



SKRIPSI SK141501

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS
TEMBAGA(II) DENGAN LIGAN [N,N'-
BIS(SALISILIDEN)-1,2-FENILENDIAMIN]**

**IRMA SOFIANA AGUSTIN
1413 100 068**

**Dosen Pembimbing :
Dr. Fahimah Martak, M.Si.
Prof. Mardi Santoso, Ph.D.**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKAN DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



SCRIPT SK141501

**SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF COPPER(II)
COMPLEX WITH [N,N'-BIS(SALICYLIDENE)-1,2-
PHENYLENEDIAMINE] LIGAND**

**IRMA SOFIANA AGUSTIN
1413 100 068**

**Advisor Lecturer :
Dr. Fahimah Martak, M.Si
Prof. Mardi Santoso, Ph.D.**

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

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS
TEMBAGA(II) DENGAN LIGAN
[N,N'-BIS(SALISILIDEN)-1,2-FENILENDIAMIN]**

SKRIPSI

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan
program S-1 Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Disusun Oleh :

IRMA SOFIANA AGUSTIN

NRP. 1413 100 068

DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2017

HALAMAN PENGESAHAN

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS
TEMBAGA(II) DENGAN LIGAN
[N,N'-BIS(SALISILIDEN)-1,2-FENILENDIAMIN]**

SKRIPSI

Oleh :

IRMA SOFIANA AGUSTIN

NRP. 1413 100 068

Surabaya, 25 Juli 2017

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



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



Prof. Mardi Santoso, Ph.D.
NIP. 19650131 198910 1 001

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia,



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

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT karena berkat rahmat dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(Salisiliden)-1,2-Fenilendiamin]”.

Tugas akhir ini tidak dapat terwujud tanpa bantuan, dukungan, dan dorongan dari semua pihak, oleh karena itu penulis berterima kasih kepada :

1. Dr. Fahimah Martak, M.Si. dan Prof. Mardi Santoso, Ph.D., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan selama proses penyelesaian tugas akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., selaku Ketua Jurusan FMIPA ITS atas fasilitas yang telah diberikan sehingga tugas akhir ini dapat diselesaikan dengan baik.
3. Ibu Prof. Dr. rer. nat. Irmina Kris Murwani selaku dosen wali atas semua arahan yang diberikan.
4. Bapak Prof. Taslim Ersam selaku Kepala Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis atas bantuan fasilitas dan motivasi yang diberikan.
5. Semua pihak yang telah membantu yang tidak mungkin saya sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini tidak lepas dari kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk dapat meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga skripsi ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Penulis

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS
TEMBAGA(II) DENGAN LIGAN
[N,N'-BIS(SALISILIDEN)-1,2-FENILENDIAMIN]**

Nama : Irma Sofiana Agustin
NRP : 1413 100 068
Jurusan : Kimia
Pembimbing : 1. Dr. Fahimah Martak, M.Si.
2. Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

ABSTRAK

Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] dan senyawa kompleks Tembaga(II) dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]) berhasil di sintesis menggunakan refluks selama 2 jam. Ligan hasil sintesis berbentuk persegi panjang berwarna oranye cerah dengan rendemen sebesar 99,59%. Sedangkan senyawa kompleks hasil sintesis berbentuk balok kristal berwarna coklat dengan rendemen sebesar 31,66%. Hasil FTIR ligan menunjukkan puncak serapan pada 3446 dan 1612 cm^{-1} . Sedangkan kompleks menunjukkan puncak pada 1608, 536, dan 397 cm^{-1} . Hasil analisis UV-Vis menunjukkan perbedaan puncak antara ligan dan kompleks. Hasil MS menunjukkan massa relatif kompleks sebesar 377,8 m/z. Hasil BSLT menghasilkan nilai LC_{50} ligan sebesar 147,4396 ppm sedangkan nilai LC_{50} kompleks sebesar 183,5602 ppm.

Kata kunci : turunan salen, [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin], toksisitas, kompleks, tembaga(II)

**SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF COPPER(II)
COMPLEX WITH [N,N'-BIS(SALICYLIDENE)-1,2-
PHENYLENEDIAMINE] LIGAND**

Name : Irma Sofiana Agustin
Student No : 1413 100 068
Department : Chemistry
Advisor : 1. Dr. Fahimah Martak, M.Si.
2. Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

ABSTRACT

Copper(II) complex with [N,N'-bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine]ligand and it's ligand had been synthesized using reflux for 2 hours. Orange crystall ligand had been collected with 99,59 % yield, and brown block crystall complex had been collected with 31,66 % yield. FTIR spectra of ligand showed characteristics peaks at wavenumbers 3446 and 1612 cm^{-1} , but complex showed characteristics peaks at wavenumbers 1608, 536, dan 397 cm^{-1} . UV-Vis spectra of ligand and complex has different peak. MS result showed the relative mass of complex is 377,8 m/z. Toxicity test was observed by Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) method. The LC_{50} value of ligand is 147,4396 mg/L, and LC_{50} value of ligand is 183,5602 mg/L.

Keyword : salen derivative, [N,N'-bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine], toxicity, complex, copper(II)

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan	3
1.3 Tujuan	4
1.4 Manfaat	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Senyawa Kompleks.....	5
2.2 Basa <i>Schiff</i>	6
2.3 Salen.....	7
2.4 Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan Turunan Salen.....	7
2.5 Karakterisasi	8
2.5.1 Kromatografi Lapis Tipis.....	8
2.5.2 Analisis Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Inframerah (FTIR)	8
2.5.3 Spektrometer NMR.....	9
2.5.4 Analisis Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis	9
2.5.5 Analisis Kadar Logam dengan Spektrofotometer Serapan Atom	10
2.5.6 Analisis Termogravimetri (TGA)	11
2.5.7 Analisis SEM-EDX	11
2.5.8 Analisis <i>Mass Spectroscopy</i> (MS).....	12

2.6 Uji Toksisitas (<i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT)).....	12
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	13
3.1 Alat dan Bahan	13
3.1.1 Alat	13
3.1.2 Bahan.....	13
3.2 Prosedur Penelitian	13
3.2.1 Sintesis Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].....	13
3.2.2 Karakterisasi Ligan.....	14
3.2.3 Sintesis Kompleks Logam Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	14
3.2.4 Karakterisasi Senyawa Kompleks	15
3.2.5 Uji Toksisitas <i>Brine Shrimp Lethality</i> (BSL)	16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	17
4.1 Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	17
4.1.1 Sintesis Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].....	17
4.1.2 Analisis Spektrofotometer Infra Merah Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	20
4.1.3 Analisis ¹ H NMR Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].....	22
4.2 Kompleks Tembaga(II) [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	25
4.2.1 Sintesis Kompleks Tembaga (II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	25
4.2.2 Analisis Spektrofotometer UV-Vis Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	25

4.2.3	Analisis Spektrofotometer Infra Merah Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	27
4.2.4	Analisis Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	29
4.2.5	Analisis Termogravimetri (TGA) Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].....	29
4.2.6	Analisis <i>Mass Spectroscopy</i> (MS) Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].....	31
4.2.7	Analisis SEM-EDX Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	32
4.3	Uji Toksisitas	34
BAB V	36
KESIMPULAN	37
5.1	Kesimpulan	37
5.2	Saran	37
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. 1 Salen dan Turunannya.....	1
Gambar 2. 1 Struktur Etilendiamina	6
Gambar 4. 1 Mekanisme Reaksi Pembentukan Ligan	18
Gambar 4. 2 Hasil Foto Mikroskop Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].....	19
Gambar 4. 3 KLT Reaktan dan Produk.....	19
Gambar 4. 4 KLT Tiga Titik dan 2D	20
Gambar 4. 5 Spektrum IR Ligan.....	21
Gambar 4. 6 Spektrum ¹ H-NMR Ligan	23
Gambar 4. 7 Struktur Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].....	24
Gambar 4. 8 Hasil Foto Senyawa Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] .	25
Gambar 4. 9 Spektra UV-Vis Ligan dan Kompleks Hasil Sintesis	26
Gambar 4. 10 Spektrum IR Kompleks Hasil Sintesis	28
Gambar 4. 11 Hasil Analisis TGA Kompleks Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	30
Gambar 4. 12 Hasil Analisis MS Kompleks Hasil Sintesis	31

Gambar 4. 13 Persebaran Unsur dari Hasil Analisis SEM-EDX Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	32
Gambar 4. 14 Komposisi Unsur Penyusun Senyawa Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	33

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Analisis IR Ligan N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	22
Tabel 4. 2 Hasil Analisis ¹ H- NMR	24
Tabel 4. 3 Hasil Analisis UV-Vis Ligan dan Kompleks	26
Tabel 4. 4 Analisis IR Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	27
Tabel 4. 5 Perbandingan Unsur Senyawa Kompleks Hasil Sintesis	33
Tabel 4. 7 Tabel Hasil Uji Toksisitas Ligan dan Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]	34

Karya ini kupersembahkan untuk Ibu, Ayah, dan semua keluarga

Dosen pembimbing dan penguji

Keluarga ANORTHITE (Kimia 2013)

Yayasan dan Paguyuban Karya Salemba Empat

serta seluruh teman-teman yang selalu memotivasi

ini sengaja dikosongkan”

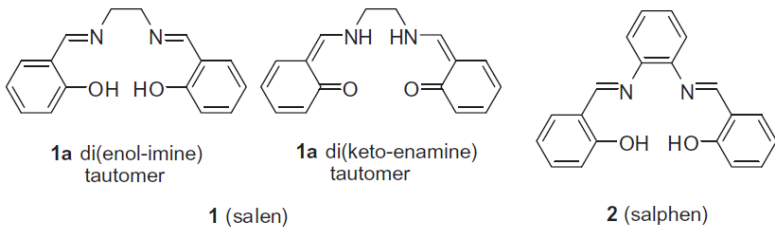
BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kompleks basa *Schiff* adalah salah satu jenis kompleks yang menjadi topik yang paling banyak dipelajari dalam kimia koordinasi. Hal ini disebabkan oleh kemudahan sintesis kompleks basa *Schiff*, fleksibilitas dan kegunaan kompleks yang luas. Kompleks Basa Schiff tidak hanya memainkan peran penting dalam pengembangan kimia koordinasi modern, namun juga dapat ditemukan dalam pengembangan biokimia anorganik, katalisis, magnetisme, pencitraan medis dan lain-lain (Mukherjee, 2007).

Salah satu contoh basa *Schiff* yang biasa digunakan yaitu salen dan turunannya (Cozzi, 2004). Salen atau turunannya dapat dihasilkan dari reaksi dua ekuivalen salisilaldehid dengan satu ekuivalen etilenadiamina/o-fenilenediamina (Asatkar et al., 2015). Salen serta turunannya ditunjukkan pada Gambar 1.1 berikut.



Gambar 1. 1 Salen dan Turunannya

Pada Gambar 1.1, terlihat bahwa terdapat turunan salen yang disebut dengan salphen, yang juga bisa disebut sebagai N,N'-bis(salisilidene)-1,2-fenilenediamin. Berdasarkan penelitian dari Hille et al, 2009, telah dikembangkan turunan salen sebagai zat pengkelat untuk ion logam seperti Mn(II/III), Fe(II/III),

Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Zn(II). Kompleks telah diuji untuk efek antiproliferatif pada sel kanker payudara MCF-7. Berdasarkan penelitian-penelitian yang telah dilaporkan tersebut serta kegunaannya dalam bidang biologis, N,N'-bis(salisilidene)-1,2-fenilenediamin digunakan dalam penelitian ini.

Pada senyawa kompleks, komponen yang penting selain ligan yaitu ion logam. Basa *Schiff* mudah disintesis dan membentuk kompleks dengan hampir semua ion logam (Ahmed et al., 2015). Diantara ion-ion logam yang penting dalam bidang biologis, ion Cu(II) banyak digunakan dalam senyawa kompleks (Al Amiry et al., 2014). Menurut Chattopadhyay tahun 2006, kompleks tembaga sangat diminati terutama karena keragamannya dalam geometri koordinasi, warna yang menarik, aplikasi teknis, struktur molekul yang bervariasi, sifat magnetik, kemampuan katalitik, sifat spektroskopi, selektivitas anion, dan aplikasinya pada bidang biokimia. Hal ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menyebutkan bahwa peningkatan kadar tembaga di berbagai jaringan berkaitan dengan perkembangan kanker (Gupte, 2009). Penelitian terbaru juga menyebutkan bahwa terdapat keterkaitan antara protein tembaga dengan perubahan metabolik pada sel kanker dan berperan penting dalam angiogenesis dengan merangsang proliferasi dan migrasi sel endotel manusia (Tisato, 2010).

