



SKRIPSI

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA  
KOMPLEKS MANGAN(II) DENGAN LIGAN 2-(4-  
KLOROFENIL)-4,5-DIFENIL-1H-IMIDAZOL**

DICKY LIMANTO  
NRP. 1411 100 129

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

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



SCRIPT

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION  
COMPLEX COMPOUND MANGANESE(II) WITH  
2-(4-CHLOROPHENYL)-4,5-DIPHENYL-1H-  
IMIDAZOLE LIGAND**

**DICKY LIMANTO**  
NRP. 1411 100 129

Advisor Lecturer  
Dr. Fahimah Martak, M.Si  
Drs. Agus Wahyudi, M.S

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA  
KOMPLEKS MANGAN(II) DENGAN LIGAN 2-(4-  
KLOROFENIL)-4,5-DIFENIL-1H-IMIDAZOL**

**TUGAS AKHIR**

Disusun Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar  
Sarjana Program Studi S-1  
Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Disusun Oleh :

**DICKY LIMANTO**  
**NRP. 1411 100 129**

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

## LEMBAR PENGESAHAN

### SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS MANGAN(II) DENGAN LIGAN 2-(4- KLOOROFENIL)-4,5-DIFENIL-1H-IMIDAZOL

#### TUGAS AKHIR

Disusun Oleh:  
**Dicky Limanto**  
NRP 1411 100 129

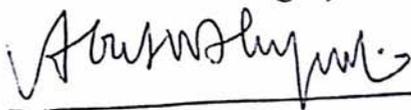
Surabaya, 1 Maret 2017

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing I,

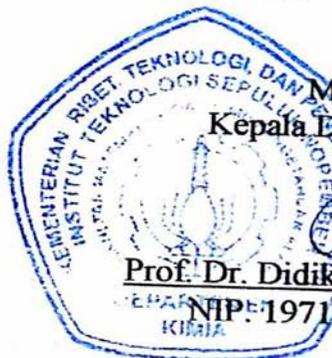


**Dr. Fahimah Martak, M.Si.**  
NIP. 19660703 199102 2 001

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing II,



**Drs. Agus Wahyudi, MS**  
NIP. 19600815 198803 1 004



Mengetahui :  
Kepala Departemen Kimia,



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si, M.Sc**  
NIP: 19710616 199703 1 002

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS MANGAN(II) DENGAN LIGAN 2-(4- KLOOROFENIL)-4,5-DIFENIL-1H-IMIDAZOL

Nama : Dicky Limanto  
NRP : 1411 100 129  
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS  
Dosen Pembimbing : Dr. Fahimah Martak, M.Si dan Drs. Agus  
Wahyudi, MS

## Abstrak

Kompleks mangan(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol telah berhasil disintesis dengan rendemen sebesar 76,12%. Rumus molekul senyawa kompleks yang terbentuk adalah  $[Mn(2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol)_2(H_2O)_2] \cdot 2H_2O$ . Rumus molekul ini didapatkan dari hasil analisis mikro unsur CHN yang menunjukkan kadar C, H, dan N pada senyawa kompleks secara berturut-turut sebesar 64,03%; 4,67%; dan 7,07%. Dari hasil analisis dengan FTIR menunjukkan adanya spektra khas vibrasi Mn-O pada bilangan gelombang  $501,51 \text{ cm}^{-1}$  dan vibrasi Mn-N pada bilangan gelombang  $443,64 \text{ cm}^{-1}$ . Rumus molekul ini juga diperkuat dengan hasil analisis TGA yang membuktikan bahwa terdapat air kristal dan air ligan pada kompleks. Uji toksisitas senyawa kompleks dengan metode BSLT didapatkan nilai  $LC_{50}$  sebesar 354,81 ppm.

