senyawa *p*-klorobenzaldehid merupakan sumber gugus Cl yang terikat pada gugus fenil oleh imidazol. Setelah reaksi selesai larutan didinginkan di dalam penangas es. Fungsi pendinginan dalam penangas es adalah agar terbentuk endapan. Larutan dibiarkan hingga terbentuk endapan yang berwarna putih. Kemudian ditambahkan air dingin yang tidak bereaksi dengan ligan. Hal ini dimaksudkan untuk memisahkan ligan dengan pengotornya.

Campuran disaring dengan corong pisah untuk memisahkan endapan dengan filtrat. Kemudian endapan dikeringkan dalam desikator vakum untuk menghilangkan air yang masih terikat pada endapan. Endapan yang telah kering di rekristalisasi dengan etil asetat sebanyak tiga kali. Rekristalisasi berfungsi untuk pemurnian zat padat. Kristal ditimbang dan dihitung rendemennya.

Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol selanjutnya diuji kemurniannya dengan menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT). Pada uji ini digunakan 3 jenis variasi eluen yang berbeda, diperoleh noda atas, tengah dan bawah. Hasil uji kromatografi lapis tipis pada Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dengan tiga eluen yang berbeda ditunjukkan pada **Gambar 4.3**.



1 2 3

Keterangan:

KLT 1= (n-Heksan:Etil Asetat= 8:2)

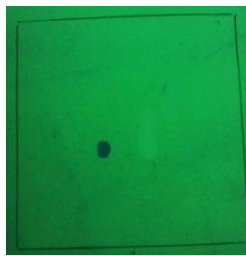
KLT 2= (n-Heksan:Metilen Klorida= 3:2)

KLT 3= (Kloroform:n-Heksan= 1:2)

Gambar 4.3 Hasil Uji KLT Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

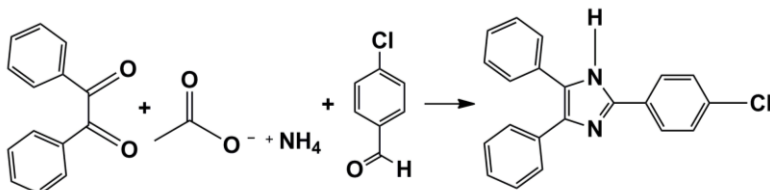
Plat KLT 1 menggunakan eluen n-Heksan:etil asetat=8:2 menghasilkan noda di bawah. n-Heksan bersifat non polar sedangkan etil asetat lebih polar dibandingkan n-Heksan. Plat KLT 2 menggunakan eluen n-Heksan:metilen klorida=3:2 menghasilkan noda tengah. Metilen klorida bersifat lebih non polar dibanding etil asetat, sehingga noda naik lebih keatas. Plat KLT 3 menggunakan eluen kloroform:n-Heksan=1:2 menghasilkan noda atas. Kloroform bersifat semi polar, lebih polar jika dibandingkan dengan metilen klorida dan lebih non polar jika dibandingkan dengan etil asetat. Tampak bahwa tiga eluen yang berbeda menghasilkan satu noda tunggal pada bawah, tengah dan atas. Hal ini mengindikasikan senyawa yang terbentuk hanya satu senyawa saja. Hasil rekristalisasi sebanyak tiga kali tersebut dapat memurnikan senyawa dari pengotor.

Pengujian dua dimensi (2D) kromatografi lapis tipis mendukung kemurnian dari uji tiga eluen yang berbeda. Kromatografi lapis tipis dua dimensi dilakukan untuk lebih memastikan bahwa ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol yang telah disintesis sudah murni. Pengujian dengan KLT 2D menggunakan eluen pertama n-Heksan:kloroform=7:3, selanjutnya plat KLT dibalik 90° dimasukkan pada eluen n-Heksan:metilen klorida=3:2. Hasilnya diperoleh noda tunggal ditunjukkan pada **Gambar 4.4**.



Gambar 4. 4 Hasil Uji KLT 2D Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Reaksi pembentukan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol diduga mengikuti mekanisme yang telah disarankan oleh Jain (2010) yang ditunjukkan pada **Gambar 4.5** sebagai.

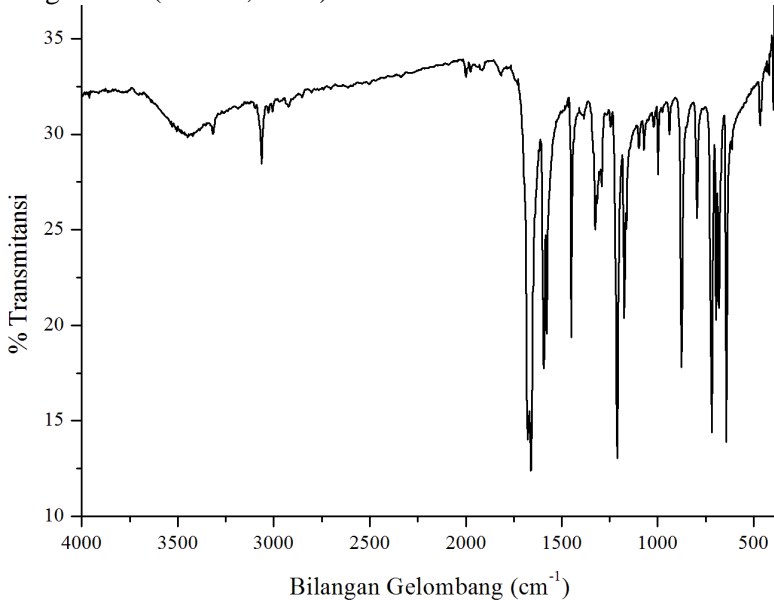


Gambar 4. 5 Sintesis Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

(Jain dkk., 2010).

Usulan mekanisme reaksi ligan secara lengkap dapat dilihat pada **Gambar 4.6**.

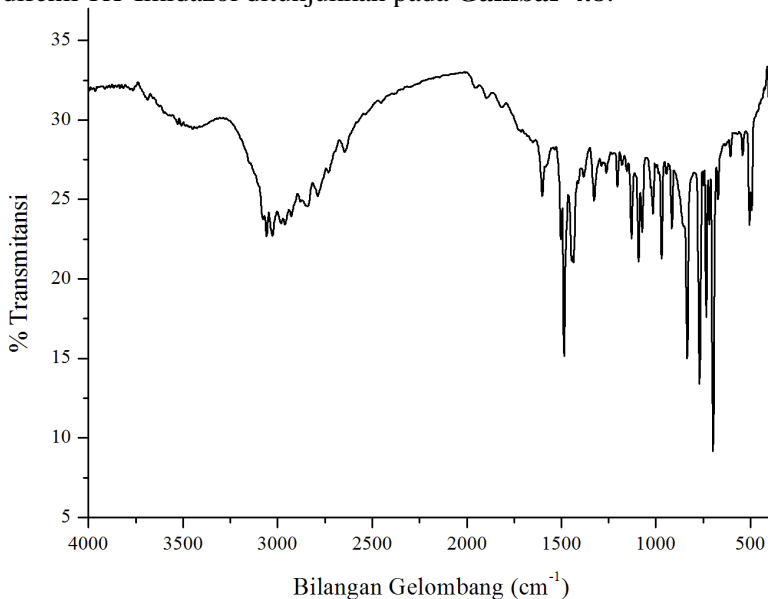
FTIR. Hasil analisa FTIR dapat dilihat pada **Gambar 4.7**. Prekursor awal pembentuk ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol yaitu 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil) ditandai dengan adanya gugus aldehid. Gugus aldehid pada spektrum FTIR benzil terdapat puncak tajam dengan intensitas kuat pada bilangan gelombang 1670-1636 cm^{-1} yang merupakan serapan khas gugus fungsi C=O (Li dkk., 2010).



Gambar 4. 7 Spektrum FTIR Benzil

Puncak tajam pada 1211,21 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-C *bending* keton yang memperkuat data bahwa senyawa benzil merupakan golongan senyawa keton. Puncak pada daerah 3064,68 cm^{-1} membuktikan adanya ikatan C-H *stretching* dari cincin aromatik (Rao dkk., 2016). Adanya cincin aromatik juga didukung dengan munculnya puncak pada 1450,37 cm^{-1} dan 1593,09 cm^{-1} yang menunjukkan adanya ikatan C=C *stretching* cincin aromatik (Hu dkk., 2015). Selain itu, didukung dengan adanya puncak pada daerah 875,62 cm^{-1} hingga 719,40 cm^{-1} yang merupakan *out of plane* dari cincin aromatik (Mahalakshmi,

2014). Selanjutnya hasil analisa FTIR ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-*1H*-Imidazol ditunjukkan pada **Gambar 4.8**.



Gambar 4. 8 Spektrum FTIR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol

Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-*1H*-Imidazol memiliki karakteristik khusus dibandingkan dengan prekursor awal yaitu benzil. Struktur imidazol mengikat tiga cincin aromatik, yang diperkuat dengan adanya ikatan C=C aromatik fenil pada bilangan gelombang $1485,24 \text{ cm}^{-1}$ (Benzon dkk., 2015), serta adanya ikatan C=N imidazol pada daerah sekitar $1600,97 \text{ cm}^{-1}$ (Movasaghi dkk., 2008). Sintesis ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-*1H*-Imidazol terdapat gugus fungsi C-Cl dengan puncak serapan yang identik muncul pada serapan $1128,39$ dan $1091,75 \text{ cm}^{-1}$.