Telah dilaporkan pula bahwa sejumlah kompleks Cu(II) menunjukkan aktivitas sitotoksik melalui sel apoptosis atau penghambatan enzim (Tripathi, 2007). Sharma et al. tahun 2005 menyebutkan bahwa Bis(5-nitrofur-2-carboksaldehidtiosemikarbazon) tembaga(II) klorida menunjukkan aktivitas antiamoebik in vitro melawan rantai HK-9 *Entamoeba histolytica* dengan nilai IC₅₀ lebih rendah dari metronidazole.

Milacic et al. dalam penelitiannya pada tahun 2008 juga menjelaskan tentang kemampuan Kompleks pirolidin ditiokarbamate-seng(II) dan ditiokarbamate-tembaga(II) dalam menginduksi apoptosis pada sel tumor dengan cara menghambat aktivitas proteasomal. Dalam penelitian tersebut, diketahui bahwa kompleks tembaga(II) memiliki kemampuan lebih kuat dalam menghambat proteasom dan menginduksi apoptosis jika dibandingkan dengan kompleks Zn(II). Oleh karena itu, berdasarkan kemampuan dan kegunaan tembaga dalam berbagai bidang biologis, dalam penelitian ini digunakan ion logam Cu(II) pada pembentukan kompleks dengan ligan turunan salen yaitu [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].

1.2 Permasalahan

Berdasarkan latar belakang yang sudah dijelaskan pada sub bab sebelumnya, permasalahan yang akan dibahas pada penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana sintesis ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] ?
2. Bagaimana sintesis kompleks tembaga(II) dari sumber ion logam $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]
3. Bagaimana morfologi dan komposisi unsur pada senyawa kompleks hasil sintesis?
4. Bagaimana toksisitas senyawa kompleks hasil sintesis berdasarkan uji menggunakan BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*)?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mendapatkan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].
2. Mendapatkan kompleks tembaga(II) yang disintesis dari sumber ion logam $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].
3. Mengetahui morfologi dan komposisi unsur penyusun senyawa kompleks tembaga(II) yang disintesis dari sumber ion logam $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].
4. Mengetahui toksisitas senyawa kompleks tembaga(II) yang disintesis dari sumber ion logam $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] berdasarkan nilai LC_{50} .

1.4 Manfaat

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

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks adalah senyawa yang tersusun atas suatu ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat. Donasi pasangan elektron ligan kepada ion logam pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks juga disebut senyawa koordinasi (Cotton, 1984).

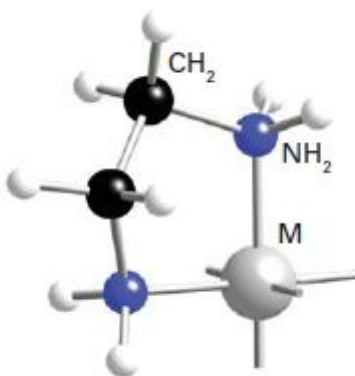
Ligan merupakan ion atau molekul yang bisa berdiri sendiri. Dua contoh kompleks yaitu $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$, dimana ion Co^{3+} dikelilingi oleh enam ligan NH_3 , dan $[\text{Na}(\text{H}_2\text{O})_6]^+$, dimana ion Na^+ dikelilingi oleh enam ligan H_2O .

$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ merupakan senyawa koordinasi. Senyawa kompleks (koordinasi) merupakan kombinasi asam Lewis (atom logam pusat) dengan sejumlah basa Lewis (ligan-ligan). Atom pada ligan basa Lewis yang membentuk ikatan ke atom pusat disebut atom pendonor karena mendonorkan elektron dalam ikatan. N merupakan atom pendonor ketika NH_3 berperan sebagai ligan, dan O merupakan atom pendonor ketika H_2O berperan sebagai ligan. Atom ligan atau ion, asam Lewis dalam kompleks, merupakan akseptor atom. Semua logam, dari semua bagian table periodic, membentuk kompleks.

Beberapa ligan hanya memiliki satu pasang donor elektron dan hanya akan mempunyai satu titik ikatan ke logam. Ligan tersebut diklasifikasikan sebagai ligan monodentat. Ligan yang mempunyai dua titik ikatan disebut bidentat, sedangkan tridentat untuk tiga titik, dan seterusnya. Ligan yang mempunyai lebih dari satu titik diklasifikasikan sebagai ligan polidentat. Sedangkan ligan yang memiliki lebih dari satu donor atom yang

potensial disebut ligan ambidentat. Sebagai contoh yaitu ion tiosianat (NCS^-), yang bisa mengikat ke logam melalui atom N untuk membentuk kompleks tiosianat-N, atau melalui atom S untuk membentuk kompleks tiosianat-S. Contoh lain dari ligan ambidentat yaitu NO_2^- .

Ligan polidentat dapat memproduksi khelat, kompleks yang ligannya membentuk sebuah cincin yang terdiri dari atom logam. Contohnya yaitu ligan bidentat etilendiamin (1,2-diaminoetana, en, $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$), yang membentuk cincin lima ketika kedua atom N terikat ke atom logam yang sama (Atkins, 2010), yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 berikut.



Gambar 2. 1 Struktur Etilendiamina

2.2 Basa Schiff

Basa *Schiff* merupakan ligan yang dapat berkoordinasi dengan ion logam melalui nitrogen imina dan gugus lain. Pemakaian basa *Schiff* masih dilakukan oleh kimiawan modern, bahkan basa *Schiff* dianggap sebagai ligan yang istimewa. Faktanya, basa *Schiff* dapat menstabilkan logam yang berbeda

dalam keadaan oksidasi yang berbeda serta mengendalikan kinerja logam dalam transformasi katalitik (Cozzi, 2004).

Ligan basa *Schiff* dapat dibentuk melalui kondensasi dari amina primer dan aldehida. Imina yang dihasilkan ($R_1HC=NR_2$) berpartisipasi dalam ikatan dengan ion logam melalui pasangan elektron bebas. Seperti aldehid, keton juga dapat membentuk ligan basa *Schiff* ($R_1R_2C=N-R_3$), walaupun jika menggunakan keton, basa *Schiff* belum terbentuk sempurna (Gupta, 2007).

2.3 Salen

Salah satu contoh basa *Schiff* yaitu salen. Salen dan turunannya dapat disintesis dari senyawa salisilaldehida dengan senyawa etilendiamina ataupun turunan keduanya. Ligan salen dan turunannya mudah membentuk kompleks dengan hampir seluruh ion logam. Selain itu, kompleks ligan salen telah terbukti berguna untuk berbagai perubahan asimetrik (Sharma et al., 2005).

2.4 Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan Turunan Salen

Tembaga adalah salah satu ion logam transisi yang paling penting. Tembaga sudah diteliti untuk kompleksasi dengan beberapa jenis ligan dalam kondisi oksidasi paling stabil, yaitu 2^+ (Uhlig et al., 1965).

Basa *Schiff* tembaga banyak ditemukan penggunaannya sejak tembaga(I) dapat distabilkan oleh basa *Schiff* dan digunakan dalam transfer nitrin (Muller, 2003). Kompleks logam salen telah banyak diterapkan dalam berbagai reaksi katalitik. Sejumlah besar kompleks menunjukkan aktivitas katalitik yang baik pada beberapa reaksi, salah satunya pada reaksi oksidasi (Sharma et al., 2005).

2.5 Karakterisasi

2.5.1 Kromatografi Lapis Tipis

KLT (Kromatografi Lapis Tipis) digunakan untuk menentukan banyaknya komponen dalam campuran, identifikasi senyawa, memantau berjalannya suatu reaksi, menentukan efektivitas pemurnian, menentukan kondisi yang sesuai untuk kromatografi kolom, serta memantau kromatografi kolom, melakukan screening sampel untuk obat.

Analisis kualitatif dengan KLT dapat dilakukan untuk uji identifikasi senyawa baku. Parameter pada KLT yang digunakan untuk identifikasi adalah nilai R_f . Analisis kuantitatif dilakukan dengan 2 cara, yaitu mengukur bercak langsung pada lempeng dengan menggunakan ukuran luas atau dengan teknik densitometri dan cara berikutnya adalah dengan mengerok bercak lalu menetapkan kadar senyawa yang terdapat dalam bercak dengan metode analisis yang lain, misalnya dengan metode spektrofotometri. Dan untuk analisis preparatif, sampel yang ditotolkan dalam lempeng dengan lapisan yang besar lalu dikembangkan dan dideteksi dengan cara yang nondestruktif. Bercak yang mengandung analit yang dituju selanjutnya dikerok dan dilakukan analisis lanjutan (Gandjar, 2007).

2.5.2 Analisis Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer

Inframerah (FTIR)

Spektroskopi infra merah merupakan suatu metode untuk mengamati interaksi suatu molekul dengan radiasi elektromagnetik pada daerah panjang gelombang 0,75-1000 mikrometer atau pada bilangan gelombang $10-13000\text{ cm}^{-1}$. Dalam spektroskopi inframerah, radiasi inframerah dilewatkan melalui suatu sampel. beberapa radiasi inframerah diserap oleh sampel dan yang lainnya ditransmisikan.

Penyerapan gelombang elektromagnetik pada daerah inframerah menyebabkan adanya vibrasi pada gugus fungsi tertentu. Vibrasi suatu gugus fungsi spesifik pada bilangan gelombang tertentu. Oleh karena itu, spektroskopi IR dapat digunakan untuk identifikasi suatu gugus fungsi (Sastrohamidjojo, 1991).

2.5.3 Spektrometer NMR

Analisis spektroskopi NMR pada umumnya menggunakan senyawa standar sebagai pembanding terhadap senyawa yang diidentifikasi. Senyawa yang sering digunakan sebagai standar internal yaitu tetrametilsilan (TMS). Hal ini dikarenakan proton pada TMS sangat terlindungi senyawa organik lain pada umumnya. Sinyal hasil analisis sampel biasanya muncul pada daerah yang lebih rendah daripada TMS (Bresnick, 2004).

2.5.4 Analisis Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Prinsip spektroskopi UV-Vis yaitu terjadinya transisi elektronik akibat penyerapan sinar UV-Vis yang menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari orbital yang kosong (Pavia, 2001).

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. Senyawa yang menyerap cahaya pada daerah tampak (yaitu senyawa yang berwarna) mempunyai elektron yang lebih mudah dipromosikan daripada senyawa yang

menyerap pada panjang gelombang UV yang lebih pendek (Hendayana, 1994).

2.5.5 Analisis Kadar Logam dengan Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrometri Serapan Atom (SSA) merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif, yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog et. al., 2000).

Pada instrumen SSA, apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel.

Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari:

1. Hukum Lambert : Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.
2. Hukum Beer : Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$I_t = I_0 \cdot e^{-(\epsilon bc)} \dots\dots\dots (2.1)$$

atau

$$A = - \log I_t/I_0 = \epsilon bc \dots\dots\dots (2.2)$$

Keterangan:

I_0 = Intensitas sumber sinar

I_t = Intensitas sinar yang diteruskan

ϵ = Absorptivitas molar

b = Panjang medium

c = Konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

A = Absorbansi

Dari persamaan di atas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Underwood et al., 2002).

2.5.6 Analisis Termogravimetri (TGA)

Analisis Termogravimetri (*thermogravimetric analysis*=TGA), didasari pada perubahan berat akibat pemanasan; TGA merupakan teknik mengukur perubahan berat suatu sistem bila temperaturnya berubah dengan laju tertentu. Teknik ini dapat dilakukan baik secara dinamik maupun secara statik. Pada termogravimetri dinamik, sampel dinaikkan temperaturnya secara linear terhadap waktu. Pada cara statik atau termogravimetri isothermal, sampel dipelihara temperaturnya pada suatu periode waktu tertentu, selama waktu tersebut setiap perubahan berat dicatat. Metode analisis termal ini diantaranya berguna untuk mengetahui formula materi hasil dekomposisi termal. Analisis ini dapat dilakukan dengan memvariasikan laju pemanasan dan mencatat perubahan beratnya (Khopkar, 2003).

2.5.7 Analisis SEM-EDX

Scanning Electron Microscopy merupakan mikroskop yang mengganti fungsi cahaya dengan elektron. Prinsip kerja SEM yaitu berkas elektron dilewatkan pada permukaan sampel dan disinkronkan dengan berkas sinar dari tabung katoda. Pancaran elektron tersebut menghasilkan sinyal yang memodulasi berkas sehingga menghasilkan gambar. Karakterisasi SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan suatu sampel padat (Whyman, 2001). Sedangkan *Energy Dispersive X-Ray*

merupakan teknik yang digunakan untuk mengetahui komposisi unsur tanpa meleburkan sampel (Prasetyoko et al., 2016).