**Kata kunci** : Senyawa kompleks, ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol, ion logam Mn(II), toksisitas

# SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION COMPLEX COMPOUND MANGANESE(II) WITH 2-(4- CHLOROPHENYL)-4,5-DIPHENYL-1H-IMIDAZOLE LIGAND

Name : Dicky Limanto  
NRP : 1411 100 129  
Department : Chemistry  
Advisor Lecturer : Dr. Fahimah Martak, M.Si dan Drs. Agus  
Wahyudi, MS

## Abstract

Complex manganese(II) with 2-(4-chlorophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole ligand had been synthesized with yield of 76,12%. Molecule formula from complex compound was  $[\text{Mn}(2-(4\text{-chlorophenyl})-4,5\text{-diphenyl-1H-imidazole})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . This molecule formula was known from CHN elemental analyzer that showed the composition of C, H, and N in complex compound was 64,03%; 4,67%; and 7,07%. From FTIR characterization shown that there was a distinctive vibrational spectra of Mn-O at  $501,51 \text{ cm}^{-1}$  and vibration of Mn-N at  $443,64 \text{ cm}^{-1}$ . This molecule formula was also known from TGA that indicated there was presence of crystal water and water ligand in complex. Toxicity test of this complex compound by BSLT methods was obtained the  $\text{LC}_{50}$  value of 354,81 ppm.

**Keywords:** Complex compound, 2-(4-chlorophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole ligand, metal ion of manganese (II), toxicity

*Karya ini ku persembahkan untuk Mama,  
Papa, Kakak, Teman-teman sepermainan Riyan,  
Kinata, Mamon, Aben, Asadian dan teman-teman  
seperjuangan Tin dan Nur.*

## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan Skripsi yang berjudul “**Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mangan(II) Dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol**”.

Pada kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan izin kepada saya untuk menyelesaikan penelitian ini.
2. Ibu Dr. Fahimah Martak dan bapak Drs. Agus Wahyudi, MS selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama penyusunan Skripsi ini.
3. Ibu Yulfi Zetra, M.Si. selaku Dosen Wali yang telah memberikan pengarahan dan nasehat selama penyusunan skripsi ini.
4. Bapak Prof. Taslim Ersam selaku ketua laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis (KIBAS) Kimia FMIPA yang telah memberikan izin penulis untuk bekerja di lab KIBAS.
5. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc. selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas selama penyusunan makalah ini.
6. Keluarga tercinta yang selalu memberi dukungan dan doa dalam penyusunan makalah ini.
7. Teman-teman mahasiswa Kimia FMIPA 2011 yang selalu memberikan semangat untuk mengerjakan naskah makalah ini.
8. Semua pihak yang telah membantu, yang tidak mungkin penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa skripsi ini tidak lepas dari kekurangan, oleh karena itu penulis terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun. Semoga skripsi ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
ABTRAK .....	v
ABSTRAC .....	vi
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii

### BAB I PENDAHULUAN ..... 1

1.1 LatarBelakang .....	1
1.2 Permasalahan .....	3
1.3 Tujuan .....	3
1.4 ManfaatPenelitian .....	3

### BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI ..... 5

2.1 Senyawa Kompleks .....	5
2.2 Imidazol .....	5
2.3 Kompleks Mangan Dengan Ligan Turunan Imidazol.....	7
2.4 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis .....	8
2.4.1 Spektrofotometri UV-Vis.....	8
2.4.2 Spektroskopi Inframerah.....	9
2.4.3 <i>Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy</i> (Spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ ).....	10
2.4.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	10
2.4.5 <i>Thermogravimetric Analysis</i> (TGA) .....	11
2.4.6 Analisis Mikro Unsur CHN .....	12
2.4.7 Uji Toksisitas <i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT) .....	12