Struktur ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-*1H*-Imidazol pada bilangan gelombang $3028,34 \text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus CH sp^2 yang menjelaskan adanya substituent aromatik yang berasal dari fenil. Bilangan gelombang $1327,07 \text{ cm}^{-1}$ mengidentifikasi gugus C-N (Karnan dkk, 2013). Bilangan gelombang $1437,02 \text{ cm}^{-1}$ sebagai

bending NH dobel vibrasi dengan *stretching* C=C dan C=N (Ociepa, 2012). Gugus N-H (amina sekunder) yang bertetangga dengan aromatik sering tidak muncul dalam spektra IR, sebab amina sekunder mengalami *bending* dengan aromatik sehingga intensitas serapan muncul sangat kecil dan energi yang dihasilkan di bawah 2000 cm^{-1} . Benzen tersubstitusi *para* Cl terletak pada daerah *finger print* bilangan gelombang $769,62\text{-}835,21\text{ cm}^{-1}$.

Hasil analisis FTIR dari senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol tidak berbeda jauh dengan penelitian sebelumnya, dimana gugus fungsi dengan puncak khas muncul pada bilangan gelombang $3054,8$; $1594,6$; $1092,9$; $771,9\text{ cm}^{-1}$ (Jain dkk., 2010).

4.3 Analisis ^1H NMR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Analisa ^1H NMR mendukung spektra FTIR dalam membaca struktur dari ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol. Spektrum ligan ^1H NMR ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol ditunjukkan pada **Gambar 4.9**. Analisa ^1H NMR dilakukan dengan menghitung jumlah proton pada spektrum dicocokkan dengan jumlah proton pada struktur ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol. Pada analisis tersebut menunjukkan adanya tiga sinyal yang menunjukkan adanya tiga jenis proton. Jumlah proton yang diidentifikasi dari total integrasi sinyal yaitu sebanyak 15 proton. Jumlah 15 proton relevan dengan jumlah proton pada ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol (Jain dkk., 2010).

Hasil analisis spektrum ^1H NMR ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol selengkapnya ditunjukkan pada **Tabel 4.1**.

Tabel 4. 1 Pergeseran kimia ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

δ_{H} (ppm) Uji Sampel	δ_{H} (ppm) (Jain dkk., 2010)
7,28-7,55 (m, 12H, Ar-H)	7,3-7,41 (m, 12H, Ar-H)
8,09-8,10 (d, 2H, Ar-H)	7,51-7,9 (m, 2H, Ar-H)
12,78 (s, 1H, N-H)	13,1 (s, 1H, N-H)

Proton pada pergeseran kimia sebesar 7,28-7,55 ppm dan multiplisitas multiplet menunjukkan proton dari dua gugus fenil yang mengikat imidazol. Proton daerah pergeseran 8,09-8,10 ppm dengan integritas 2H mengindikasikan proton aromatik yang berada pada lingkungan kloro yang merupakan substituent dari gugus fenil, sehingga letaknya lebih *downfield*. Daerah pergeseran 12,78 ppm dengan integritas 1H serta multipisitas singlet merupakan proton milik gugus N-H.

4.4 Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Senyawa kompleks yang disintesis dengan menggunakan metode refluks menghasilkan kristal berwarna ungu yang ditunjukkan pada **Gambar 4.10**. Rendemen senyawa kompleks yang dihasilkan adalah sebesar 65,29%.

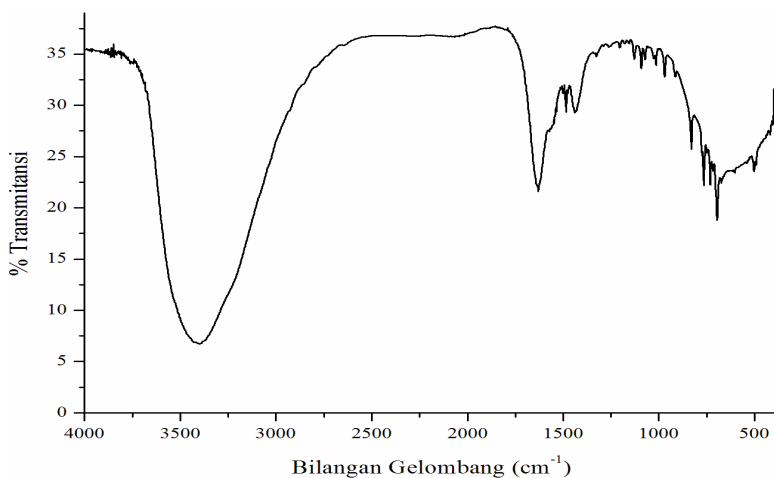


Gambar 4. 10 Kompleks Co(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Logam $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dicampur dan dilarutkan ke dalam pelarut metanol. Pelarut metanol digunakan karena dapat melarutkan dengan sempurna dan lebih mudah menguap dibandingkan dengan air. NaOH ditambahkan tetes pertetes pada saat refluks berlangsung hingga suasana lebih basa. Sintesis disertai dengan pengadukkan menggunakan magnetik stirer yang bertujuan untuk membuat campuran homogen sehingga dapat mempercepat reaksi pembentukan kompleks. Setelah reaksi selesai, campuran dimasukkan ke dalam gelas *beaker*, didiamkan dalam desikator pada suhu ruang sampai terbentuk kristal. Kristal yang telah terbentuk disaring dan selanjutnya dikarakterisasi lebih lanjut dengan spektrometer IR, AAS, *elemental analyzer* CHN, TGA dan BSLT.

4.5 Analisis Spektrometri FTIR Kompleks Co(II)

Karakterisasi senyawa kompleks Co(II) dengan spektrofotometer inframerah bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi pada daerah spesifik. Hasil analisa FTIR senyawa kompleks dapat dilihat pada **Gambar 4.11**.



Gambar 4. 11 Spektrum IR Kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Bilangan gelombang 3400 cm^{-1} menandakan adanya gugus OH. Gugus OH ini berasal dari ligan H_2O yang berikatan dengan atom pusat. Senyawa kompleks dikatakan terbentuk jika tidak ada gugus NH. Hal ini karena ikatan N dengan H telah lepas dalam suasana basa dan *lonepair* N akan berikatan dengan ion logam kobalt. Bilangan gelombang $503,44\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi dari ikatan $\nu(\text{Co-N})$ dan pada bilangan gelombang $419,57\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi dari ikatan $\nu(\text{Co-OH}_2)$.

Hasil analisa ini sesuai dengan prediksi yang telah dilakukan oleh Adam (2016) pada sintesis kompleks Co(II) dengan menggunakan ligan 8-kloroteofilin. Penelitian tersebut menghasilkan spektra FTIR pada bilangan gelombang $586-499\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan *stretching vibrasi* dari ikatan $\nu(\text{Co-N})$ dan bilangan gelombang 450 cm^{-1} yang merupakan vibrasi $\nu(\text{Co-OH}_2)$ (Adam, 2016). Selain itu, adanya ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dapat dijelaskan melalui spektrum yang muncul pada bilangan gelombang tertentu.

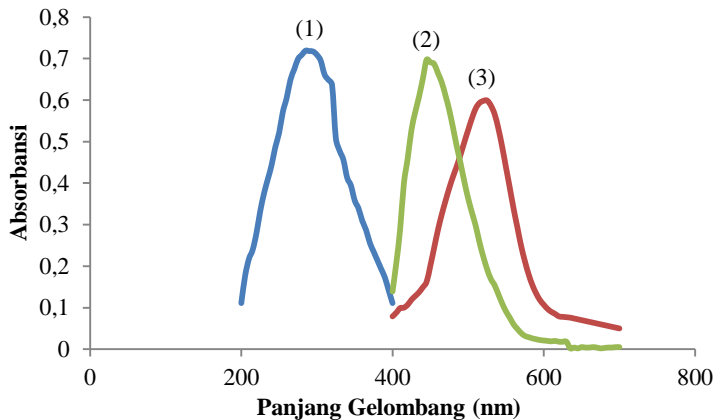
4.6 Analisis Spektrofotometri UV-Vis

Penentuan panjang gelombang dengan spektrofotometer UV-Vis dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang ion logam kobalt(II), ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dan senyawa kompleks. Panjang gelombang maksimum logam dan kompleks ditentukan dengan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang $400-700\text{ nm}$ karena merupakan senyawa yang mempunyai kromofor, sedangkan ligan diuji pada UV-Vis dengan rentang $200-400\text{ nm}$ karena merupakan senyawa yang tidak mempunyai warna tampak.

Ion logam kobalt(II) yang berwarna ungu, apabila dilarutkan kedalam pelarut metanol berwarna merah muda. Panjang gelombang untuk ion logam kobalt(II) mempunyai nilai 525 nm . Hal ini sesuai prinsip warna yaitu warna yang diserap merupakan komplementer dari warna yang dipancarkan.

Senyawa kompleks diuji dengan UV-Vis menggunakan pelarut yang sama dengan yang digunakan untuk logam yaitu menggunakan pelarut metanol. Pelarut metanol digunakan sebagai blanko karena pada saat refluks sebagai pelarutnya.

Senyawa kompleks ini memancarkan warna ungu, sehingga nilai panjang gelombang sebesar 445 nm. Panjang gelombang untuk ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol adalah 285 nm. Spektra UV-Vis dari ion logam kobalt, ligan dan senyawa kompleks ditunjukkan pada **Gambar 4.12**.