2.5.8 Analisis *Mass Spectroscopy* (MS)

Mass Spectroscopy (MS) atau spektroskopi massa merupakan suatu teknik analisis berdasarkan pemisahan berkas ion-ion yang sesuai dengan perbandingan massa dengan muatan dan pengukuran intensitas dari berkas ion-ion tersebut (Geary, 1971). Prinsip MS yaitu ionisasi sampel dalam fasa uap dalam ruang pengion sehingga terionisasi menghasilkan ion molekul berupa radikal kation dan atau fragmen-fragmen yang lebih kecil (Gross, 2011).

2.6 Uji Toksisitas (*Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT))

BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*) merupakan salah satu metode awal yang sering dipakai untuk mengamati toksisitas suatu senyawa, menggunakan metode *Meyer*. Metode BSLT ditujukan terhadap tingkat mortalitas larva udang *Artemia salina* L. yang disebabkan oleh ekstrak uji.

Hasil dari uji BSLT berupa nilai LC_{50} dari ekstrak uji. LC_{50} (letal concentration) menunjukkan jumlah dosis atau konsentrasi ekstrak uji yang dapat menyebabkan kematian larva udang sejumlah 50% setelah masa inkubasi 24 jam. Berdasarkan metode *Meyer*, senyawa dengan $LC_{50} < 1000 \mu\text{g/ml}$ dapat dianggap sebagai suatu senyawa aktif (*Meyer*, 1982).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah peralatan gelas, kertas saring, neraca analitik CP 224S Sartorius, plat KLT, vakum, *hot plate stirrer* Cimarec, pengaduk magnetik, seperangkat alat refluks, termometer, lampu ultraviolet dengan λ 254 nm, desikator, alat uji titik leleh Melting Point Apparatus Fischer John, spektrofotometer FTIR (8400S Shimadzu), spektrometer NMR Delta2_NMR Jeol Resonance 400MHz, spektrofotometer serapan atom (SSA) AA 600, spektrofotometer UV-Vis Genesys 10S, TGA Mettler Toledo, foto mikroskop Olympus, dan Spektrometer massa (ESI-MS) Thermo Scientific TSQ Vantage Triple State Quadrupole.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah o-fenilendiamin Merck, salisilaldehida 98% Aldrich, etanol (Analytical Reagent) Smart Lab, kloroform ACS Fulltime, aquades, aquademin, dan $(\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O})$ Merck.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Sintesis Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] disiapkan dengan mereaksikan o-fenilendiamin dan salisilaldehida dalam etanol dengan perbandingan (1:2) mol. Campuran dipanaskan dan direfluks selama 2 jam. Setelah itu, campuran yang berisi endapan oranye dimasukkan ke dalam kulkas suhu 5°C selama 48 jam.

Setelah itu kristal yang terbentuk di saring dan dicuci dengan etanol, dan didapatkan kristal salen berwarna oranye cerah.

3.2.2 Karakterisasi Ligan

3.2.2.1 Analisis Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer

Inframerah (FTIR)

Analisis gugus fungsi dilakukan dengan menggunakan alat spektrofotometer inframerah. Langkah awal yang dilakukan adalah pembuatan *pellet* sampel ditambah dengan senyawa KBr dengan perbandingan senyawa kompleks dan KBr yaitu 1:10. Kedua senyawa tersebut kemudian digerus secara bersamaan pada cawan agat hingga tercampur sempurna. Setelah itu, serbuk campuran dimasukkan ke dalam *press holder*, ditekan perlahan hingga terbentuk *pellet*. Selanjutnya *pellet* tersebut diukur spektrumnya pada bilangan gelombang 4000-375 cm^{-1} .

3.2.2.2 Analisis Ligan dengan $^1\text{H-NMR}$

Ligan sebanyak 10 mg dilarutkan dalam kloroform. Larutan sampel tersebut dimasukkan ke dalam alat instrumen *magnetic NMR* dan ditunggu hingga spektra NMR muncul pada layar monitor.

3.2.3 Sintesis Kompleks Logam Tembaga(II) dengan Ligan

[N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Kompleks logam tembaga(II) dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] dibuat dengan cara menambahkan 1 mmol $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (dalam 10 ml etanol) kedalam larutan 1 mmol ligan (dalam 5 ml etanol) yang sedang diaduk. Larutan tersebut dipanaskan pada suhu 73-78 $^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Setelah itu, campuran hasil sintesis dibiarkan pada suhu ruang agar semua pelarut menguap. Setelah semua pelarut

menguap, endapan coklat direkristalisasi dengan CHCl_3 hingga terbentuk kristal.

3.2.4 Karakterisasi Senyawa Kompleks

3.2.4.1 Analisis Kompleks dengan Spektrofotometer UV-Vis

Analisis kompleks menggunakan spektrofotometer UV-Vis diawali dengan menyiapkan larutan ligan dan kompleks dengan konsentrasi 0,001 M dalam pelarut kloroform. Kemudian sampel dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada kisaran panjang gelombang 200-800.

3.2.4.2 Analisis Kadar Logam Menggunakan

Spektrofotometer Serapan Atom

Analisis ini dibagi menjadi dua tahap yaitu tahap persiapan larutan standar dan persiapan larutan sampel. Analisis dilaksanakan untuk mengetahui kadar kobalt pada senyawa kompleks yang telah disintesis. Analisis SSA menggunakan larutan standar $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dengan 5 titik, yakni 0 ppm, 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, dan 8 ppm. Larutan standar ion logam tembaga dibuat dengan melarutkan 0,0063 gram $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan ditambah 2 mL HCl pekat dalam aquademin pada labu ukur 100 mL. Penambahan aquademin sampai tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 20 ppm. Selanjutnya dibuat larutan standar tembaga dengan konsentrasi 2, 4, 6, dan 8 ppm dengan cara mengambil 1, 2, 3, 4 mL dari larutan standar 20 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan dengan aquademin yang telah ditambah dengan 1 mL HCl pekat sampai tanda batas.

Larutan cuplikan 4 ppm disiapkan dengan menimbang 0,0024 gram cuplikan. Cuplikan selanjutnya ditambah dengan 3 mL HNO_3 pekat dan dilarutkan dalam aqua aquademin hingga tanda batas labu ukur 100 mL. Larutan siap untuk diuji SSA.

3.2.4.3 Analisis Termogravimetri (TGA)

Analisis termogravimetri (TGA) dilakukan dalam keadaan inert dibawah gas N_2 pada suhu 20-600 °C dengan rentang kenaikan suhu 10 °C/menit. Sampel yang akan diuji disiapkan sebanyak 5-10 mg dan diletakkan pada wadah alumina. Kurva yang diperoleh dengan cara *plotting* berat sampel pada sumbu Y dan temperatur material referensi pada sumbu X.

3.2.4.4 Analisis Kompleks Menggunakan MS (*Mass*

Spectroscopy)

Analisis MS dilakukan dengan terlebih dahulu menyiapkan campuran asetonitril dan metanol dengan perbandingan 1:1. Campuran tersebut diambil sebanyak 50 mL dan ditambah aseton sebanyak 50 mL (larutan A). Sampel sebanyak 1 mg dilarutkan dalam 1 mL larutan A. Larutan sampel tersebut difiltrasi dengan ukuran 2 mikron. Filtrat di masukkan ke dalam alat instrumen *Mass Spectrometer* dan hasil yang diperoleh berupa spektrum m/z .

3.2.5 Uji Toksisitas Brine Shrimp Lethality (BSL)

Uji toksisitas dilakukan untuk menentukan nilai LC_{50} (*Lethal Concentration 50%*, konsentrasi yang menyebabkan kematian 50% pada hewan uji) dari kompleks hasil sintesis. Larutan uji yang dibuat dengan konsentrasi 31,25 ppm, 62,5 ppm, 125 ppm, 500 ppm dan 1000 ppm yang selanjutnya diambil masing-masing sebanyak 15 μ L dan dimasukkan ke dalam tabung berkapasitas 30 μ L yang berbeda. Air laut sebanyak 15 μ L yang sudah berisi dengan 10-11 ekor anak udang selanjutnya ditambahkan ke dalam masing-masing tabung. Tabung didiamkan selama 24 jam dan dihitung jumlah anak udang yang mati secara visual. Pengujian dilakukan tiga kali untuk masing-masing konsentrasi.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

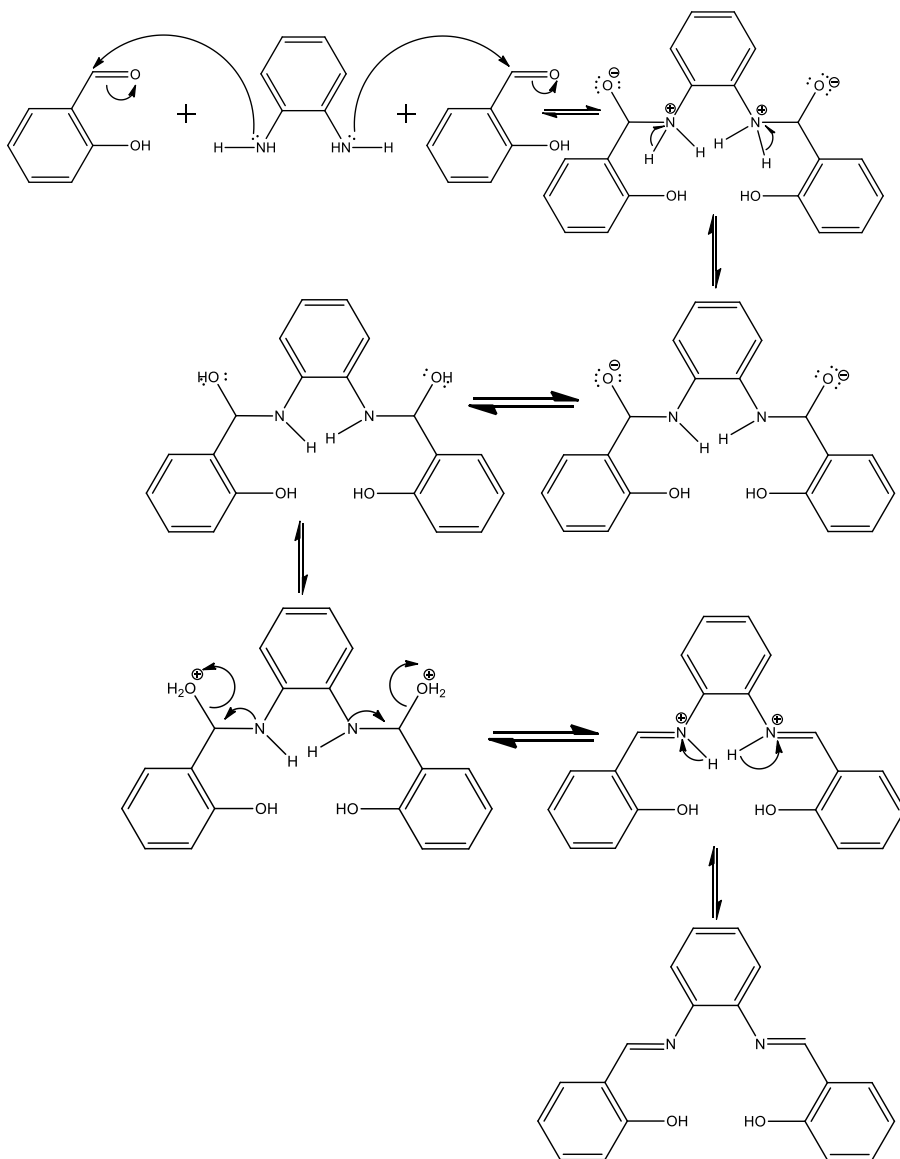
Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis kompleks tembaga(II) [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin], yang diawali dengan sintesis [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] dengan *starting material* berupa o-fenilendiamin dan salisilaldehid. Padatan hasil sintesis ligan dikarakterisasi strukturnya menggunakan UV-Vis, FTIR dan ¹H-NMR. Sedangkan padatan kompleks dikarakterisasi strukturnya menggunakan UV-Vis, FTIR, SEM-EDX, AAS, MS dan TGA. Uji toksisitas dilakukan menggunakan analisis BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*).

4.1 Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

4.1.1 Sintesis Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2 fenilendiamin]

Ligan disintesis melalui reaksi o-fenilendiamin dan salisilaldehida menggunakan pelarut etanol. Reaksi dijalankan menggunakan alat refluks selama 2 jam pada suhu 73-75°C. Pemanasan dilakukan untuk menambah tumbukan antar molekul sehingga reaksi berlangsung lebih cepat. Setelah reaksi selesai, campuran didiamkan pada suhu 5°C selama 48 jam. Setelah 48 jam, campuran dicuci menggunakan etanol dingin dan disaring menggunakan penyaring vakum sampai kristal kering. Kemudian, ligan dapat disimpan dalam desikator.