<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>13</b>
3.1 Alat dan Bahan .....	13
3.1.1 Alat .....	13
3.1.2 Bahan .....	13
3.2 Prosedur .....	13
3.2.1 Sintesis Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H- Imidazol .....	14
3.2.2 Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II) Dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol ..	14
3.3 Karakterisasi .....	15
3.3.1 Analisis Spektroskopi Inframerah .....	15
3.3.2 Analisis Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	15
3.3.3 Analisis Spektroskopi UV-Vis .....	15
3.3.4 Analisis Spektroskopi <sup>1</sup> H-NMR .....	16
3.3.5 Analisis Termogravimetri (TGA) .....	16
3.3.6 Analisis Mikro Unsur CHN .....	16
3.3.7 Uji Toksisitas <i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT) .....	16
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>19</b>
4.1 Sintesis Dan Karakterisasi Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5- Difenil-1H-Imidazol .....	19
4.2 Sintesis Dan Karakterisasi Kompleks Mn(II) Dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol .....	25
<b>BAB V KESIMPULAN .....</b>	<b>35</b>
5.1 Kesimpulan .....	35
5.2 Saran .....	35
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>37</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>43</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Resonansi Imidazol.....	6
Gambar 2.2	Sintesis Imidazol .....	6
Gambar 2.3	Struktur 2,4,5-Trifenil-1H-Imidazol .....	8
Gambar 2.4	Rangkaian Alat AAS .....	11
Gambar 4.1	Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H- Imidazol.....	20
Gambar 4.2	Hasil KLT Tiga Eluen .....	20
Gambar 4.3	Hasil KLT 2D Ligan.....	21
Gambar 4.4	Spektra Inframerah Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5- Difenil-1H-Imidazol .....	22
Gambar 4.5	Usulan Mekanisme Reaksi Sintesis Ligan 2-(4- Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol.....	23
Gambar 4.6	Spektra <sup>1</sup> H-NMR Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5- Difenil-1H-Imidazol .....	24
Gambar 4.7	Kompleks Mn(II) Dengan Ligan 2-(4- Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol.....	26
Gambar 4.8	Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimal MnCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O dan Senyawa Kompleks Mn.....	27
Gambar 4.9	Spektra FTIR Dari Senyawa Kompleks Mn(II). .	28
Gambar 4.10	Grafik Analisis SSA Pada Larutan Standar.....	29
Gambar 4.11	Kurva TGA Senyawa Kompleks Mn .....	30
Gambar 4.12	Prediksi Struktur Senyawa Kompleks [Mn(2-(4- klorofenil)-4,5-difenil-1H- imidazol) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].2H <sub>2</sub> O .....	32
Gambar 4.13	Grafik Hasil Uji BSLT Senyawa Kompleks [Mn(2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H- imidazol) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].2H <sub>2</sub> O .....	33

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Serapan Pada Spektra FTIR .....	9
Tabel 2.2	Hasil <sup>1</sup> H-NMR senyawa 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol. ....	10
Tabel 4.1	Pergeseran Kimia Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol .....	25
Tabel 4.2	Perbandingan Komposisi Atom C, H, dan N Secara Eksperimen dan Teori.....	31
Tabel 4.3	Data Hasil Uji BSLT Kompleks [Mn(2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].2H <sub>2</sub> O. ....	33

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Skema Kerja .....	43
Lampiran B	Perhitungan .....	46
Lampiran C	Spektra <sup>1</sup> H-NMR Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol .....	49
Lampiran D	Spektrum FTIR.....	50
Lampiran E	Perhitungan Dan Hasil Analisis SSA.....	54
Lampiran F	Kurva TGA Senyawa Kompleks .....	57
Lampiran G	Data Analisis Mikro Unsur CHN.....	58
Lampiran H	Perhitungan dan Hasil Analisis Uji BSLT .....	59

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Imidazol adalah suatu senyawa dengan dua atom nitrogen berbentuk cincin heterosiklik amina. Imidazol digunakan dalam banyak bidang, salah satunya adalah bidang farmakologi. Salah satu senyawa turunan imidazol adalah benzimidazol yang digunakan sebagai obat pencernaan. Pada dasarnya imidazol banyak dimanfaatkan pada bidang kesehatan dan farmasi karena mempunyai reaktifitas tinggi (Carey, 2000).