Gambar 4. 12 Spektra UV-Vis (1) larutan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol, (2) larutan senyawa kompleks Co(II) dan (3) larutan $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Pergeseran puncak ke arah panjang gelombang yang lebih pendek seperti yang terlihat pada **Gambar 4.12** adalah indikasi awal kompleks telah terbentuk. Pergeseran panjang gelombang ini dipengaruhi oleh terjadinya transfer muatan dari ligan ke logam untuk membentuk ikatan koordinasi.

4.7 Analisis Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Hasil dari Analisis *Atomic Absorption Spectroscopy* menghasilkan kadar ion logam kobalt(II) dalam senyawa kompleks pada konsentrasi 5,771 ppm sebesar 7,146%. Pada perhitungan secara teori ion logam kobalt(II) diperoleh 7,130%. Hal ini menunjukkan perbedaan hasil perhitungan secara teori dan hasil percobaan tidak terlalu signifikan. Dari hasil perhitungan kadar ion logam kobalt, struktur senyawa kompleks yang

mendekati adalah struktur $[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Hasil ini kemudian digabungkan dengan hasil *elemental analyzer* CHN yang selanjutnya akan digunakan untuk memastikan formula kompleks yang terbentuk.

4.8 Elemental Analyzer CHN

Elemental Analyzer CHN bertujuan untuk mengetahui komposisi relatif dari unsur karbon (C), hidrogen (H), dan nitrogen (N) dari kristal senyawa kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol. Persentase komposisi relatif yang telah diperoleh dibandingkan dengan usulan rumus molekul senyawa kompleks yang dihitung secara teoritis. Usulan rumus molekul senyawa kompleks yang mendekati perhitungan secara eksperimen yaitu kompleks $[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Pada usulan rumus molekul kompleks menunjukkan adanya dua ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol terikat pada logam Co(II), serta logam Co(II) mengikat 4 ligan H_2O .

Data hasil perbandingan komposisi unsur C, H, N secara eksperimen dan hasil persentase ion logam kobalt(II) dengan uji spektrofotometer AAS dicocokkan dengan perhitungan secara teoritis sehingga didapatkan beberapa formula senyawa kompleks yang dapat dilihat pada **Tabel 4.2**.

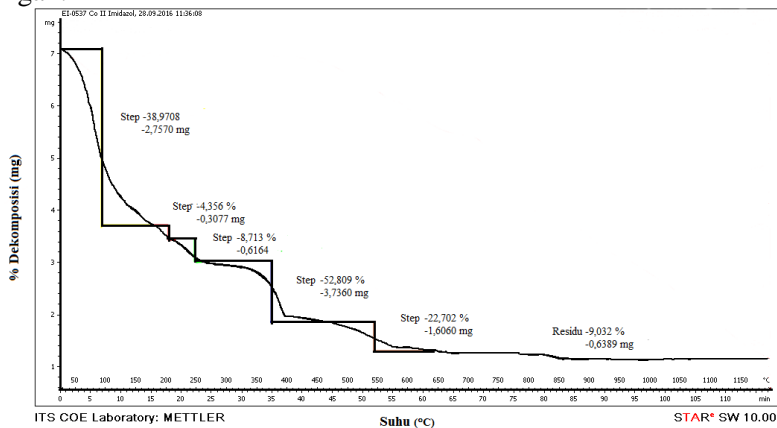
Tabel 4. 2 Prediksi Formula Senyawa Kompleks Berdasarkan Hasil Analisa Unsur CHN dan AAS

Variasi	%C	%H	%N	%Co
Sampel	61,038	5,174	6,779	7,146
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]$	63,813	4,840	7,087	7,455
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot \text{H}_2\text{O}$	62,392	4,982	6,929	7,289
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$	61,033	5,117	6,778	7,130
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot \text{Cl}_2$	58,560	4,442	6,503	6,841
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot \text{Cl}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$	57,361	4,580	6,370	6,701
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot \text{Cl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$	56,211	4,809	6,242	6,567

L=2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

4.9 Analisis Termogravimetri (TGA) Senyawa Kompleks

Hasil TGA senyawa kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dapat dilihat pada **Gambar 4.13**. Hasil TGA menunjukkan terjadinya dekomposisi lima tahap. Tahap pertama merupakan dekomposisi pelepasan air yang terikat secara fisis pada suhu 50-120 °C. Selanjutnya dekomposisi massa air kristal sejumlah 4,356% pada suhu 160,75-180,71 °C, dekomposisi air ligan sejumlah 6,778% pada suhu 216,15-263,18 °C, ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol terdekomposisi dua kali yang pertama struktur 4,5-difenil-1*H*-Imidazol terdekomposisi 52,809% pada suhu 356,36-401,13 °C dan ligan pada struktur 2(4-klorofenil) terdekomposisi 22,702% pada suhu 448,16-578,87 °C serta sisanya merupakan residu dari kobalt oksida 9,032% pada suhu >600 °C. Pada analisis TGA ini mendukung prediksi struktur kompleks formula $[\text{Co}(\text{II})\text{L}_2\text{H}_2\text{O}_4]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yaitu dengan adanya air kristal dan air ligan.

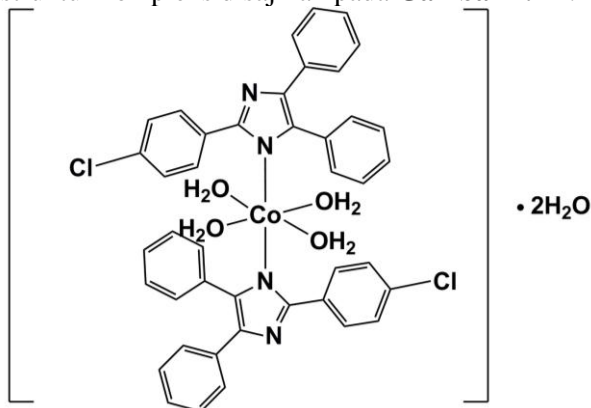


Gambar 4. 13 Hasil TGA senyawa kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

4.10 Usulan Struktur Kompleks

Berdasarkan hasil dari karakterisasi FTIR, *Elemental Analyzer* CHN, AAS dan TGA diperoleh prediksi struktur yang

nilainya mendekati formula struktur $[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Usulan struktur kompleks disajikan pada **Gambar 4. 14**.



Gambar 4. 14 Usulan struktur kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol

Usulan struktur pada Gambar 4.14 sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Adam (2016) dengan menggunakan ligan 8-kloroteofilin dengan atom pusat kobalt(II). Pada ligan tersebut cincin lima yang mengandung atom N berikatan dengan H, atom H lepas selanjutnya pasangan elektron bebas atom N berikatan dengan ion logam kobalt(II) karena pengaruh suasana basa pada saat sintesis. Sehingga N sebagai basa lewis menyediakan elektron untuk berikatan dengan ion kobalt(II).

4.11 *Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)*

Senyawa ligan dan kompleks diuji ketoksikannya dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)*. Pada uji toksisitas dengan metode BSLT digunakan larva *Artemia salina* sebagai hewan uji. Nilai *Lethal Concentration 50 (LC₅₀)* senyawa kompleks yang dihasilkan menunjukkan konsentrasi kematian pada senyawa. Nilai toksisitas tersebut diperoleh dari jumlah larva udang yang mati pada masing-masing konsentrasi larutan uji.

Variasi konsentrasi yang digunakan dalam pengujian ini yaitu 0 ppm, 25 ppm; 50 ppm; 100 ppm; 150 ppm; 200 ppm dan

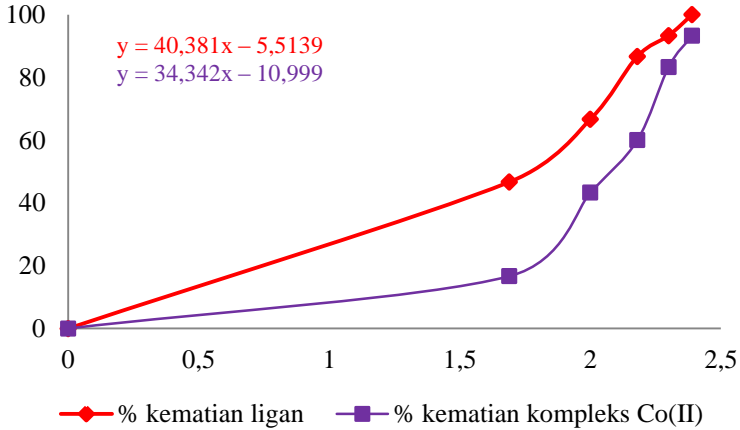
250 ppm. Pada masing-masing konsentrasi dilakukan pengujian sebanyak tiga kali (triplo). Pada uji BSLT digunakan larutan kontrol yang terdiri dari tiga lubang *microplate* dan masing-masing lubang berisi 10 larva udang *Artemia salina*, sedangkan pada larutan kontrol hanya diisi air laut tanpa larutan uji. Hasil uji BSLT terhadap sampel dengan variasi konsentrasi selengkapannya dapat dilihat pada **Tabel 4.3**.