Berdasarkan perhitungan seperti pada lampiran, diketahui rendemen ligan yang terbentuk sebesar 99,59%. Ligan juga dipantau kemurniannya menggunakan uji titik leleh, dan diperoleh titik leleh pada suhu 161-162°C. Mekanisme rekasi pembentukan ligan dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4. 1 Mekanisme Reaksi Pembentukan Ligan

Berdasarkan Gambar 4.1, diketahui mekanisme reaksi pembentukan ligan. Hal ini menguatkan hasil sintesis bahwa starting material yang digunakan dapat menghasilkan produk ligan sesuai yang diinginkan. Produk ligan hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.2 berikut.



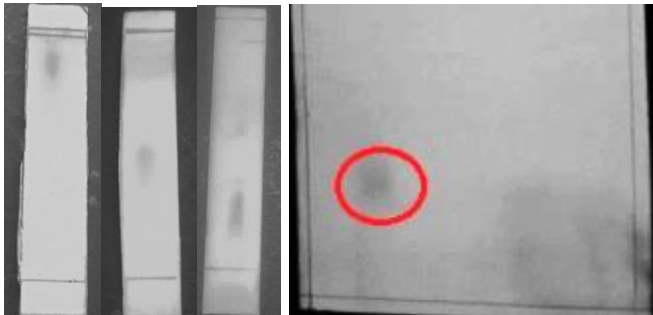
Gambar 4. 2 Hasil Foto Mikroskop Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Sesuai dengan Gambar 4.2, diketahui bahwa ligan berbentuk kristal berwarna oranye bening. Ligan salen yang terbentuk selanjutnya dipantau kemurniaanya menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Pertama, dilakukan monitoring untuk mengetahui bahwa produk yang terbentuk bukan merupakan reaktan. Hasil KLT ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4. 3 KLT Reaktan dan Produk

Hasil KLT pada gambar 4.3 menunjukkan bahwa R_f produk berbeda dengan R_f reaktan. Ligan juga diuji kemurniannya dengan 3 eluen yang berbeda, sehingga didapat hasil sebagai berikut.

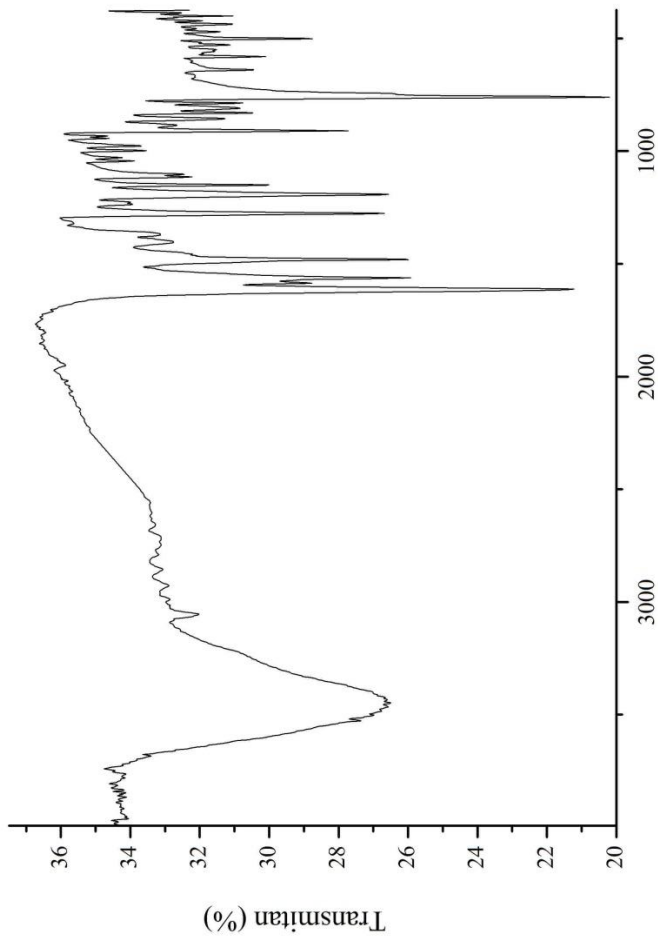


Gambar 4. 4 KLT Tiga Titik dan 2D

Pada hasil KLT dengan tiga titik pada gambar 4.4 terlihat bahwa produk memiliki satu noda. Hal ini didukung juga dengan hasil KLT 2D yang menunjukkan satu noda. Dari hasil KLT, terlihat bahwa produk sudah tidak mengandung reaktan. Didukung dengan data titik leleh, dapat dilihat bahwa ligan memiliki kemurnian yang cukup tinggi.

4.1.2 Analisis Spektrofotometer Infra Merah Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Identifikasi hasil sintesis ligan dilakukan menggunakan analisis spektrofotometer IR. Karakterisasi menggunakan Spektrofotometer IR dilakukan setelah memastikan bahwa produk sintesis menunjukkan satu noda pada Kromatografi Lapis Tipis. Karakterisasi menggunakan Spektrofotometer IR digunakan untuk mengidentifikasi gugus karakteristik yang membantu dalam identifikasi struktur senyawa. Spektrum infra merah yang didapat yaitu ditunjukkan pada Gambar 4.5.

Bilangan Gelombang (cm⁻¹)

Gambar 4. 5 Spektrum IR Ligan

Berdasarkan spektrum pada Gambar 4.5, puncak tajam dengan intensitas kuat pada daerah 1612 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C=N. Puncak lebar dengan intensitas medium pada daerah 3446 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus -OH pada ligan. Hasil analisis IR ini menunjukkan dua karakteristik penting yang dimiliki oleh ligan yang diharapkan, yaitu ikatan C=N dan gugus OH. Hasil analisis IR diringkas dalam Tabel 4.1 berikut.

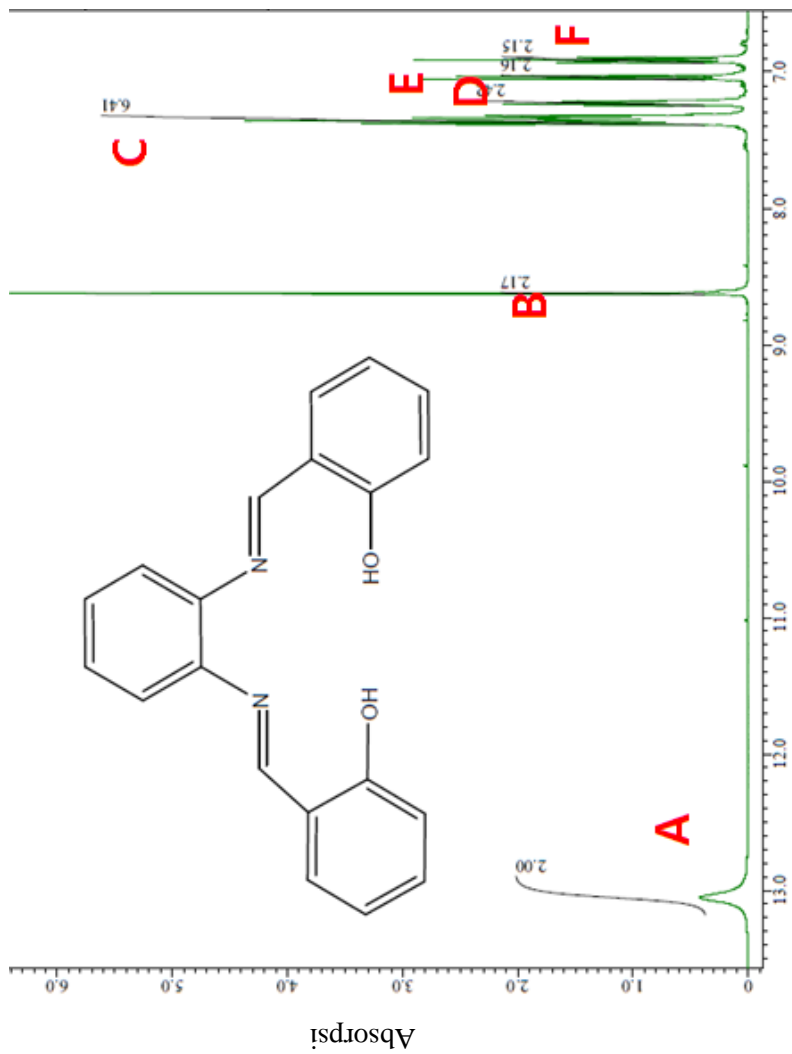
Tabel 4. 1 Analisis IR Ligan N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Ligan Hasil Sintesis	Ligan (Gaballa et, al., 2013)	Ikatan
3446 br	3427 br	v(OH)
3053 w	3045 w	v(C-H) aromatik
1612 vs	1632 vs	v(C=N)

Berdasarkan data pada Tabel 4.1, dapat dilihat bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan antara hasil analisis IR senyawa ligan yang telah disintesis dan hasil analisis IR menurut penelitian Gaballa et, al. Hasil ini menguatkan bahwa hasil sintesis ligan sama seperti yang diharapkan, yaitu sesuai dengan penelitian sebelumnya oleh Gaballa et, al pada tahun 2013.

4.1.3 Analisis ^1H NMR Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Hasil analisis FTIR hanya menunjukkan gugus yang ada di senyawa hasil sintesis, oleh karena itu membutuhkan karakterisasi yang lebih spesifik untuk mengetahui struktur senyawa yang dihasilkan. Identifikasi hasil sintesis ligan diperkuat dengan identifikasi menggunakan spektrometer ^1H -NMR. Melalui hasil analisis ^1H -NMR, dapat diketahui banyaknya proton dalam ligan, yang ditampilkan pada Gambar 4.6.



Pergeseran Kimia (ppm)

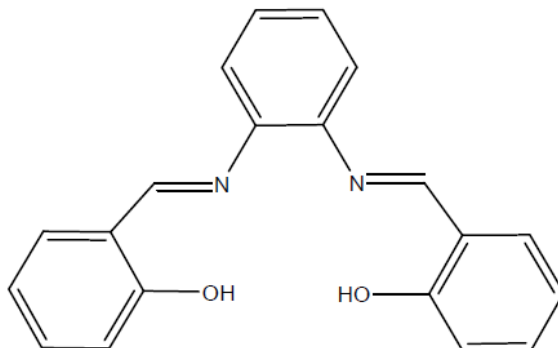
Gambar 4. 6 Spektrum ¹H-NMR Ligan

Gambar 4.6 diatas menunjukkan spektrum $^1\text{H-NMR}$ hasil analisis. Terdapat 6 signal dalam spektrum tersebut. Pelarut yang digunakan dalam analisis $^1\text{H-NMR}$ ligan ini yaitu kloroform karena kloroform dapat melarutkan ligan secara sempurna. Sedangkan 5 signal yang lain dirangkum pada Tabel 4.2 berikut.

Tabel 4. 2 Hasil Analisis $^1\text{H- NMR}$

Proton	δH (ppm)	
A	13,052	(s, 2H, OH)
B	8,623	(s, 2H, C=N)
C	7,322-7,380	(m, 6H, Ph)
D	7,205-7,247	(m, 2H, Ph)
E	7,006-7,079	(d, 2H, Ph)
F	6,893-6,950	(t, 2H, Ph)

Data-data pada Tabel 4.2 menunjukkan bahwa struktur ligan sesuai dengan struktur yang diharapkan. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa ligan telah berhasil disintesis. Struktur ligan yang diprediksi dari hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.7 berikut.



Gambar 4. 7 Struktur Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

4.2 Kompleks Tembaga(II) [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

4.2.1 Sintesis Kompleks Tembaga (II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Kompleks tembaga(II) dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] disintesis dengan perbandingan ligan dan logam 1:1. Pada sintesis ini digunakan Garam $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sebagai sumber ion $\text{Cu}(\text{II})$. Pelarut yang digunakan adalah etanol karena ligan larut dalam etanol. Hasil sintesis kompleks ditunjukkan pada Gambar 4.8 berikut.



Gambar 4. 8 Hasil Foto Senyawa Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Berdasarkan Gambar 4.8, terlihat bahwa bentuk kristal senyawa kompleks hasil sintesis merupakan persegi dengan ukuran 2x2 mm. Kondisi ini menunjukkan bahwa proses rekristalisasi berhasil membentuk kristal kompleks, dengan rendemen sebesar 31,66%.