Senyawa turunan imidazol diantaranya dapat digunakan sebagai antimikroba dan antioksidan yang mampu membunuh bakteri patogen hingga menghambat kerja senyawa karsinogenik. Senyawa 2-tersubstitusi-4,5-difenil-1H-imidazol **(1)** merupakan salah satu turunan imidazol yang digunakan sebagai antibakteri dengan substituen NO<sub>2</sub>, Cl, dan Br. Selanjutnya senyawa diuji dengan *E. coli*, *B. subtilis*, dan *S. aureus* untuk mengetahui tingkat aktifitasnya terhadap senyawa uji. Setelah dilakukan uji ternyata semua hasil sintesis menunjukkan aktifitas yang tidak terlalu tinggi terhadap bakteri *E. coli*, *B. subtilis*, dan *S. aureus*, yaitu berturut-turut 38,09; 33,33; dan 28,57  $\mu$  g/mL. Oleh karena itu perlu dilakukan modifikasi struktur untuk meningkatkan aktifitas senyawa tersebut (Jain dkk, 2010). Salah satu caranya adalah dengan mengkomplekskan senyawa uji agar dapat mengetahui peningkatan aktifitas senyawa tersebut.

**(1)**

Jenis atom pusat sangat berpengaruh pada reaktifitas suatu senyawa kompleks (Jolly, 1991). Kompleks dari ion logam Mn(II), Co(II), dan Zn(II) dengan ligan 2-asetilpiridin thiosemikarbazon (**2**) telah dilaporkan. Aktifitas ligan dan kompleks kemudian diuji dengan sel kanker leukemia K562. Senyawa (**2**) sebelum dikomplekskan memiliki nilai  $IC_{50}$  sebesar 29,74  $\mu$ M dan setelah dikomplekskan terjadi perubahan pada nilai  $IC_{50}$ . Senyawa kompleks dengan ion logam Mn(II), Co(II), dan Zn(II) secara berturut-turut memiliki nilai  $IC_{50}$  sebesar 2,55  $\mu$ M; 45,99  $\mu$ M; dan 6,9  $\mu$ M. Dari nilai  $IC_{50}$  terlihat bahwa senyawa kompleks Mn(II) memiliki aktifitas yang lebih tinggi (Li dkk, 2010).

## (2)

Senyawa kompleks dengan ligan turunan imidazol telah dilaporkan oleh Martak dan Ahmad (2016). Kompleks nikel(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**3**) telah berhasil disintesis. Kompleks kemudian diuji toksisitasnya dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) dan didapatkan nilai  $LC_{50}$  sebesar 295,15 ppm. Dari hasil tersebut terlihat bahwa kompleks tersebut tidak bersifat toksik.

## (3)

Pada penelitian ini modifikasi struktur dilakukan dengan mengganti substituen metil dengan klorofenil. Penggantian gugus diharapkan mampu meningkatkan aktifitas dari senyawa

kompleks. Gugus klorofenil merupakan gugus penarik elektron, sehingga atom hidrogen pada cincin imidazol akan lebih mudah terlepas ketika reaksi terjadi di suasana basa. Hal tersebut membuat senyawa kompleks mudah terurai karena ikatan logam dan ligan yang lemah.

## 1.2 Permasalahan

Permasalahan dalam penelitian ini adalah bagaimana mensintesis ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dan kompleks Mn(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol, bagaimana rumus molekul senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol, serta bagaimana tingkat toksisitas senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol terhadap larva udang *Artemia Salina*.

## 1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan kompleks Mn(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol, mendapatkan rumus molekul senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol, dan mendapatkan nilai LC<sub>50</sub> senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi terhadap perkembangan penelitian tentang senyawa-senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan turunan imidazol yang berfungsi sebagai antikanker.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI**

#### **2.1 Senyawa Kompleks**

Senyawa kompleks adalah senyawa yang terdiri ion logam pusat yang biasanya berupa logam transisi yang dikelilingi oleh anion yang disebut dengan ligan. Ligan memberikan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam (ion pusat). Pasangan elektron bebas ligan berikatan dengan ion logam menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks sering disebut juga senyawa koordinasi (Cotton dkk, 1999).