Tabel 4. 3 Hasil Uji Toksisitas menggunakan Metode BSLT

Konsentrasi (ppm)	Log konsentrasi	Ligan		Kompleks Co(II)		% Kematian	
		Mati	Hidup	Mati	Hidup	Ligan	Kompleks Co(II)
0	0	0	10	0	10	0	0
		0	10	0	10		
		0	10	0	10		
50	1,69	4	6	1	9	46,67	16,67
		5	5	2	8		
		5	5	2	8		
100	2	6	4	5	5	66,67	43,33
		7	3	4	6		
		7	3	4	6		
150	2,18	8	2	5	5	86,67	60
		9	1	7	3		
		9	1	6	4		
200	2,3	9	1	8	2	93,33	83,33
		9	1	8	2		
		10	0	9	1		
250	2,39	10	0	9	1	100	93,33
		10	0	9	1		
		10	0	10	0		

Dari angka kematian larva udang *Artemia salina* dibuat grafik yang menyatakan hubungan antara persen kematian dengan log konsentrasi (**Gambar 4.15**). Dari Grafik tersebut diperoleh persamaan linier pada ligan dan senyawa kompleks yaitu $y=40,381x-5,5139$ dan $y=34,342x-10,999$. Dari persamaan linier tersebut, dimasukkan angka 50 sebagai nilai y untuk mendapatkan nilai LC_{50} . Grafik pada **Gambar 4.15** menunjukkan bahwa

semakin tinggi konsentrasi maka semakin meningkat pula angka kematian larva udang *Artemia salina*.



Gambar 4.15 Kurva BSLT ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H* Imidazol dan Kompleks Co(II)

Berdasarkan perhitungan, didapatkan nilai LC_{50} ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol dan Kompleks Co(II) yaitu sebesar 23,71 ppm dan 59,70 ppm. Berdasarkan nilai LC_{50} tersebut, diketahui bahwa ligan bersifat sangat toksik untuk digunakan sebagai aktivitas antikanker, maka perlu dikomplekskan menjadi senyawa kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol sehingga mempunyai nilai LC_{50} toksik. Toksik disini berarti dapat digunakan untuk membunuh sel kanker yang ada dalam tubuh manusia.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil dari penelitian ini maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Senyawa kompleks Co(II) dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol berhasil disintesis dengan metode refluks menghasilkan kristal berwarna ungu dengan rendemen 65,29% dan mempunyai panjang gelombang 445 nm.
2. Berdasarkan hasil analisa unsur (*elemental analyzer* CHN), karakterisasi AAS, TGA dan FTIR maka usulan struktur senyawa kompleks membentuk geometri oktahedral dengan rumus molekul $\text{Co(II)[2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-Imidazol]}_2(\text{H}_2\text{O})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
3. Hasil uji toksisitas LC_{50} ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol yaitu 23,71 ppm dan kompleks Co(II) 59,70 ppm yang menyatakan bahwa kompleks tersebut toksik.

5.2 Saran

Bentuk geometri senyawa kompleks dapat dilakukan dengan uji *single crystal* x-ray. Pengujian toksisitas dengan metode BSLT merupakan uji yang sangat dasar untuk mengetahui nilai LC_{50} , sedangkan jika ingin mengetahui spesifik jenis kanker maka perlu dilakukan uji lebih lanjut.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Adam Abdel Majid A. 2016. "*Structural, physicochemical and in vitro pharmacological properties of the stimulant drug 8-chlorotheophylline complexed with Cr(III), Mn(II), Co(II), and Ni(II) metal ions: Potent metallodrug complexes as antimicrobial agents*". **Comptes Rendus Chimie**. 19:909-920.
- Alwathoni, M. 2011. "*Kompleks Kobalt(II) Piridin-2,6-Dikarboksilat: Sintesis, Karakterisasi dan Uji Toksisitas*". Surabaya: Tesis ITS
- Atkins, P. W. Overton T. L., Rourke J. P., Weller M. T. dan Armstrong F. A. (2010) *Inorganic Chemistry*. fifth ed., Oxford University Press: Great Britain.
- Babizhayev M.A. 2006. "*Biological activities of the natural imidazole-containing peptidomimetics n-acetylcarnosine, carcinine and l-carnosine in ophthalmic and skin care products*". **Life Sci**. 78:2343–2357.
- Benzon K.B., Varghese Hema Tresa., Panicker C. Yohannan., Pradhan Kiran., Tiwary Bipranch Kumar., Nanda Ashis Kumar., Alsenoy C. Van. 2015. "*Spectroscopic investigation (FT-IR and FT-Raman), vibrational assignments, HOMO–LUMO, NBO, MEP analysis and molecular docking study of 2-(4-hydroxyphenyl)-4,5-dimethyl-1H-imidazole 3-oxide*". **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**. 146:307-322.
- Bhatnagar, A., Sharma, dan Kumar. (2011). "*A Review on "Imidazoles": Their Chemistry and Pharmacological Potentials*". **International Journal of PharmTech Research**. 3:268–282.
- Boiani Mariana., Gonzales Mercedes. "*Imidazole and Benzimidazoles Derivatives as Chemotherapeutic Agents*". **Mini Rev. Med. Chem**. 5(4):409-424.

- Cheng Jun., Xie Jiangtao., Xianjin. 2005. "Synthesis and Antiviral Activity Against Coxsackie Virus B3 of some Novel Benzimidazole Derivatives". **Bioorganic and Medicinal Chemistry Letters**. 15(2):267-269.
- Cotton, F.A. and Wilkinson, G. 1988. "Advanced Inorganic Chemistry 3th Edition". New York: **John Wiley and Sons**.
- Cotton, F.A., Wilkinson, G., Gauss, P.L. 1995. "Advanced Inorganic Chemistry 5th Edition". New York: **John Wiley and Sons**.
- Dixon N.E., Geue R.J., Lambert J.N., Moghaddas S., Pearce D.A., Sargeson A.M. 1996. "DNA hydrolysis by stable metal complexes". **Chem. Commun.** 1287-1288.
- Dolezal Martin., Cmedlova Pavlina., Palek Lukas., Jarmila., Vinsova Jiri Kunes., Buchta Vladimir., Jampilek Josef., Kralova Katarina. 2008. "Synthesis and Antimycobacterial Ecaluation of Substituted Pyrazinecarboxamides". **European Journal of Medicinal Chemistry**. 43(5):1105-1113.
- Gudasi, K.B., Patil, S.A., Vadani, R.S., Shenoy, R.V., and Patil, M.S. 2006. "Synthesis and Spectral Studies of Cu(II), Ni(II), Mn(II), Zn(II), and Cd(II) Complexes of a New Macrocyclic Ligand N,N'-bis(2-benzothiazoly)-2,6-pyridinedicarboxamide". **Journal Serbian Chemical Sociaty**. 71(5):529-542.
- Gust R., Ott I., Posselt D., Sommer K. 2004. "Development of cobalt (3,4-diarylsalen) complexes as tumor therapeutics". **J. Med. Chem.** 47:5837.
- Hamada Manabu., Roy Vincent., McBrayer Tamara R., Whitaker Tony., Blanco Cesar Urbina., Nolan Steven P., Balzarini Jan., Snoeck Robert., Andrei Graciela., Schinazi Raymond F., Agrofoglio Luigi A. "Synthesis and Broad Spectrum Antiviral Evaluation of bis(POM) Prodrugs of Novel Acyclic Nucleosides". **European Journal of Medicinal Chemsitry**. 2013. 67:398-408. .
- Hendayana, S., Kadarogmah, A., Sumarna, A.A., Supriatna, A. 1994. "Kimia Analitik Instrumen Edisi Satu". Semarang : **IKIP Semarang Press**.

- Hettich R., Schneider H.J. 1997. "Cobalt(III) polyamine complexes as catalysts for the hydrolysis of phosphate esters and of DNA. A measurable 10 million-fold rate increase". **J. Am. Chem. Soc.** 119:5638-5647.
- He Yun., Yang Jun., Wu Baogen., Risen Lisa., Swayze Eric E. 2004. "Synthesis and Biological Evaluations of Novel Benzimidazoles as Potential Antibacterial Agents". **Bioorganic and Medicinal Chemistry Letters.** 14(5):1217-1220
- Huang Q.L. Li, J., Wang Q., Jiang N., Xia C.Q., Lin H.H., Wu J., Yu X.Q. 2006. "Monometallic complexes of 1,4,7,10-tetraazacyclododecane containing an imidazolium side: synthesis, characterization, and their interaction with plasmid DNA". **Bioorg. Med. Chem.** 14:4151-4157.
- Huang Q., Pan Z., Wang P., Chen Z., Zhang X., Xu H. 2006. "Zinc(II) and copper(II) complexes of b-substituted hydroxyl porphyrins as tumor photosensitizers". **Bioorg. Med. Chem. Lett.** 16:3030-3033.
- Hu, Tian., Wang, Bing Wu., Zheng, WQ., Zheng XG., Liu, QT., Ou, SH., Zhan, LZ., Zhou, JR., Yang, LM., Ni, CL. 2015. "Synthesis, Crystal Structures, Weak Interaction, Magnetic and Photoluminescent Properties of Two New Organic-Inorganic Molecular Solids with Disubstituted Benzyl Triphenylphosphonium and Tetra(isothiocyanate) Cobalt(II) anion". **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy.** 151:490-497.
- Ismail Mohamed A., Brun Reto., Wenzler Tanja., Tanious Fariat A., Wilson W. David., Boykin David W.. 2004. "Dicationic Biphenyl Benzimidazole Derivatives as Antiprotozoal Agents". **Bioorganic and Medicinal Chemistry.** 12(20):5405-5413.
- Jain Abhishek K., Ravichandran V., Sisodiya Madhvi., Agrawal R K. 2010. "Synthesis and Antibacterial Evaluation of 2-Substituted-4,5-diphenyl-N-alkyl Imidazoles Derivatives". **Asian Pasific Journal of Tropical Medicine.** 471-474.