4.2.2 Analisis Spektrofotometer UV-Vis Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

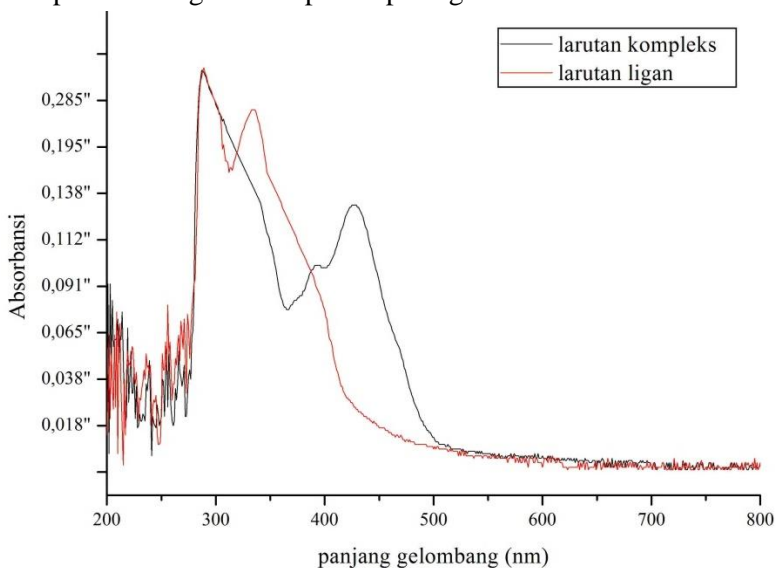
Analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengetahui perbedaan panjang gelombang

antara ligan dan kompleks. Hasil analisis spektrofotometer UV-Vis kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] dirangkum pada Tabel 4.3 berikut.

Tabel 4. 3 Hasil Analisis UV-Vis Ligan dan Kompleks

Senyawa	$\pi - \pi^*$	$n - \pi^*$
Ligan	288	335
Kompleks	289	-

Hasil analisis UV-Vis pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa terdapat perbedaan panjang gelombang antara larutan ligan dan larutan kompleks. Hal ini mengindikasikan bahwa senyawa kompleks telah terbentuk (Alwathoni, 2011). Spektra UV-Vis kompleks dan ligan ditampilkan pada gambar 4.9 berikut.



Gambar 4. 9 Spektra UV-Vis Ligan dan Kompleks Hasil Sintesis

Gambar 4.9 menunjukkan perbedaan puncak tertinggi pada panjang gelombang 427 pada kompleks, sedangkan panjang gelombang 335 pada ligan. Pergeseran panjang gelombang menuju daerah UV pada kompleks terjadi akibat adanya transfer muatan dari ligan ke logam.

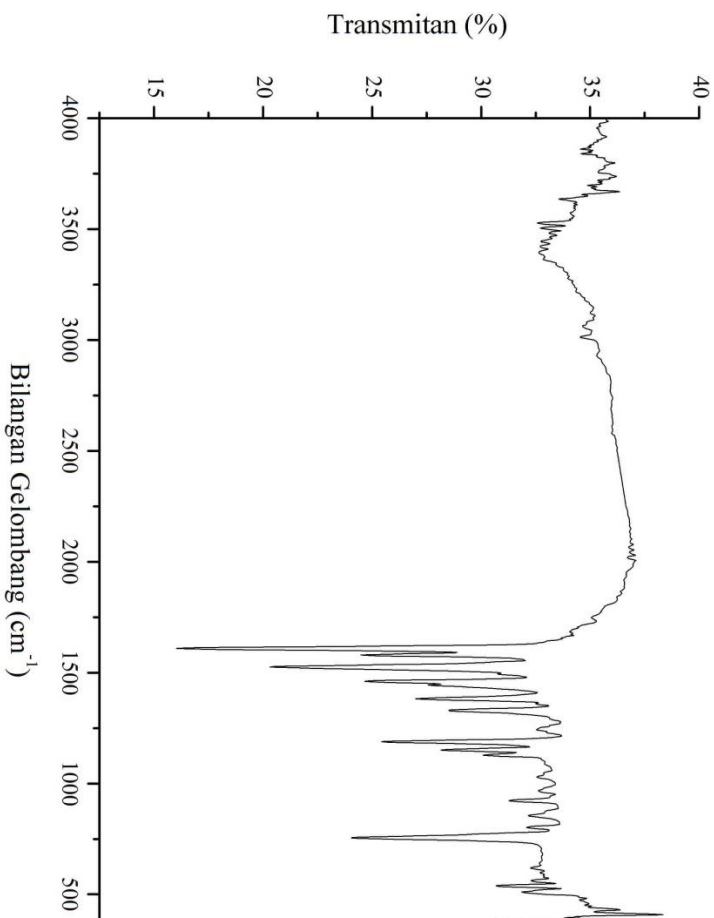
4.2.3 Analisis Spektrofotometer Infra Merah Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Identifikasi hasil sintesis kompleks dilakukan menggunakan analisis spektrofotometer IR. Analisis ini digunakan untuk mengidentifikasi gugus karakteristik yang membantu dalam identifikasi struktur senyawa. Data hasil analisis IR Kompleks dirangkum pada Tabel 4.4 berikut.

Tabel 4. 4 Analisis IR Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Kompleks Hasil Sintesis	Ikatan
1608 vs	v(C=N)
536 w	v(Cu-N)
397 w	v(Cu-O)

Berdasarkan data pada Tabel 4.4, pada daerah 536 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan Cu-N, dan puncak tajam dengan intensitas rendah pada daerah 393 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan Cu-O (Khanmohammadi et.al, 2009). Pada daerah 3500 cm^{-1} tidak terdapat serapan -OH menunjukkan produk sintesis bukan merupakan ligan, tidak terdapat -OH didalam strukturnya. Spektrum ligan ditunjukkan pada Gambar 4.10 berikut.



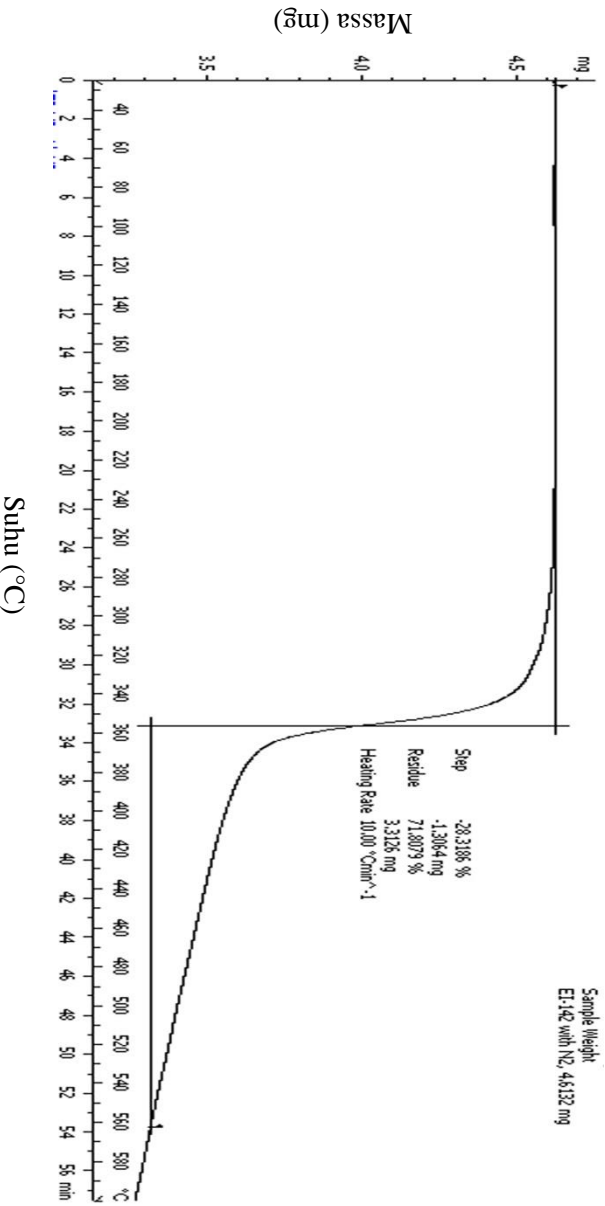
Gambar 4. 10 Spektrum IR Kompleks Hasil Sintesis

4.2.4 Analisis Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Kadar ion logam Cu(II) dalam kompleks hasil sintesis ditentukan dengan instrumen spektroskopi serapan atom. Cuplikan yang dapat diukur oleh instrumen SSA berwujud larutan. Hasil pengukuran kadar ion logam Cu(II) pada senyawa kompleks sebesar 17,02 %. Dengan membandingkan kadar ion logam hasil eksperimen dengan perhitungan teoritis yaitu 16,81 %, hasil menunjukkan bahwa prosentase eksperimen mendekati prosentase teoritis. Sehingga dapat disimpulkan untuk rumus molekul senyawa kompleks sesuai dengan yang diharapkan yaitu tembaga (II) dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin].

4.2.5 Analisis Termogravimetri (TGA) Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Analisis termogravimetri digunakan untuk memperkirakan spesi yang terdekomposisi ataupun tersisa. Hal tersebut dapat diketahui dengan cara melihat suhu saat terdekomposisi. Hasil analisis dengan *Thermal Gravimetric Analyser (TGA)* senyawa kompleks Cu(II) ditunjukkan pada Gambar 4.10. Berdasarkan hasil analisis pada Gambar 4.11, dapat diketahui bahwa pada suhu 120-150°C tidak terjadi dekomposisi, yang menunjukkan bahwa kompleks tidak mengandung air kristal. Dekomposisi terjadi pada suhu 275 °C. Dekomposisi pada suhu tersebut menunjukkan kemungkinan yang terdekomposisi yaitu bagian organik dari kompleks (Demir et al., 2015).

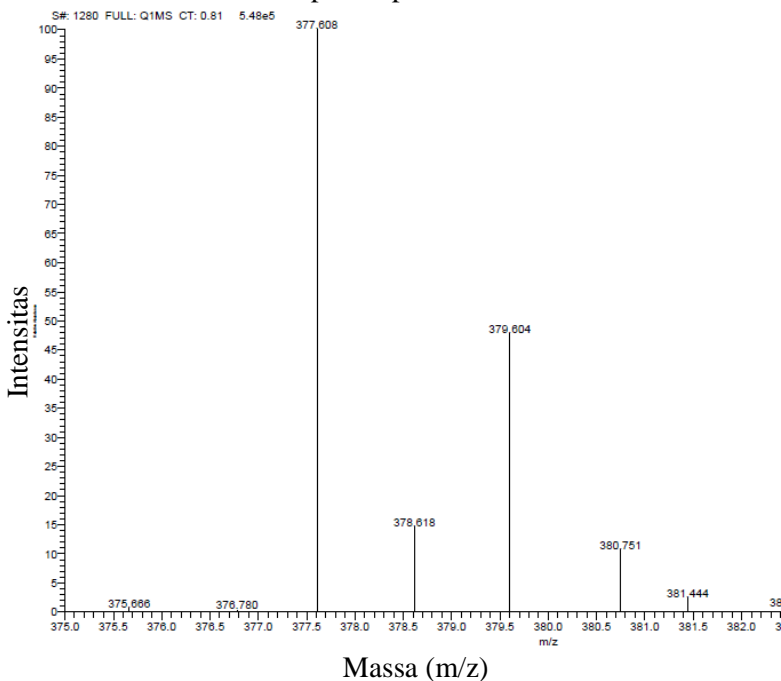


Gambar 4. 11 Hasil Analisis TGA Kompleks Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Hasil analisis TGA pada Gambar 4.11 menunjukkan tidak ada gugus –OH dan menunjukkan perbedaan antara struktur ligan dan kompleks. Dekomposisi pada suhu 275°C hanya sebesar 28,32%, menunjukkan bahwa senyawa kompleks masih mengalami dekomposisi pada suhu diatas 400°C.

4.2.6 Analisis *Mass Spectroscopy* (MS) Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Analisis MS (*Mass Spectroscopy*) digunakan untuk mengetahui massa relatif dari senyawa kompleks hasil sintesis. Hasil analisis MS ditampilkan pada Gambar 4.12.

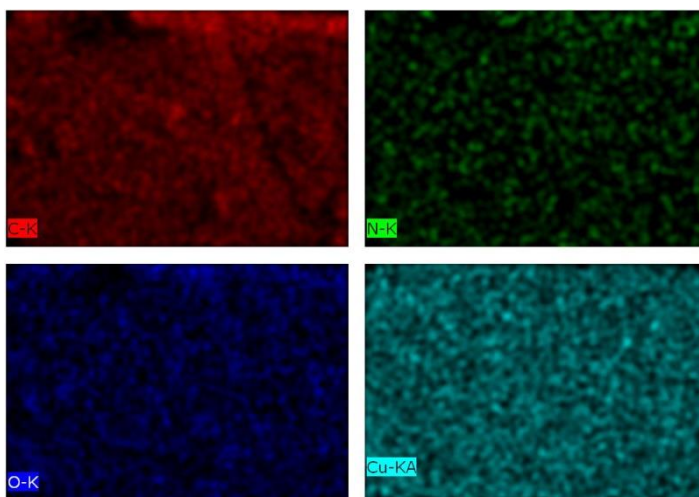


Gambar 4. 12 Hasil Analisis MS Kompleks Hasil Sintesis

Berdasarkan Gambar 4.12, diketahui bahwa massa relatif senyawa kompleks sebesar 378 dilihat dari adanya puncak pada 378,618 m/z yang merupakan $(M+1)^+$. Hasil analisis MS ini mendukung perkiraan struktur senyawa kompleks hasil sintesis.