Dalam senyawaan kompleks, ligan berperan sebagai basa Lewis sedangkan ion logam berperan sebagai asam Lewis. Asam Lewis adalah senyawa yang berperan menerima pasangan elektron bebas, sedangkan basa Lewis adalah senyawa yang berperan dalam menyumbangkan pasangan elektron bebas (March, 1992). Ikatan antara ligan dengan ion logam cukup kuat walaupun ada beberapa kompleks yang memiliki ikatan lemah (Greenwood and Earnshaw, 1997).

#### **2.2 Imidazol**

Imidazol merupakan senyawa organik dengan rumus  $(CH)_2N(NH)CH$ . Imidazol adalah padatan tidak berwarna yang larut dalam air membentuk campuran yang bersifat alkali. Imidazol adalah senyawa aromatik heterosiklik yang diklasifikasikan sebagai diazol dan alkaloid.

Imidazole berbentuk cincin planar segilima. Imidazol ada dalam dua bentuk tautomerik setara, karena proton dapat terletak di salah satu dari dua atom nitrogen. Imidazole adalah senyawa yang sangat polar, yang dibuktikan dengan dipol sebesar 3,61D. Senyawa ini diklasifikasikan sebagai aromatik karena kehadiran  $\pi$ -elektron, yaitu pasangan elektron bebas pada atom nitrogen. Beberapa struktur resonansi imidazol seperti terlihat pada **Gambar 2.1**.

### **Gambar 2.1.** Struktur resonansi imidazol

Imidazol bersifat amfoter, artinya senyawa tersebut dapat berfungsi baik sebagai asam atau sebagai basa. Proton asam terletak di N-1 dan sisi basa pada N-3. Sebagai asam, pKa imidazol adalah 14,5, sehingga kurang asam dibandingkan asam karboksilat, fenol, dan imida, tetapi sedikit lebih asam dibandingkan alkohol. pKa asam konjugasi adalah sekitar 7, sehingga imidazol sekitar enam puluh kali lebih basa daripada piridin.

Derivatif dari imidazol, membentuk heterosiklik dengan cincin 1,3-C<sub>3</sub>N<sub>2</sub> dengan substituen bervariasi. Sistem cincin ini hadir dalam biologi penting, seperti histidin dan terkait hormone histamin. Banyak obat mengandung cincin imidazol, seperti obat antijamur, nitroimidazole dan midazolam penenang (Grimmett, 1997).

Imidazol pertama kali dilaporkan pada tahun 1858, meskipun berbagai turunan imidazol telah ditemukan sejak tahun 1840-an. Sintesis imidazol seperti ditunjukkan pada **Gambar 2.2** menggunakan glioksal dan formaldehida dalam amonia (Heinrich Debus, 1858). Sintesis ini, menghasilkan rendemen yang relatif rendah, tetapi masih digunakan untuk membuat imidazoles C-tersubstitusi (Crouch dkk, 2006).

:

### **Gambar 2.2.** Sintesis imidazol

Turunan imidazol tersubstitusi bermanfaat dalam pengobatan berbagai infeksi jamur. Imidazole termasuk dalam antijamur azol, yang meliputi ketoconazole, miconazole, dan

clotrimazole (Bogle dkk, 1994). Sebagai perbandingan, kelompok lain azole adalah triazol, yang meliputi flukonazol, itraconazole, dan vorikonazol. Perbedaan antara imidazol dan triazol melibatkan mekanisme penghambatan enzim sitokrom P450. N-3 senyawa imidazol berikatan dengan atom besi heme dari besi sitokrom P450, sedangkan N-4 dari triazol mengikat kelompok heme. Triazol telah terbukti memiliki spesifisitas yang lebih tinggi untuk P450 sitokrom dari imidazol, sehingga membuat mereka lebih kuat daripada imidazol (Riviere and Papich, 2009).