- Karnan, M., Balachandran V., Murugan, M. 2013. "FTIR, Raman and DFT Study of 5-Chloro-4-Nitro-o-Toluidine and NBO Analysis with other Halogen (Br, F) Substitution". **Journal of Molecular Structure**. 1039: 197-206.
- Kavitha P., Reddy K. Laxma. 2016. "Synthesis, spectral characterisation, morphology, biological activity and DNA cleavage studies of metal complexes with chromone Schiff base". **Arabian Journal of Chemistry**. 9:596-605.
- LaBarbera Daniel V., Skibo Edward B. 2005. "Synthesis of imidazol [1,5,4-de]quinoxalin-9-ones, benzimidazole analogues of pyrroloiminoquinone marine natural products". **Bioorg. Med. Chem.** 13(2):387-395.
- Leahy James W., Buhr Chris A., Johnson Henry W. B., Kim Byung Gyu., Baik TaeGon., Cannoy Jonah., Forsyth Timothy P., Jeong Joon Won., Lee Matthew S., Ma Sunghoon., Noson Kevin., Wang Longcheng., Williams Matthew., Nuss John M., Brook Eric., Foster Paul., Goon Leanne., Heald Nathan., Holst Charles., Jaeger Christopher., Lam Scott., Lougheed Julie., Nguyen Lam., Plowowski Arthur., Song Joanne., Stout Thomas., Wu Xiang., Yakes Michael F., Yu Peiwen., Zhang Wentao., Lamb Peter., Raeber Olivia. 2012. "Discovery of Novel Series of Potent and Orally Bioavailable Phosphoinositide 3-Kinase Y Inhibitors". **J. Med. Chem.** 55(11):5467-5482.
- Li, Xiaoyi., Wu, Yiqun., Gu, Donghong., Gan, Fuxi. 2010. "Spectral, Thermal and Optical Properties of Metal(II)-Azo Complexes for Optical Recording Media". **Dyes and Pigment**. 86:182-189.
- Mahalakshmi G., Balachandran V. 2014. "FTIR, FT-Raman and DFT Study of 3,3'-bis(Trifluoromethyl)Benzophenone and its Biological Activity with other Halogen (Cl, Br) Atoms". **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**. 124: 328-340.
- Martak, F., Onggo, D., Nugroho, A., Mufti, N., Yamim, B., (2009). "Synthesis and characterization of a bimetallic oxalate based magnet $[(C_9H_9)_4P][M(II)Cr(ox)_3]$ $M = Mn, Fe, Co, Ni, Cu$ ". **Current Research in Chemistry**. 1:1-7.

- Marquis R., Sheng J., Nguyen T., Baldeck J., Olsson J. 2006. "Antimicrobial actions of benzimidazoles against the oral anaerobes *Fusobacterium nucleatum* and *Prevotella intermedia*". **Archives of Oral Biology**. 51(11):1015–1023.
- Mavrova Anelia Ts., Anichina Kamelya K., Vuchev Dimitar I., Tsenov Jordan A., S Pavletta., Denkova., Kondeva Magdalena S., Micheva Mitha K.. 2006. "Antihelminthic Activity of Some Newly Synthesized 5(6)-(un)Substituted-1H-Benzimidazole-2-ylthioacetyl piperazine Derivatives". **European Journal of Medicinal Chemistry**. 41(12):1412-1420.
- Meyer, B.N., Ferrigni, N.R. Putnam, J.E., Jacobsen, L.B., Nichols, D.E., and McLaughin, J.L.1982. "Brine Shrimp : A Convenient general Bioassay for Active Plant Constituent". **Planta Medica**. 45:31-34.
- Movasaghi, Z., Rehman, S., Ur Rehman, DI. 2008. "Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy of Biological Tissues". **Applied Spectroscopy Reviews**. 43: 134-179.
- Nurhayati, A., Abdulgani, N., Febrianto, R. 2006. "Uji Toksisitas Ekstrak *Eucheuma Alvarezii* terhadap *Artemia Salina* sebagai uji pendahuluan potensi antikanker". **Akta Kimindo**. 2:41-46.
- Ociepa, B.M., Sokolowska, E.R., Michalska, D., 2012. "Revised Crystal and Molecular Structure, FT-IR Spectra and DFT Studies of Chlorotetrakis(imidazole) Copper(II) Chloride". **Journal of Molecular Structure**. 1028: 49-56.
- Oliveira M.C.B., Couto M.S.R., Severino P.C., Foppa T., Martins G.T.S., Szpoganicz B., Peralta R., Neves A., Terenzi H. 2005. "Nucleic acid cleavage by a Cu(II) polyaza macrocyclic complex". **Polyhedron**. 24:495-499.
- Pavia D. L., Lampman G. M. dan Kriz G. S. (2001) *Introduction to Spectroscopy*. Third ed., Thompson Learning Academic Resource Center, Bellingham, Washington
- Peng B., Chao H., Sun B., Gao F., Ji L.N., Zhang J., 2007. "Synthesis DNA-binding and photocleavage studies of

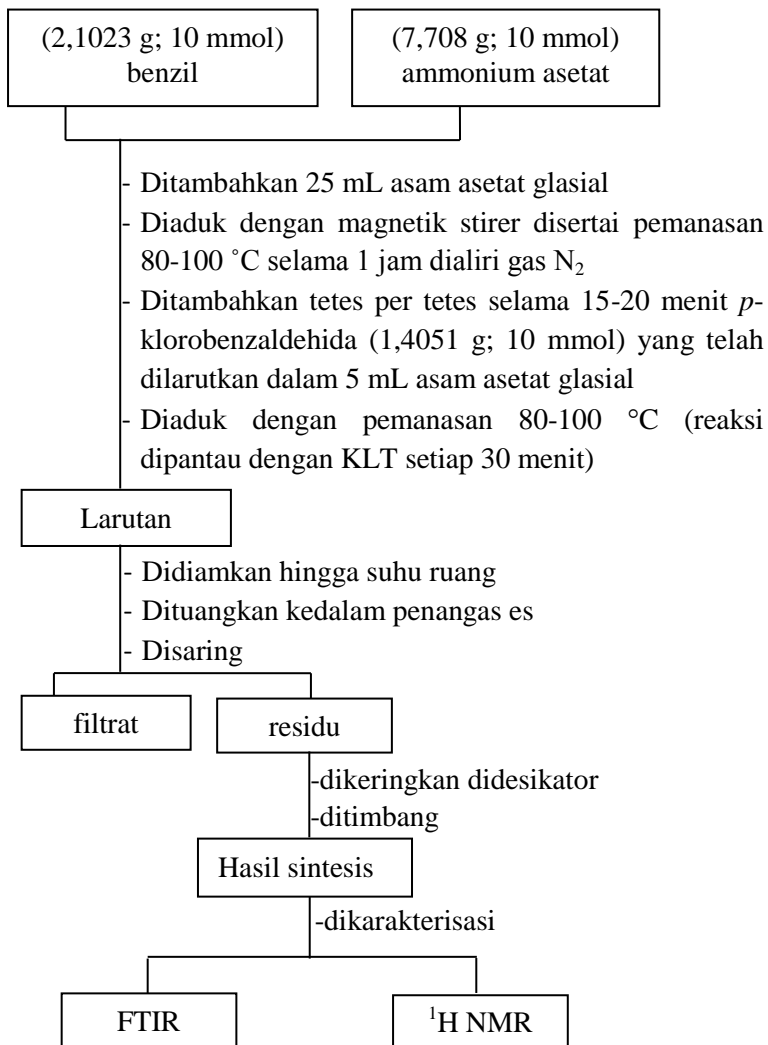
- cobalt(III) complexes $[Co(bpy)_2(dpta)]^{3+}$ and $[Co(bpy)_2(amp)]^{3+}$ ". **Trans. Met. Chem.** 32:271-277.
- Rahadjeng, S. 1997. *Sintesis dan Karakteristik Senyawa Koordinasi Inti Ganda Krom (III)–polipiridil dengan Ligan Gugus Jembatan 4,4'Bipiridin dan Pirazin*". Tesis. Universitas Indonesia. Jakarta.
- Rao Y.B. Shankar., Prasad M.V.S., Sri N. Udaya., Veeraiah V. 2016. "Vibrational (FTIR-FT Raman) and UV-Visible Spectroscopic Studies, HOMO-LUMO, NBO, NLO and MEP Analysis of Benzyl (Imino(1H-Pyrazol-1-yl) Carbamate using DFT Calculations". **Journal of Molecular Structure.** 1108: 567-582.
- Reutzel-Edens. 2004. "Thermal Methods in the Study of Polymorphs and Solvates". **Lilly Research Laboratories Eli Lilly and Company Indianapolis.** IN 46285.
- Roman Gheorghe., Riley John G., Vlahakis Jason Z., Kinobe Robert T., Brien James F., Nakatsu Kanji., Szarek Walter A. 2007. "Heme Oxygenase Inhibition by 2-Oxy-Substituted 1-(1H-Imidazol-1-yl)-4-phenylbutanes: Effect of Halogen Substitution in the Phenyl Ring". **Bioorganic and Medicinal Chemistry.** 15(9):3225-3234.
- Servusova Barbora., Vobickova Jana., Paterova Pavla., Kubicek Vladimir., Kunes Jiri., Dolezal Martin., Zitko Jan. 2013. "Synthesis and Antimycobacterial Evaluation of N-Substituted 5-Chloropyrazine-2-Carboxamides". **Bioorganic and Medicinal Chemistry Letters.** 23(12):3589-3591.
- Shalini Kumari., Sharma Pramod Kumar., Kumar Nitin. 2010. "Imidazole and its Biological Activities: A review". **Pelagia Research Library.** 1(3):36-47
- Silver G.C., Trogler W.C. 1995. "Efficient cleavage of DNA by iron(III) triazacyclononane derivatives. **J. Am. Chem. Soc.** 117: 3983-3993.
- Skoog, A., Douglas, H., James, F. 1997. "Principles of Instrumental Analysis Fifth Edition". Australia:Thomas Learning Inc.