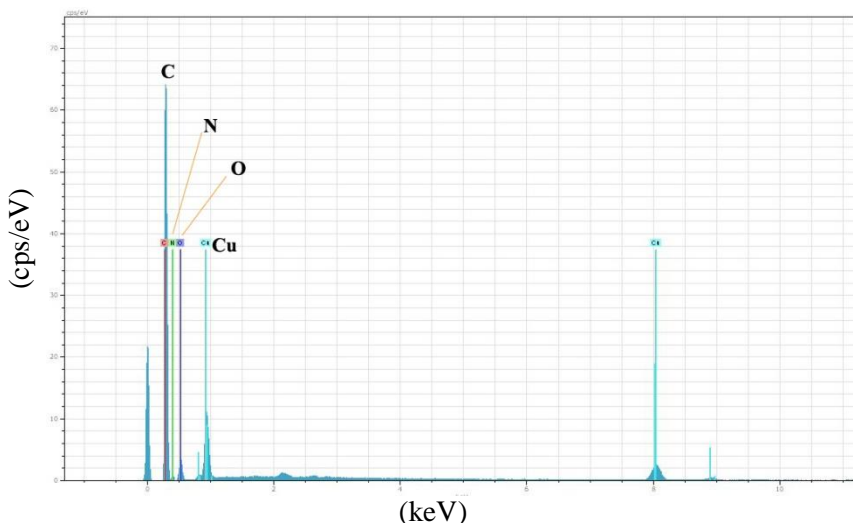
4.2.7 Analisis SEM-EDX Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Analisis SEM-EDX pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui persebaran unsur yang perbandingan jumlah unsur untuk mendukung penentuan struktur dari senyawa kompleks hasil sintesis. Persebaran unsur pada senyawa kompleks ditunjukkan pada Gambar 4.13 berikut.



Gambar 4. 13 Persebaran Unsur dari Hasil Analisis SEM-EDX Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Berdasarkan Gambar 4.13, terlihat bahwa persebaran unsur karbon, nitrogen, oksigen dan tembaga merata. Persebaran unsur yang ada pada senyawa kompleks juga ditunjukkan pada Gambar berikut.



Gambar 4. 14 Komposisi Unsur Penyusun Senyawa Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Berdasarkan Hasil Analisis SEM-EDX yang terlihat pada Gambar 4.14, dapat dihitung prosentase unsur pada senyawa kompleks hasil sintesis. Perhitungan secara lengkap ditampilkan dalam lampiran. Hasil perhitungan perbandingan unsur ditampilkan pada Tabel 4.5 berikut.

Tabel 4. 5 Perbandingan Unsur Senyawa Kompleks Hasil Sintesis

Unsur	Hasil SEM-EDX	Secara Teoritis
C	16,4	20
N	2,72	2
O	4,83	2
Cu	1,02	1

Berdasarkan Tabel 4.5, terlihat bahwa komposisi unsur dari hasil analisis SEM-EDX tidak sesuai dengan perhitungan teori. Hasil yang tidak sesuai yaitu pada unsur karbon, oksigen, dan nitrogen. Perbedaan hasil analisis dan perhitungan secara

teori ini disebabkan karena analisis SEM-EDX dilakukan pada bagian tertentu pada kristal senyawa kompleks tersebut, sehingga ada kemungkinan ada struktur yang terpotong atau tidak termasuk dalam area yang teranalisis. Hal ini berbeda dengan XRD kristal tunggal yang menganalisis satu kristal tunggal dari senyawa kompleks.

4.3 Uji Toksisitas

Uji Toksisitas dilakukan menggunakan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*). Uji ini dilakukan menggunakan larva udang *Artemia salina*. Hasil dari uji BSLT ini didapatkan nilai LC_{50} . Nilai tersebut digunakan untuk menentukan nilai toksisitas suatu senyawa.

Pada uji toksisitas yang telah dilakukan, dibuat variasi konsentrasi yang terdiri dari 31,25 ppm, 62,5 ppm, 125 ppm, 500 ppm, dan 1000 ppm. Masing-masing konsentrasi dibuat tiga kali pengulangan (triplo). Uji toksisitas ini dilakukan terhadap larutan ligan dan kompleks. Berdasarkan uji yang telah dilakukan, didapat hasil pada Tabel 4.7 berikut.

Tabel 4. 6 Tabel Hasil Uji Toksisitas Ligan dan Kompleks N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]

Konsentrasi (ppm)	%Kematian Ligan	%Kematian Kompleks
31,25	6,25%	0%
62,5	25%	22,58%
125	35,48%	33,33%
500	100%	78,79%
1000	100%	100%

Berdasarkan data diatas, nilai LC_{50} dapat diketahui dengan cara perhitungan yang sesuai pada lampiran. Sehingga, didapatkan nilai LC_{50} ligan sebesar 147,4396 ppm, sedangkan

nilai LC_{50} kompleks sebesar 183,5602 ppm. Kedua nilai LC_{50} tersebut dibawah 200, hal ini menunjukkan bahwa ligan dan kompleks merupakan senyawa yang toksik.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan pembahasan yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] dan kompleks Tembaga(II) dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] berhasil disintesis. Ligan yang terbentuk merupakan kristal oranye dengan besar rendemen sebesar 99,59%. Hasil karakterisasi IR dan ¹H-NMR mendukung struktur ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] yang diinginkan.

Senyawa kompleks Tembaga(II) dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin] hasil sintesis berbentuk kristal persegi berwarna coklat dengan rendemen sebesar 31,66%. Hasil karakterisasi IR, AAS, TGA, SEM-EDX, dan MS mendukung struktur kompleks Tembaga(II) dengan ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]. Hasil uji toksisitas menunjukkan bahwa nilai LC₅₀ ligan sebesar 147,4396 ppm sedangkan nilai LC₅₀ kompleks sebesar 183,5602 ppm, sehingga dapat dikatakan bahwa ligan dan kompleks hasil penelitian ini bersifat toksik.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu perlu dilakukan karakterisasi menggunakan XRD kristal tunggal untuk memastikan struktur senyawa kompleks yang terbentuk.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmed, M. Abu-Dief et al. (2015). *A review on application of transition metal complexes incorporating Schiff bases*. Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences.
- Al Amiery AA, Kadhum AAH, Mohamad AB. (2014). *Antifungal and Antioxidant Activities of Pyrrolidone Thiosemicarbazone Complexes*. *Bioinorganic Chemistry and Applications*. p. 1-6.
- A. Gupte and R. J. Mumper. (2009). *Elevated copper and oxidative stress in cancer cells as a target for cancer treatment*, *Cancer Treatment Reviews*, vol. 35, no. 1, pp. 2–46.
- Alwathoni, M. (2011). *Kompleks Kobalt(II) Piridin-2,6-Dikarboksilat: Sintesis, Karakterisasi dan Uji Toksisitas*. Tesis, ITS, Surabaya.
- Asatkar, Ashish K., et al. (2015). *Thiophene-based salen-type new ligands, their structural aspects and a dimeric Cu(II) complex*. *Polyhedron* 96. 25–32.
- Bresnick, S.D. (2004). *Intisari Kimia Organik (Terjemahan)*. Hipokrates: Jakarta.
- Chattopadhyay S, Drew M G B, Ghosh A. (2006). *Synthesis, characterization, and anion selectivity of copper(II) complexes with a tetradentate Schiff base ligand[J]*. *Inorg Chim Acta*, 359: 4519-4525.
- Cotton, F. A., Wilkinson. G. (1984). *Kimia Anorganik Dasar*, (terjemahan), Penerbit UIPress, Jakarta
- Cozzi, P.G. (2004). *Metal-salen Schiff base complexes in catalysis: Practical aspects*. *Chem. Soc. Rev.* 33, 410–421.

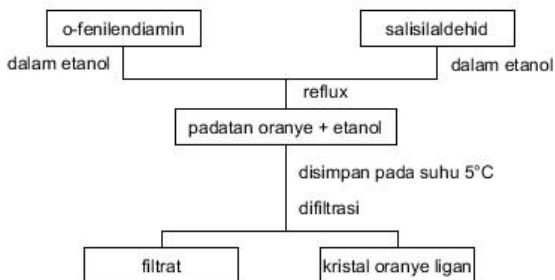
- Demir, Serkan, et al. (2015). *Spectral and thermal characterization of salophen type Schiff base and its implementation as solid contact electrode for quantitative monitoring of copper(II) ion*. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 150, 523–532.
- F. Tisato, C. Marzano, M. Porchia, M. Pellei, and C. Santini, (2010). *Copper in diseases and treatments, and copper-based anticancer strategies*. *Medicinal Research Reviews*, vol. 30, no. 4, pp. 708–749.
- Gaballa, Akmal S. (2013). *Synthesis, characterization and biological activity of salen-mixed ligand complexes with nickel(II), copper(II) and cobalt(III)*. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 5(10):206-217.
- Gandjar, I.G., dan Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar. Hal. 419, 425.
- Geary, W.J., (1971) *Coord. Chem. Rev.* 7, 81–122.
- Gross, Jürgen H. (2011). *Mass Spectrometry: A Textbook 2nd Edition*. Springer.
- Hendayana, S., Kadarohmah A., Sumarna A., dan Supriatna A. (1994). *Kimia Analitik Instrumen*, Edisi Ketiga, IKIP Semarang Press, Semarang.
- Hille, Annegret, et al. (2009). *[N,N'-Bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine]metal complexes with cell death promoting properties*. *J Biol Inorg Chem* 14:711–725.
- Khanmohammadi, et. al. (2009) *J. Iran. Chem. Soc.*, Vol. 6, No. 2, June, pp. 300-309.
- Khopkar, S.M. (2003). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- L. Tripathi, P. Kumar, and A. K. Singhai. (2007). *Role of chelates in treatment of cancer*. *Indian Journal of Cancer*, vol. 44, no. 2, pp. 62–71.

- Martak, F., Elmila, I. (2010). *Peningkatan Sifat Magnetik Kompleks Polimer Oksalat $[N_9C_4H_9)_4][MnCr(C_2O_4)_3]$ dengan menggunakan Kation Organik Tetrabutyl Amonium.*
- Meyer, B., Ferrigni, N., Putnam, J., Jacobsen, L., Nichols, D., Mc-Laughin, J., (1982). *Brine Shrimp : a convenient general bioassay for active plant constituent.* Medical Plant Research, 45, 31-34.
- Milacic, Vesna, et al. (2008). *Pyrrrolidine dithiocarbamate-zinc(II) and -copper(II) complexes induce apoptosis in tumor cells by inhibiting the proteasomal activity.* Toxicol Appl Pharmacol. August 15; 231(1): 24–33.
- Mukherjee, Pampa. (2007). *Structural variations in Ni(II) complexes of salen type di-Schiff base ligands.* Polyhedron 26, 3121–3128.
- Pavia D. L., Lampman G. M. dan Kriz G. S. (2001). *Introduction to Spectroscopy.* Third ed., Thompson Learning Academic Resource Center, Bellingham, Washington.
- P. Muller and C. Fruit. (2003). *Chem. Rev.*, 103, 2905 and refs. therein.
- Prasetyoko, Didik, et al. (2016). *Karakterisasi Struktur Padatan.* Yogyakarta: Deepublish.
- P.W. Atkins, T.L. Overton, J.P. Rourke, M.T. Weller, and F.A. Armstrong. (2010). *Shriver and Atkins' Inorganic Chemistry,* Fifth Edition. Great Britain: Oxford University Press.
- S. Sharma, F. Athar, M. R. Maurya, and A. Azam. (2005). *Copper (II) complexes with substituted thiosemicarbazones of thiophene-2-carboxaldehyde: synthesis, characterization and antiamebic activity against E. histolytica.* European Journal of Medicinal Chemistry, vol. 40, no. 12, pp. 1414–1419.

- Sastrohamidjojo. (1991). *Spektroskopi*. Jogjakarta: UGM.
- Skoog, Douglas A., dkk. (2000). *Principles of Instrumental Analysis*. Philadelphia: Sounders College.
- H. H. Uhlig. (1965). *Corrosion and Corrosion Control*. John Wiley and Sons. Inc., New York.
- Underwood A. L. dan Day R. A. (2002) *Analisis Kimia Kuantitatif*, Erlangga, Jakarta.
- V.K. Gupta, A.K. Jain, G. Maheshwari, Talanta 72 (2007) 49–53.
- V.Milacic, D. Chen, L. Giovagnini, A. Diez, D. Fregona, and Q. P. Dou. (2008). *Pyrrolidine dithiocarbamate-zinc(II) and -copper(II) complexes induce apoptosis in tumor cells by inhibiting the proteasomal activity*. Toxicology and Applied Pharmacology, vol. 231, no. 1, pp. 24–33.
- Whyman, R. (2001). *Applied Organometallic Chemistry and Catalysis*. New York: Oxford University Press.