Garam dari imidazole dimana cincin imidazol dalam bentuk kation dikenal sebagai garam imidazolium (misalnya, imidazolium klorida). Garam-garam ini terbentuk dari protonasi atau substitusi pada nitrogen dari imidazol. Garam-garam ini telah digunakan sebagai cairan ionik dan prekursor untuk karbene stabil. Garam di mana imidazol terdeprotonasi dalam bentuk anion juga mungkin, garam-garam ini dikenal sebagai imidazolide atau garam imidazolate (misalnya, natrium imidazolide).

### 2.3 Kompleks Mangan dengan Ligan Turunan Imidazol

Mangan adalah unsur kimia dengan simbol Mn dan nomor atom 25. Mangan berwarna abu-abu keperakan yang menyerupai besi. Mangan merupakan logam yang keras dan sangat rapuh, sulit untuk dilebur, tetapi mudah untuk dioksidasi. Mangan sangat reaktif jika murni dan dalam bentuk serbuk akan terbakar jika ada oksigen, bereaksi dengan air (berkarat seperti besi), dan larut dalam asam. Logam mangan dan ion-ionnya bersifat paramagnetik (Holleman dkk, 1985). Bilangan oksidasi yang paling umum dari mangan adalah +2, +3, +4, +6, +7, dan yang paling stabil untuk mangan adalah +2. Mangan dengan bilangan oksidasi +2 yang paling umum adalah mangan (II) sulfat ( $MnSO_4$ ) dan mangan (II) klorida ( $MnCl_2$ ).

Mangan merupakan logam yang cukup banyak digunakan sebagai atom pusat dalam sintesis senyawa kompleks. Hal ini dikarenakan mangan memiliki lima elektron yang tidak berpasangan sehingga dapat membentuk jaringan koordinasi yang besar dan stabil (Ma dkk, 2012).

Kompleks Mn(II) dengan ligan 2,4,5-trifenil-1H-imidazol (**Gambar 2.3**) pernah disintesis oleh Pujiono dan Martak (2014). Metode yang digunakan dalam proses sintesis adalah solvotermal. Metode solvotermal dipilih karena waktu yang dibutuhkan relatif cepat. Reaksi dilakukan dengan mencampur ligan dan logam Mn(II) yang masing-masing telah dilarutkan dengan 15 mL N,N-dimetilformamida (DMF). Campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 60 menit pada suhu ruang. Setelah selesai, campuran direaksikan secara solvotermal pada suhu 140 °C selama 1 hari. Hasil reaksi kemudian didekantasi sehingga didapatkan padatan. Padatan yang didapatkan dicuci dengan DMF, lalu dicuci lagi dengan metanol dan dikeringkan dalam desikator. Padatan yang telah kering dikarakterisasi dengan FTIR, SEM, dan EDX. Hasil dari SEM menunjukkan bahwa bentuk permukaan dari padatan yang dihasilkan seperti awan dan kasar, sehingga dapat disimpulkan padatan kompleks yang dihasilkan berpori (Pujiono dan Martak, 2014).

### **Gambar 2.3** Struktur 2,4,5-trifenil-1H-imidazol

## **2.4 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis**

### **2.4.1 Spektrofotometri UV-Vis**

Spektroskopi UV-Vis merupakan metode analisis senyawa menggunakan radiasi sinar ultraviolet dan sinar tampak. Spektroskopi ini digunakan untuk mengetahui adanya gugus kromofor dalam suatu senyawa. Adanya gugus kromofor memungkinkan terjadinya eksitasi, yaitu perpindahan elektron dari tingkat energi rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi. Molekul anorganik yang memiliki orbital d yang terisi sebagian

akan mengalami absorpsi pada panjang gelombang UV-Vis. Hal tersebut diakibatkan oleh interaksi ligan dengan orbital d dari logam. Pada ion bebas orbital d berada pada tingkat energi yang sama, namun interaksi logam-ligan menyebabkan terjadinya pembelahan (*splitting*) orbital d (Skoog dkk, 2007).