- Ucucu Umit., Karaburun Nalan Gundogdu., Isikdag Ilhan.
"Synthesis and Analgesic Activity of Some 1-Benzyl-2-Substituted-4,5-diphenyl-1H-Imidazole Derivatives". **II Farmaco**. 56(4):285-290.
- Widom J., Baldwin R.L. 1980. "Cation-induced toroidal condensation of DNA: studies with $Co^{3+}(NH_3)_6$ ". **J. Mol. Biol.** 144:431-453.
- Widom J., Baldwin R.L. 1983. "Inhibition of cation-induced DNA condensation by intercalating dyes". **Biopolymers**. 22:1595.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

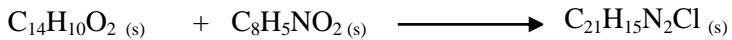
LAMPIRAN

A. Skema Kerja Sintesis Senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol



B. Perhitungan Rendemen Senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Stoikiometri reaksi sintesis senyawa 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol



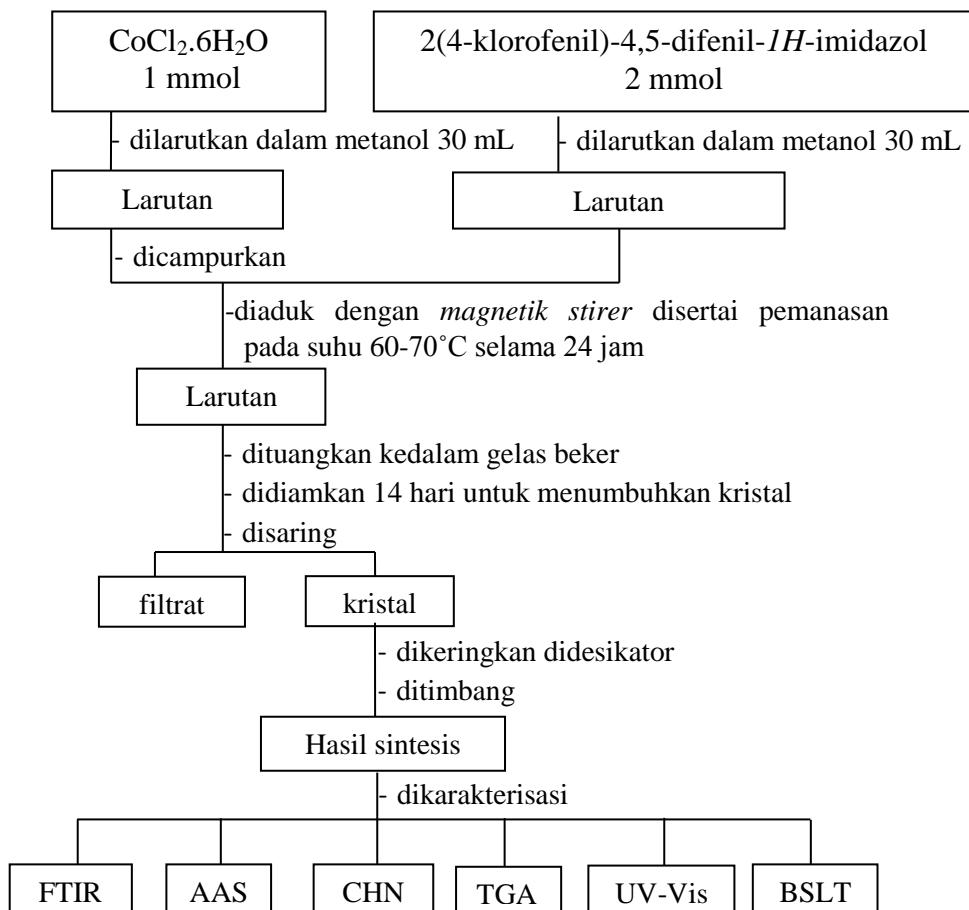
	M	10 mmol	10 mmol	
	R	10 mmol	10 mmol	10 mmol
	S	-	-	10 mmol

$$\begin{aligned} \text{massa (secara teori)} &= n \cdot M_r \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 330,71 \text{ g/mol} \\ &= 3,3071 \text{ g} \end{aligned}$$

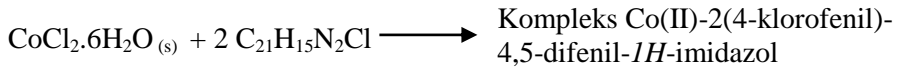
$$\text{massa hasil percobaan} = 2,3774 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \% \text{Rendemen} &= \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{2,3774 \text{ g}}{3,3071 \text{ g}} \times 100 \% \\ &= 71,89 \% \end{aligned}$$

C. Skema Kerja Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol



D. Rendemen Kompleks Co(II) dengan Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol



1 mmol	2 mmol	
1 mmol	1 mmol	1 mmol
-	1 mmol	1 mmol

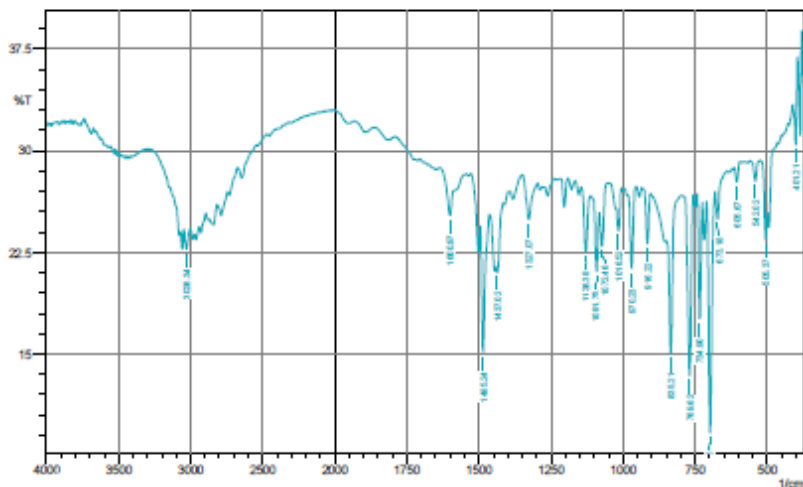
$$\begin{aligned} \text{Massa teori kompleks} &= \text{mol kompleks} \times \text{Mr kompleks} \\ &= 1 \text{ mmol} \quad \times \quad 826,541 \text{ g/mol} \\ &= 394,21 \text{ mg} \\ &= 0,8265 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Massa percobaan} = 0,5397 \text{ g}$$

$$\% \text{Rendemen} = \frac{0,5397 \text{ g}}{0,8265 \text{ g}} \times 100\% = 65,29\%$$

LAMPIRAN 2 SPEKTRUM FTIR LIGAN

 SHIMADZU

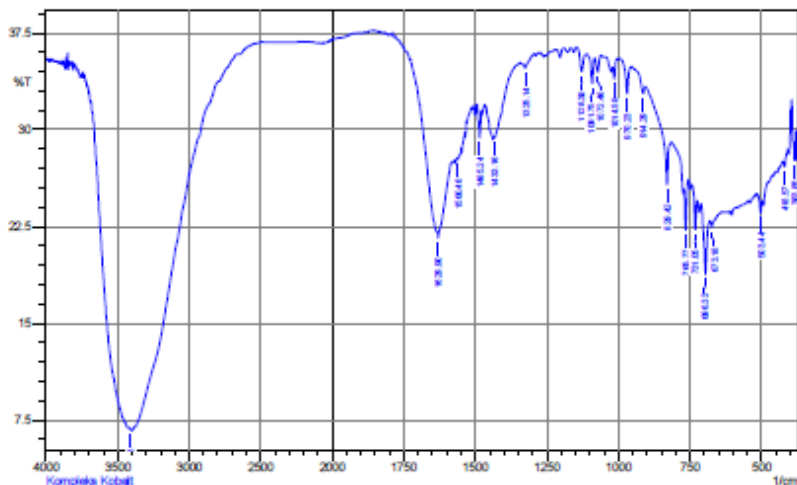


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	401.21	30.421	5.192	410.85	395.42	7.503	0.49
2	505.37	23.387	2.951	524.66	499.58	14.367	0.229
3	542.02	27.758	1.447	551.66	524.66	14.645	0.218
4	605.67	27.674	1.281	615.31	596.02	10.563	0.18
5	673.18	25	2.305	680.89	638.46	23.959	0.342
6	698.25	9.164	17.327	709.83	682.82	20.443	4.893
7	734.9	17.6	8.613	742.62	727.19	10.474	1.479
8	769.62	13.383	13.216	798.56	758.05	27.001	3.719
9	835.21	14.988	9.373	850.64	800.49	32.214	2.195
10	916.22	23.141	3.851	935.51	904.64	18.184	0.656
11	970.23	21.275	5.691	981.8	954.8	16.403	1.063
12	1016.52	24.07	2.379	1024.24	1006.88	10.407	0.4
13	1072.46	22.938	3.108	1082.1	1047.38	20.483	0.463
14	1091.75	21.071	4.659	1111.03	1084.03	16.565	0.761
15	1128.39	22.514	4.449	1145.75	1112.96	19.591	0.935
16	1327.07	24.896	3.074	1348.29	1296.21	29.919	1.051
17	1437.02	21.024	1.134	1440.87	1415.8	15.715	0.212
18	1485.24	15.121	9.591	1494.88	1464.02	21.19	2.55
19	1600.97	25.22	2.366	1635.69	1585.54	28.395	0.59
20	3028.34	22.721	1.498	3047.63	3003.27	27.912	0.593