LAMPIRAN A

A. Skema Sintesis Ligan



B. Skema Sintesis Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]



LAMPIRAN B**A. Rendemen Ligan**

2salisilaldehida + o-fenilendiamin → ligan

m: 4 mmol 2 mmol

r: 4 mmol 2 mmol 2 mmol

s: - - 2 mmol

Berdasarkan perhitungan:

Massa = mol x Mr

$$= 2 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 316$$

$$= 0,632 \text{ gram}$$

Berdasarkan penelitian:

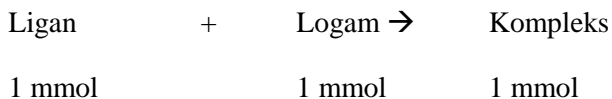
Massa ligan = 0,6294

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,6294}{0,632} \times 100\%$$

$$= 99,59 \%$$

B. Rendemen Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]



Berdasarkan perhitungan:

$$\begin{aligned}
 \text{Massa} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\
 &= 10^{-3} \text{ mol} \times 377,8 \\
 &= 0,3778 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

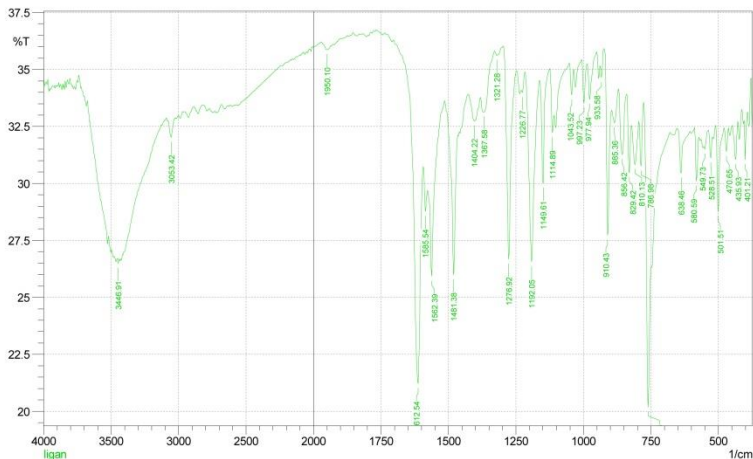
Berdasarkan penelitian:

$$\text{Massa kristal} = 0,1196$$

$$\begin{aligned}
 \% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,1196}{0,3778} \times 100\% \\
 &= 31,66 \%
 \end{aligned}$$

LAMPIRAN C

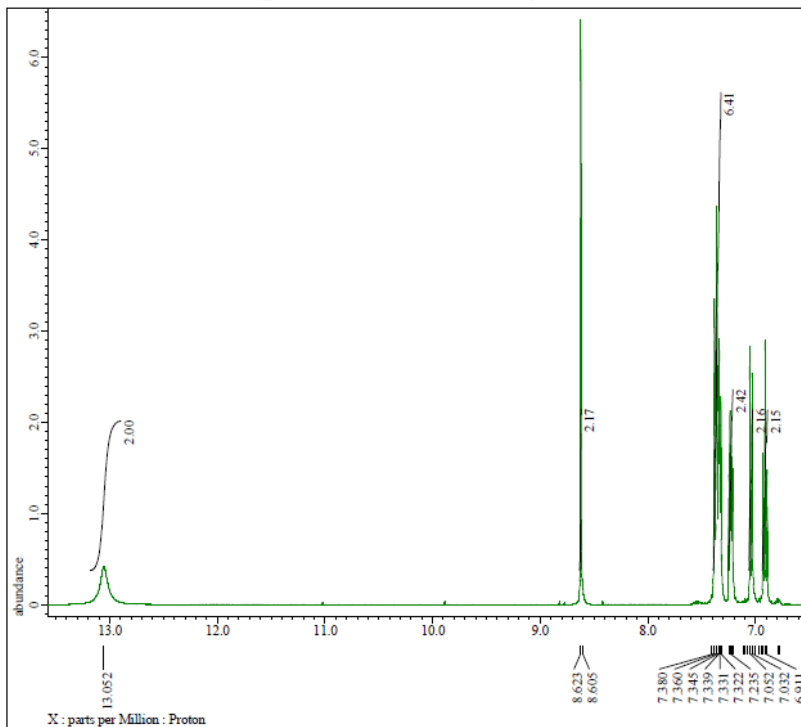
Spektrum FTIR Ligan



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	401.21	31.039	1.825	405.06	391.56	6.626	0.115
2	435.93	31.06	1.595	449.43	428.21	10.535	0.214
3	470.65	31.405	1.036	478.36	462.93	7.65	0.105
4	501.51	28.748	3.772	511.15	478.36	16.552	0.546
5	528.51	31.117	1.036	536.23	522.73	6.748	0.099
6	549.73	31.511	0.272	553.59	536.23	8.602	0.005
7	580.59	30.097	2.147	588.31	572.88	7.809	0.223
8	638.46	30.456	1.921	653.89	605.67	23.997	0.362
9	759.98	20.192	13.123	777.34	680.89	51.895	5.287
10	786.98	30.758	2.336	794.7	777.34	8.569	0.242
11	810.13	30.833	1.791	821.7	794.7	13.499	0.367
12	829.42	30.468	2.625	840.99	821.7	9.523	0.291
13	856.42	31.284	2.774	869.92	840.99	14.077	0.532
14	885.36	32.655	0.915	895	869.92	12.011	0.159
15	910.43	27.718	6.935	923.93	895	14.333	0.974
16	933.58	34.647	0.794	939.36	923.93	6.994	0.06
17	977.94	33.689	1.678	985.66	950.94	15.884	0.274
18	997.23	33.536	1.814	1006.88	985.66	9.781	0.197
19	1043.52	33.881	1.239	1053.17	1035.81	8.005	0.119
20	1114.89	32.225	1.538	1124.54	1109.11	7.374	0.145
21	1149.61	30.009	4.69	1163.11	1124.54	18.363	0.666
22	1192.05	26.558	8.164	1217.12	1163.11	27.281	2.46
23	1226.77	33.988	0.329	1230.63	1217.12	6.273	0.031
24	1276.92	26.678	8.917	1296.21	1247.99	23.783	2.084
25	1321.28	35.624	0.239	1329	1296.21	14.632	0.051
26	1367.58	33.137	0.134	1369.5	1329	18.688	-0.058
27	1404.22	32.751	0.106	1427.37	1402.3	11.971	0.008
28	1481.38	25.991	6.811	1514.17	1465.85	24.798	1.493
29	1582.39	25.927	4.718	1577.82	1514.17	32.754	0.904
30	1585.54	28.774	1.444	1593.25	1577.82	8.173	0.152
31	1612.54	21.214	10.505	1703.2	1593.25	55.462	3.108
32	1950.1	35.864	0.232	1971.32	1936.6	15.406	0.049
33	3053.42	32.022	0.782	3076.56	3026.41	24.521	0.248

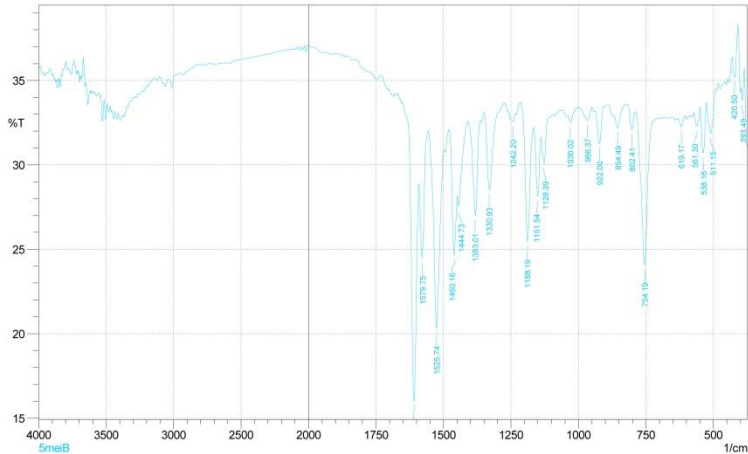
LAMPIRAN D

Spektrum $^1\text{H-NMR}$ Ligan



LAMPIRAN E

Spektrum FTIR Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	395.49	33.791	1.133	397.35	385.76	5.353	0.093
2	420.5	35.182	2.097	430.14	408.92	9.374	0.3
3	511.15	31.853	2.179	526.58	491.86	16.792	0.558
4	538.16	30.691	2.866	549.73	526.58	11.483	0.506
5	561.3	32.293	0.978	572.88	549.73	11.242	0.179
6	619.17	32.257	0.562	630.74	603.74	13.155	0.092
7	754.19	24.067	8.908	788.91	707.9	42.474	3.407
8	802.41	32.078	1.287	815.92	788.91	13.106	0.232
9	854.49	32.173	1.395	887.28	823.63	30.658	0.481
10	922	31.274	2.014	939.36	887.28	25.212	0.375
11	966.37	32.632	0.78	999.16	950.94	23.204	0.245
12	1030.02	32.549	0.483	1041.6	999.16	20.432	0.083
13	1128.39	30.086	1.833	1138.04	1097.53	20.123	0.288
14	1151.54	28.155	3.748	1165.04	1139.97	13.158	0.715
15	1188.19	25.441	7.379	1215.19	1166.97	25.248	1.951
16	1242.2	32.543	0.512	1259.56	1234.48	12.149	0.101
17	1330.93	28.521	4.596	1350.22	1298.14	26.388	1.394
18	1383.01	27.002	5.577	1408.08	1365.65	22.149	1.48
19	1444.73	27.562	0.659	1446.66	1410.01	18.935	0.078
20	1460.16	24.658	5.062	1477.52	1448.59	16.294	1.131
21	1525.74	20.313	11.138	1554.68	1498.74	32.452	4.348
22	1579.75	24.484	5.327	1589.4	1560.46	16.051	1.089
23	1608.69	16.031	14.247	1651.12	1591.33	34.884	4.64

LAMPIRAN F

Analisis Spektroskopi Serapan Atom (AAS)

Pembuatan larutan standar konsentrasi 20 ppm

$$\begin{aligned}
 \text{a. Konsentrasi larutan standar} &= 20 \text{ ppm} \\
 &= 20 \text{ mg}/1000\text{mL} \\
 &= 2 \text{ mg}/100\text{mL}
 \end{aligned}$$

b. Massa $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa } \text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} &= \frac{M_{\text{rCu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}}}{A_{\text{rCu}}} \times m_{\text{Cu}} \\
 &= \frac{199,5}{63,5} \times 0,002 \text{ gram} \\
 &= 0,0063 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Pengenceran larutan standar konsentrasi 20 ppm menjadi 2, 4, 6, dan 8 ppm:

→ Konsentrasi 2 ppm:

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 10 \times 20 &= V \times 2 \\
 V &= 1 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

→ Konsentrasi 4 ppm:

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 10 \times 20 &= V \times 4 \\
 V &= 2 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

→ Konsentrasi 6 ppm:

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 10 \times 20 &= V \times 6 \\
 V &= 3 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

→ Konsentrasi 8 ppm:

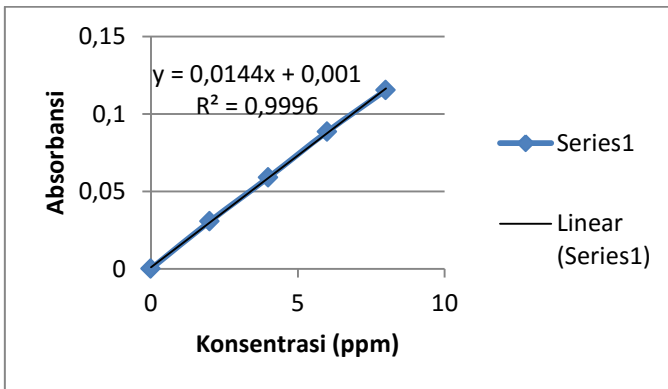
$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$10 \times 8 = V \times 20$$

$$V = 4 \text{ mL}$$

Data Absorbansi Cu dalam larutan standar

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0,0001
2	0,0306
4	0,0590
6	0,0885
8	0,1154