#### 2.4.2 Spektroskopi Inframerah

Spektroskopi inframerah didasarkan pada vibrasi molekul pada atom. Spektroskopi inframerah biasa digunakan untuk menentukan gugus fungsi dalam suatu senyawa. Prinsipnya adalah sampel ditembak dengan sinar yang memiliki banyak frekuensi cahaya sekaligus dan dihitung berapa banyak sinar tersebut yang diabsorb oleh sampel. Selanjutnya, sinar dimodifikasi agar memiliki frekuensi yang berbeda. Proses ini diulang beberapa kali. Setelah itu, komputer menerima semua data tersebut dan menampilkan semua absorpsi pada setiap panjang gelombang (Griffiths, 2007). Beberapa serapan pada spektra FTIR dapat dilihat pada **Tabel 2.1**.

**Tabel 2.1** Serapan Pada Spektra FTIR (Skoog dkk, 2000)

<b>Ikatan</b>	<b>Tipe Senyawa</b>	<b>Bilangan Gelombang (cm<sup>-1</sup>)</b>
C-H	Alkana	2850-2970
	Alkene	3010-3095
	Alkuna	3300
	Cincin Aromatik	3010-3100
O-H	Alkohol	3500-3650
N-H	Amina, Amida	3300-3500
C=C	Alkena	1610-1680
	Cincin Aromatik	1500-1600
C≡C	Alkuna	2100-2260
C-N	Amina, Amida	1180-1360

C≡N	Nitril	2210-2280
C=O	Alkohol, Eter	1050-1300
C=O	Aldehyd, Keton	1690-1760
NO <sub>2</sub>	Senyawa Nitro	1500-1570

### 2.4.3 *Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy* (Spektroskopi <sup>1</sup>H-NMR)

Spektroskopi <sup>1</sup>H-NMR adalah salah satu alat untuk mengetahui struktur molekul melalui penyerapan gelombang elektromagnetik oleh inti <sup>1</sup>H pada molekul organik saat berada pada medan magnet yang kuat (Fessenden dkk, 1986). <sup>1</sup>H-NMR memberikan informasi tentang jumlah setiap jenis hidrogen yang terdapat dalam suatu molekul. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR juga memberikan informasi pergeseran kimia ( $\delta$ ) yang menunjukkan lingkungan dari masing-masing hidrogen dan jumlahnya (Carey, 2000). Contoh hasil dari analisis <sup>1</sup>H-NMR dapat dilihat pada **Tabel 2.2**.

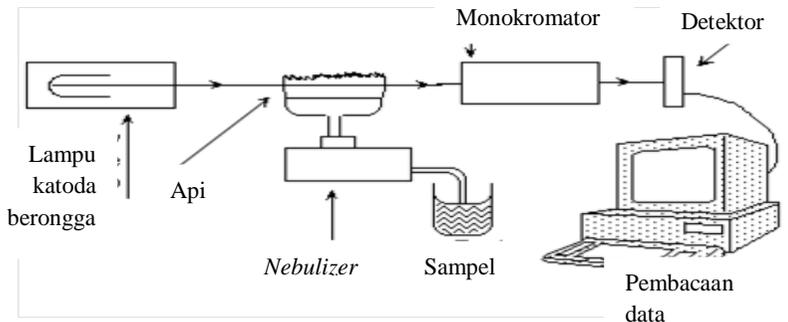
**Table 2.2** Hasil <sup>1</sup>H-NMR senyawa 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol (Jain dkk, 2010)

Pergeseran Kimia (ppm)	Multiplisitas	Integritas
7,3-7,41	Multiplet	12H
7,51-7,59	Multiplet	2H
13,1	Singlet	1H