Gambar 1. FTIR Ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

LAMPIRAN 4 FTIR KOMPLEKS Co(II)

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	383.85	27.612	1.925	387.7	379.99	4.215	0.128
2	418.57	27.12	0.756	424.35	408.92	8.596	0.063
3	503.44	23.515	1.183	516.94	497.65	11.812	0.131
4	673.18	22.408	0.604	682.82	663.53	12.386	0.078
5	696.33	18.771	4.793	711.76	682.82	19.244	1.1
6	731.05	22.234	2.649	744.55	725.26	11.869	0.294
7	765.77	22.193	3.543	771.55	756.12	9.461	0.397
8	829.42	25.714	3.861	906.57	817.85	45.772	0.763
9	914.29	32.785	0.811	954.8	906.57	22.546	0.026
10	970.23	32.775	2.377	995.3	954.8	18.685	0.33
11	1014.59	33.921	1.197	1020.38	1004.95	7.073	0.075
12	1072.46	34.455	1.225	1084.03	1060.88	10.504	0.144
13	1091.75	33.576	2.084	1111.03	1084.03	12.286	0.211
14	1128.39	34.494	1.605	1147.68	1111.03	16.441	0.229
15	1325.14	34.745	0.53	1332.86	1296.21	16.568	0.085
16	1433.16	29.393	0.169	1435.09	1410.01	13.049	0.055
17	1485.24	29.333	2.384	1492.95	1479.45	6.969	0.241
18	1560.46	27.697	0.339	1564.32	1539.25	13.721	0.112
19	1629.9	21.604	0.976	1633.76	1587.47	28.589	0.499
20	3408.33	6.749	0.07	3417.98	3404.47	15.767	0.042

Gambar 3. FTIR Senyawa Kompleks Co(II)

LAMPIRAN 5 PERHITUNGAN KADAR LOGAM DALAM KOMPLEKS

A. Pembuatan larutan logam untuk kurva kalibrasi:

a. Konsentrasi larutan logam = 100 ppm = 100 mg/L

$$= 100 \text{ mg} / 1000 \text{ mL}$$

$$= 10 \text{ mg} / 100 \text{ mL}$$

= 0,01 gram logam kobalt(II) ke dalam 100 mL pelarut

b. Massa logam = $\frac{\text{Mr CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Co}} \times \text{massa Co}$

$$\text{Ar Co}$$

$$= \frac{237,863 \text{ g/mol}}{58,933 \text{ g/mol}} \times 0,01 \text{ gram}$$

$$= 0,0404 \text{ gram}$$

c. Pengenceran larutan standard konsentrasi 100 ppm menjadi 1, 3, 5, 7 dan 9 ppm :

➤ Konsentrasi 1 ppm : $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 1$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

➤ Konsentrasi 3 ppm : $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 3$$

$$V_1 = 1,5 \text{ mL}$$

➤ Konsentrasi 5 ppm : $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 5$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

➤ Konsentrasi 7 ppm : $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 7$$

$$V_1 = 3,5 \text{ mL}$$

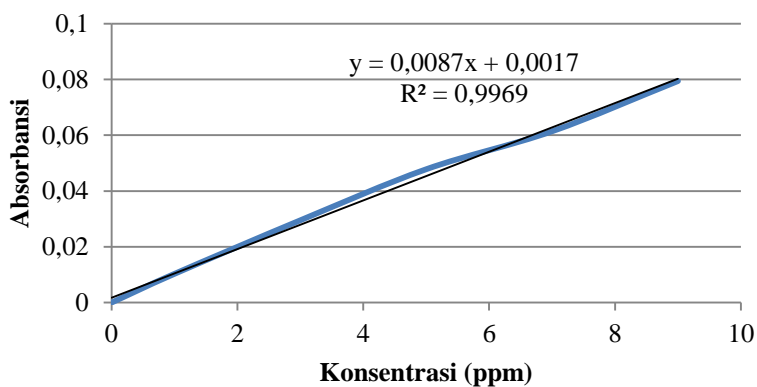
➤ Konsentrasi 9 ppm : $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 9$$

$$V_1 = 4,5 \text{ mL}$$

Tabel 1. Data Absorbansi Larutan Standart Logam Kobalt(II)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0,0103
3	0,0295
5	0,0478
7	0,0614
9	0,0794

**Gambar 4.** Kurva kalibrasi larutan standar

Persamaan regresi linier :

$$y = ax + b$$

$$y = 0,0087x + 0,0017$$

Konsentrasi untuk cuplikan 1 :

$$y = 0,0087x + 0,0017$$

$$0,052 = 0,0087x + 0,0017$$

$$0,052 - 0,0017 = 0,0087x$$

$$0,0503 = 0,0087x$$

$$x = 5,782$$

- d. Konsentrasi larutan kompleks= 100 ppm =100 mg/L
 =100 mg/1000 mL
 =10 mg/100 mL
 =0,01 gram kompleks ke dalam 100 mL pelarut
- e. Massa cuplikan $= \frac{\text{Mr cuplikan}}{\text{Ar Co}} \times \text{massa Co}$
 $= \frac{826,541 \text{ g/mol}}{58,933 \text{ g/mol}} \times 0,01 \text{ gram}$
 $= 0,140 \text{ gram}$
- f. Pengenceran larutan cuplikan konsentrasi 100 ppm menjadi 5 ppm kedalam labu ukur 10 mL= 0,01 L
 $V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$
 $V_1 \times 100 \text{ mL} = 10 \text{ mL} \times 5 \text{ ppm}$
 $V_1 = 0,5 \text{ mL}$

Tabel 2. Data absorbansi kobalt dalam cuplikan

Cuplikan	Absorbansi	Konsentrasi terbaca AAS (ppm)
Larutan Kompleks	0,052	5,771

Massa kobalt

$$= \frac{5,771 \text{ mg/L} \times 826,541 \text{ g/mol} \times 0,01 \text{ L}}{58,933 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,809 \text{ mg}$$

Persentase kobalt dalam cuplikan

$$= \frac{5,782 \text{ mg/L} \times 0,01 \text{ L}}{0,809 \text{ mg}} \times 100\%$$

$$= 7,146\%$$

LAMPIRAN 6 ANALISA UNSUR CHN

EAGER 300 REPORT

Page	: 1	
Sample	: Complexe Cobalt(II)	
Method Name	: CHN	
Method File	: C:\ProgramFiles\ThermoFinnigan\Eage300forEA1112\CHN\Nov	
Chromatogram	: unk 27	
Operator ID	: Bakri bin Din	Company Name: Thermo Finnigan
Analyzed	: 07/11/2016 08:03	Printed : 07/11/2016 08:37
Sample ID	: 1 (#27)	Instrument N : Instrument #1
Analysis Type	: Unknown (Area)	Sample Weight : 1,703 mg
Calib Method	: Using 'K Factor'	

Element Name	%	Time Area	BC	Area	Ratio	K Factor
Carbon	61,0375	75	4229579	RS	1,230000	-441374E+07
Hydrogen	5,1739	213	1583655	RS	2,770770	-129746E+09
Nitrogen	6,7794	49	31687	RS	138,829700	-187933E+07

Gambar 5. Hasil CHN Analyzer

Perhitungan C, H, N secara teori

L=2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol Mr=329,792 g/mol
 Ar H=1,007 g/mol; Ar C=12,011 g/mol; Ar N=14,006 g/mol, Ar
 Cl=35,453 g/mol

1. [Co(II)L₂(H₂O)₄] Mr=790,533 g/mol

$$\%C = \frac{42 \times 12,011}{790,533} \times 100\%$$

$$= 63,813\%$$

$$\%H = \frac{38 \times 1,007}{790,533} \times 100\%$$

$$= 4,840\%$$

$$\%N = \frac{4 \times 14,006}{790,533} \times 100\%$$

$$= 7,087\%$$

2. [Co(II)L₂(H₂O)₄]·H₂O Mr=808,537 g/mol

$$\%C = \frac{42 \times 12,011}{808,537} \times 100\%$$

$$= 62,392\%$$

$$\%H = \frac{40 \times 1,007}{808,537} \times 100\%$$

$$= 4,982\%$$

$$\begin{aligned} \%N &= \frac{4 \times 14,006}{808,537} \times 100\% \\ &= 7,289\% \end{aligned}$$

3. $[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Mr=826,541 g/mol

$$\begin{aligned} \%C &= \frac{42 \times 12,011}{826,541} \times 100\% \\ &= 61,033\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \%H &= \frac{42 \times 1,007}{826,541} \times 100\% \\ &= 5,117\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \%N &= \frac{4 \times 14,006}{826,541} \times 100\% \\ &= 7,130\% \end{aligned}$$