Pembuatan larutan cuplikan

→ Konsentrasi Larutan Cuplikan

$$\text{Konsentrasi larutan cuplikan} = 4 \text{ ppm}$$

$$= 4 \text{ mg}/1000 \text{ mL}$$

$$= 0,4 \text{ mg}/100 \text{ mL}$$

$$= 0,0004 \text{ gram}/100 \text{ mL}$$

Sehingga, dibutuhkan 0,0004 gram Cu dalam 100 mL

→ Massa Cuplikan

$$\begin{aligned} \text{Massa cuplikan} &= \frac{M_r \text{ cuplikan}}{A_r \text{ Cu}} \times \text{massa Cu} \\ &= \frac{377,8}{63,5} \times 0,0004 \\ &= 0,0024 \text{ gram} \end{aligned}$$

Tabel Data Absorbansi Cu dalam cuplikan

Cuplikan	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi terbaca AAS (ppm)
Cuplikan	4	0,0544	3,6633

Persamaan regresi linier :

$$y = ax + b$$

$$y = 0,0144x + 0,001$$

Konsentrasi untuk cuplikan :

$$y = 0,0144x + 0,001$$

$$0,0544 = 0,0144x + 0,001$$

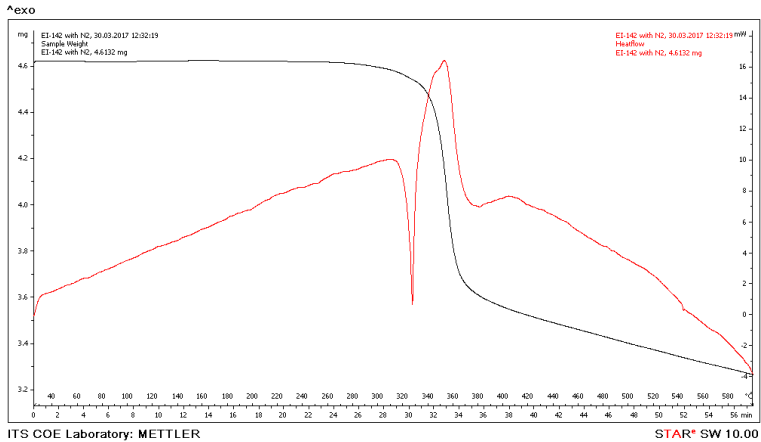
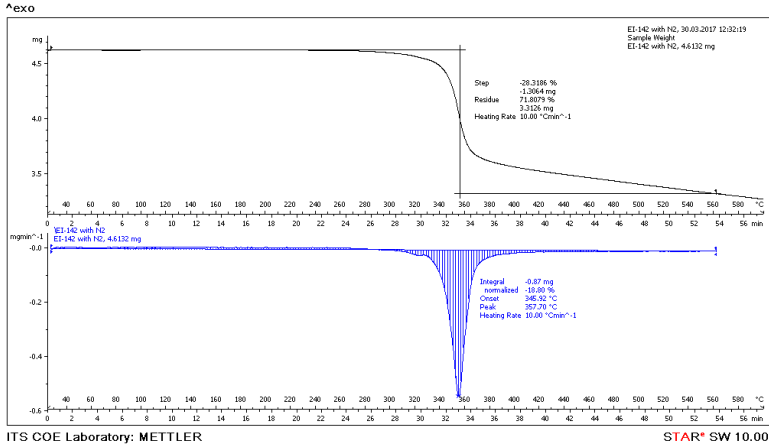
$$x = 3,7083$$

$$\begin{aligned} \text{massa tembaga dalam cuplikan} &= \frac{3,6633 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 377,8 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,01}{63,5} \\ &= 0,21795 \text{ mg} \end{aligned}$$

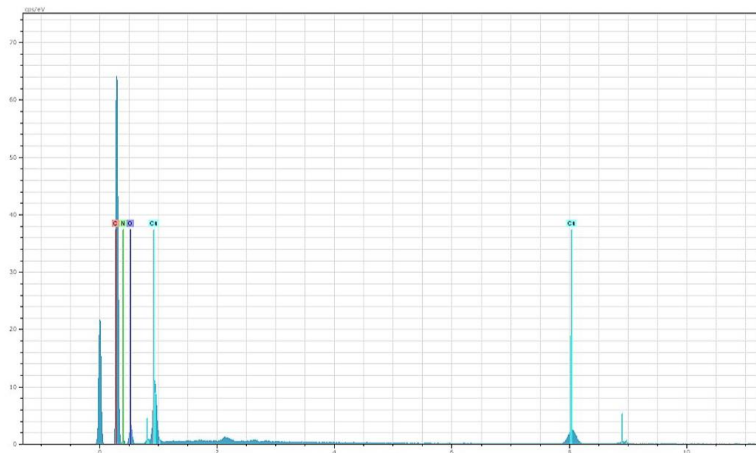
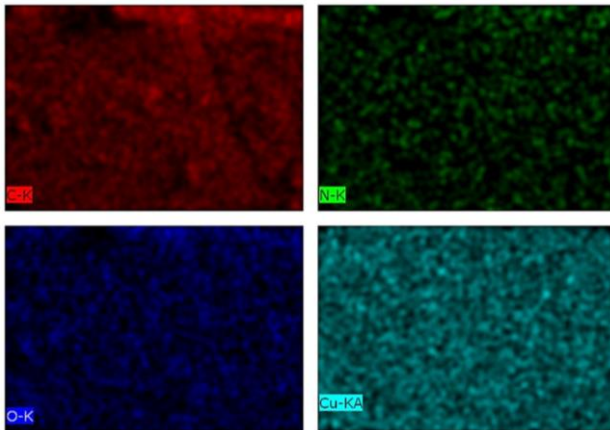
$$\begin{aligned} \text{Persentase Cu(II) dalam cuplikan} &= \frac{3,7083 \times 0,01}{0,21795} \times 100\% \\ &= 17,02 \% \end{aligned}$$

LAMPIRAN G

Analisis TGA Kompleks Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]



LAMPIRAN H
Analisis SEM-EDX Senyawa Kompleks Tembaga(II)
dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin]



376 Date:4/5/2017 1:29:48 PM HV:20.0kV Puls th.:7.78kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
C	6	K-series	52.25	52.25	65.73	16.5
O	8	K-series	20.46	20.46	19.32	7.1
Cu	29	K-series	17.22	17.22	4.09	0.5
N	7	K-series	10.07	10.07	10.86	4.1
Total:			100.00	100.00	100.00	

Perhitungan Berdasarkan Hasil SEM-EDX:

$$\% \text{ Unsur} = \frac{N_{\text{unsur}}}{N_{\text{total unsur}}} \times 100\%$$

$$N_{\text{total unsur}} = C + O + N + Cu = 20 + 2 + 2 + 1 = 25$$

$$\% C = \frac{N_{\text{unsur}}}{N_{\text{total unsur}}} \times 100\%$$

$$65,73\% = \frac{N_{\text{unsur}}}{25} \times 100\%$$

$$N_{\text{unsur}} C = 16,4$$

$$\% O = \frac{N_{\text{unsur}}}{N_{\text{total unsur}}} \times 100\%$$

$$19,32\% = \frac{N_{\text{unsur}}}{25} \times 100\%$$

$$N_{\text{unsur}} O = 4,83$$

$$\%N = \frac{N_{\text{unsur}}}{N_{\text{total unsur}}} \times 100\%$$

$$10,86\% = \frac{N_{\text{unsur}}}{25} \times 100\%$$

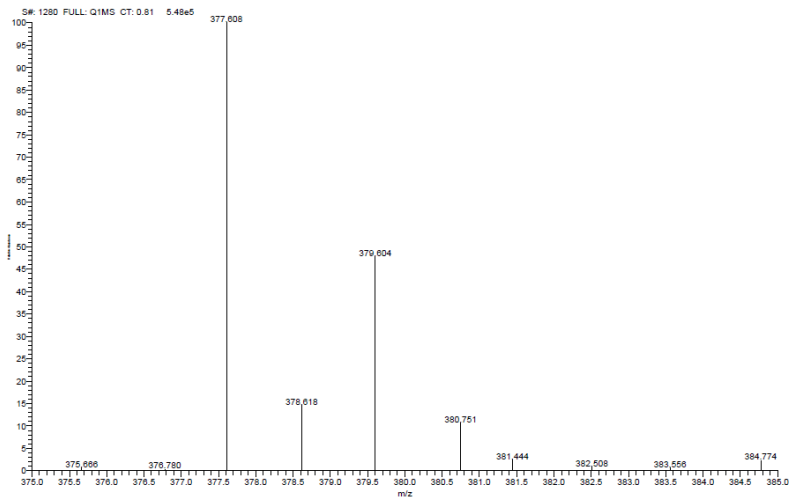
$$N_{\text{unsur N}} = 2,72$$

$$\%Cu = \frac{N_{\text{unsur}}}{N_{\text{total unsur}}} \times 100\%$$

$$4,09\% = \frac{N_{\text{unsur}}}{25} \times 100\%$$

$$N_{\text{unsur Cu}} = 1,02$$

LAMPIRAN I
Analisis *Mass Spectroscopy* (MS) Senyawa Kompleks
Tembaga(II) dengan Ligan [N,N'-Bis(salisiliden)-1,2-
fenilendiamin]

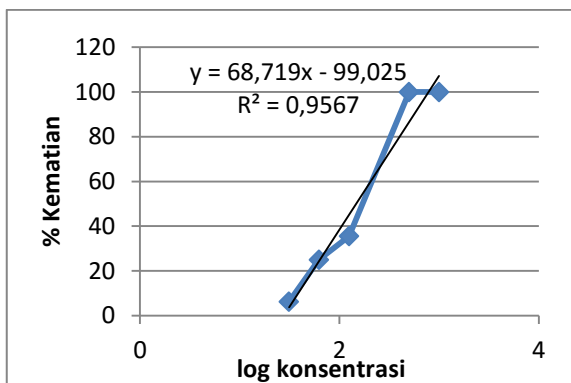


LAMPIRAN J

Perhitungan nilai LC_{50} dengan metode BSLT

- Nilai LC_{50} Ligan

Konsentrasi (ppm)	Jumlah mati	Jumlah hidup	% Kematian
31,25	2	31	6,25%
62,5	8	24	25%
125	11	20	35,48%
500	31	0	100%
1000	32	0	100%



$$y = 68,719x - 99,025$$

$$50 = 68,719x - 99,025$$

$$149,025 = 68,719x$$

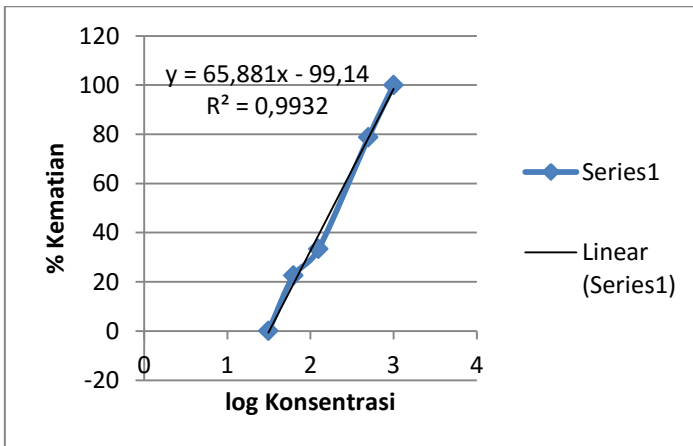
$$x = 2,168614$$

$$\text{anti log } x = 147,4396$$

$$LC_{50} = 147,4396 \text{ ppm}$$

- Nilai LC_{50} Kompleks

Konsentrasi (ppm)	Jumlah mati	Jumlah hidup	% Kematian
31,25	0	31	0%
62,5	7	24	22,58%
125	10	20	33,33%
500	26	7	78,79%
1000	33	0	100%



$$y = 65,881x - 99,14$$

$$50 = 65,881x - 99,14$$

$$149,14 = 65,881x$$

$$x = 2,263779$$

$$\text{anti log } x = 183,5602$$

$$LC_{50} = 183,5602 \text{ ppm}$$

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Irma Sofiana Agustin, dilahirkan di Sidoarjo, 2 Agustus 1995, merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SD Negeri Sugihwaras (2001), SMP Negeri 1 Candi (2007), dan SMA Negeri 1 Sidoarjo (2010). Pada tahun 2013, penulis diterima di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui jalur SBMPTN dan terdaftar dengan NRP 1413100068. Penulis mengambil Riset di Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis – Senyawa Kompleks dibawah bimbingan Dr. Fahimah Martak, M.Si. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif sebagai staf dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia ITS (HIMKA-ITS) periode 2014-2015 dan sebagai Wakil Ketua Bidang Internal HIMKA-ITS periode 2015-2016. Penulis juga merupakan penerima beasiswa Yayasan Karya Salemba Empat dan aktif sebagai Kepala Departemen Sosial dan Pendidikan Paguyuban Karya Salemba Empat ITS periode 2016-2017. Salah satu motto penulis adalah “*Apa yang kita tanam, pasti bisa kita tuai*”. Penulis dapat dihubungi melalui email irma.sofiana@gmail.com.