4. $[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot \text{Cl}_2$ Mr=861,439 g/mol

$$\begin{aligned} \%C &= \frac{42 \times 12,011}{861,439} \times 100\% \\ &= 58,560\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \%H &= \frac{38 \times 1,007}{861,439} \times 100\% \\ &= 4,442\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \%N &= \frac{4 \times 14,006}{861,439} \times 100\% \\ &= 6,503\% \end{aligned}$$

5. $[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot \text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Mr=879,443 g/mol

$$\begin{aligned} \%C &= \frac{42 \times 12,011}{879,443} \times 100\% \\ &= 57,361\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \%H &= \frac{40 \times 1,007}{879,443} \times 100\% \\ &= 4,580\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \%N &= \frac{4 \times 14,006}{879,443} \times 100\% \\ &= 6,370\% \end{aligned}$$

6. $[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot\text{Cl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Mr=897,447 g/mol

$$\% \text{C} = \frac{42 \times 12,011}{897,447} \times 100\%$$

$$= 56,210\%$$

$$\% \text{H} = \frac{42 \times 1,007}{897,447} \times 100\%$$

$$= 4,809\%$$

$$\% \text{N} = \frac{4 \times 14,006}{897,447} \times 100\%$$

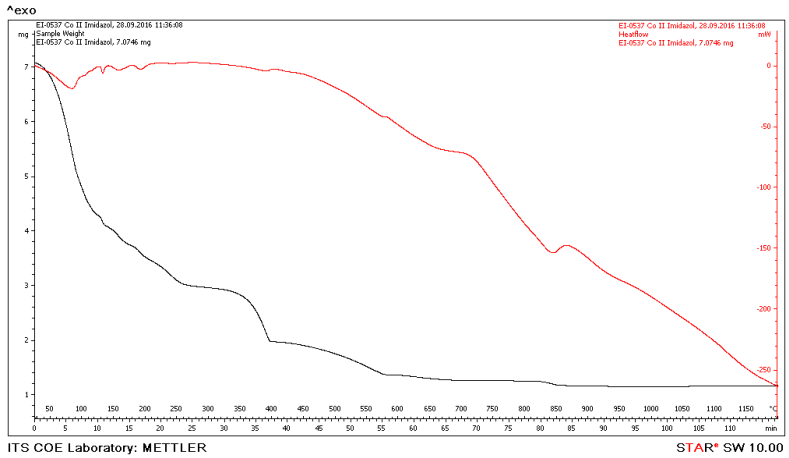
$$= 6,242\%$$

Tabel 3. Perbandingan nilai teoritis dan eksperimen pada unsur CHN

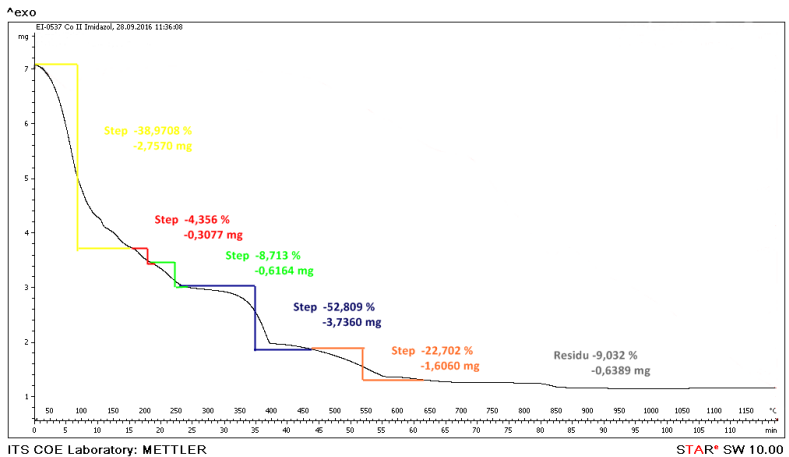
Variasi	%C	%H	%N
Sampel	61,038	5,174	6,779
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]$	63,813	4,840	7,087
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$	62,392	4,982	6,929
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$	61,033	5,117	6,778
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot\text{Cl}_2$	58,560	4,442	6,503
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot\text{Cl}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$	57,361	4,580	6,370
$[\text{Co(II)L}_2(\text{H}_2\text{O})_4]\cdot\text{Cl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$	56,211	4,809	6,242

L=2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol

LAMPIRAN 7 TERMOGRAVIMETRI (TGA)



Gambar 6. TGA Kompleks Co(II) dengan *Heatflow*



Gambar 7. Dekomposisi Kompleks Co(II) TGA

LAMPIRAN 8
UJI TOKSISITAS *BRINE SHRIMP LETHALITY TEST*
(BSLT)

Tabel 4. Persentase kematian larva *Artemia salina* dalam larutan ligan dan kompleks

Konsentrasi (ppm)	Log konsentrasi	Ligan		Kompleks Co(II)		% Kematian	
		Mati	Hidup	Mati	Hidup	Ligan	Kompleks Co(II)
0	0	0	10	0	10	0	0
		0	10	0	10		
		0	10	0	10		
50	1,69	4	6	1	9	46,67	16,67
		5	5	2	8		
		5	5	2	8		
100	2	6	4	5	5	66,67	43,33
		7	3	4	6		
		7	3	4	6		
150	2,18	8	2	5	5	86,67	60
		9	1	7	3		
		9	1	6	4		
200	2,3	9	1	8	2	93,33	83,33
		9	1	8	2		
		10	0	9	1		
250	2,39	10	0	9	1	100	93,33
		10	0	9	1		
		10	0	10	0		

Perhitungan nilai LC₅₀

Digunakan persamaan linier :

$$y = 40,381x - 5,5139$$

$$y = 50$$

Antilog x = nilai LC₅₀. Dengan dimasukkan nilai y=50

$$50 = 40,381x - 5,5139$$

$$x = 1,375$$

anti log x = 23,71

Jadi nilai LC₅₀ = 23,71 ppm untuk Ligan

Digunakan persamaan linier :

$$y = 34,342x - 10,999$$

$$y = 50$$

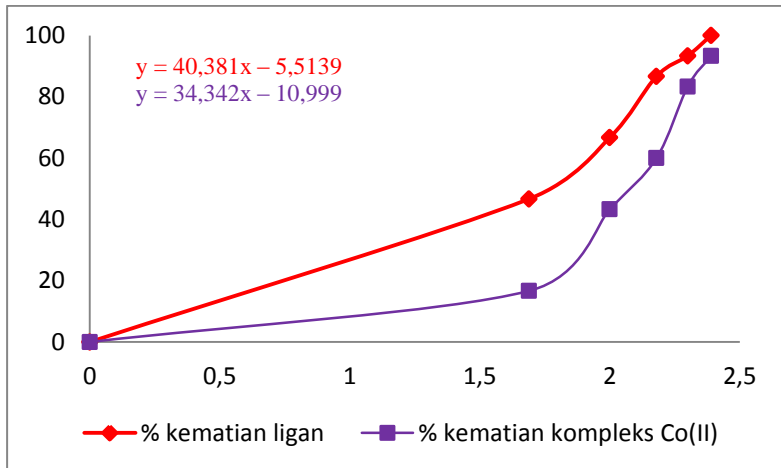
Antilog x = nilai LC_{50} . Dengan dimasukkan nilai $y=50$

$$50 = 34,342x - 10,999$$

$$x = 1,776$$

$$\text{anti log } x = 59,70$$

Jadi nilai $LC_{50} = 59,70$ ppm untuk Kompleks Co(II)



Gambar 8. Kurva BSLT ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H Imidazol dan Kompleks Co(II)



Penulis akrab disapa Iin memiliki nama lengkap Iin Candrawati, merupakan anak pertama lahir di Bojonegoro pada 29 Nopember 1994. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Bayangkari Kalimantan Tengah (2000), SDN 1 Manukan (2006), SMPN 1 Kalitidu (2009) dan SMAN 1 Kalitidu (2012). Pada tahun 2012, penulis diterima di jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui jalur SNMPTN Bidikmisi dan terdaftar dengan NRP 1412100008. Penulis mengambil bidang minat Kimia Bahan Alam dan Sintesis-Senyawa Kompleks di bawah bimbingan Drs. Agus Wahyudi M.S. dan Dr. Fahimah Martak, M.Si. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis juga mendapatkan beasiswa SDM IPTEK Mutiara. Prestasi yang telah diraih Medali Perak PIMNAS XXIX Institut Pertanian Bogor, “*Best Presenter*” *Chemistry Student Conference* di Universitas Indonesia, Finalis *International Natural Science Tournament* di Novosibirsk State University (NSU) Russia, juara 2 lomba debat sosial politik HIMKA dan pertukaran budaya dalam *International ASEAN Culture Camp* di Thailand. Penulis aktif dalam kegiatan organisasi mahasiswa ITS sebagai Dewan Perwakilan Angkatan 2012, BEM ITS Muda Bersahabat, Ketua Muslimah CIS 2014/2015, Ketua SC Forum Perempuan ITS 2015, Hakim 2 Mahkamah Mahasiswa ITS 2015, anggota Forum Indonesia Muda dan tim kawal pekan Ilmiah Mahasiswa ITS. Filosofi penulis adalah “Dandelion”. Penulis dapat dihubungi melalui iin_candrawati@yahoo.co.id.