### 2.4.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi serapan atom (SSA) digunakan untuk menganalisis konsentrasi analit dalam sampel. Dalam pengukurannya membutuhkan standar yang sudah diketahui konsentrasi analitnya. Prinsipnya, elektron dalam atom di dalam *atomizer* akan tereksitasi ke tingkat orbital yang lebih tinggi untuk sesaat (nanosekon) dengan menyerap sejumlah energi (radiasi dari panjang gelombang tertentu). Secara umum, setiap panjang

gelombang hanya akan bereaksi pada satu jenis elemen. Aliran radiasi standar dan aliran radiasi sampel dalam *atomizer* kemudian akan diukur oleh detektor. Rasio perbedaan antara dua nilai tersebut (absorbansi) dikonversi menjadi konsentrasi atau massa analit menggunakan hukum Lambert-Beer (Christian, 2004). Rangkaian alat AAS dapat dilihat pada **Gambar 2.4**.



**Gambar 2.4** Rangkaian alat AAS

#### 2.4.5 *Thermogravimetric Analysis (TGA)*

TGA adalah metode analisis termal yang mengukur perubahan massa sampel dalam fungsi suhu (dengan kenaikan suhu yang tetap), atau dalam fungsi waktu (dengan suhu tetap dan/atau pengurangan massa yang tetap). TGA dapat memberikan informasi tentang perubahan fisika, seperti fase transisi orde kedua, termasuk penguapan, sublimasi, absorpsi, adsorpsi, dan desorpsi. TGA juga dapat memberikan informasi tentang perubahan kimia, seperti kemisorpsi, desolvasi (terutama dehidrasi), dekomposisi, dan reaksi padat-gas (misalnya, oksidasi atau reduksi) (Coats, 1963).

Instrumen TGA terus menerus menimbang sampel seiring dengan naiknya suhu hingga 2000 °C yang disambungkan dengan analisis gas FTIR dan spektroskopi massa. Berbagai macam komponen dalam sampel akan terdekomposisi seiring dengan naiknya suhu dan persentase berat pada masing-masing perubahan massa dapat diukur. Hasil ditampilkan dalam grafik dengan suhu

sebagai sumbu-x dan massa yang hilang sebagai sumbu-y (Coats, 1963).

#### 2.4.6 Analisis Mikro Unsur CHN

Analisis CHN adalah analisis elemental yang paling umum. Analisis ini dapat menentukan konsentrasi karbon (C), hydrogen (H), dan nitrogen (N) dalam suatu sampel. Kebanyakan instrumen CHN saat ini juga dapat menentukan konsentrasi sulfur (S) dan oksigen (O). Analisis ini biasanya hanya menggunakan sedikit sampel, yaitu sekitar 1 hingga 3 mg. Analisis ini menggunakan proses pembakaran untuk mengoksidasi sampel menjadi senyawa yang lebih sederhana yang kemudian diukur oleh deteksi konduktivitas termal atau spektroskopi inframerah. Pemisahan dari hasil pembakaran dengan teknik adsorpsi/desorpsi atau kromatografi (terbatas untuk ukuran sampel yang lebih kecil) (Pregl, 1917).

#### 2.4.7 Uji Toksisitas *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

Uji BSLT merupakan salah satu tes yang digunakan untuk melakukan tes toksisitas pada suatu senyawa (Meyer dkk, 1982). Banyak penelitian yang menunjukkan penggunaan metode ini untuk studi lingkungan, pendefinisian untuk racun alami, dan untuk penentuan umum zat bioaktifitas dalam ekstraksi tumbuhan. Hasil tes dari BSLT ditunjukkan dengan respon biologis karena adanya dosis mematikan atau tidaknya suatu sampel (Montanher dkk, 2002).

Untuk mendapatkan nilai  $LC_{50}$  dihitung %kematian terlebih dahulu dengan menggunakan persamaan 2.1.

$$\%kematian = \frac{\text{jumlah kematian}}{\text{jumlah larva mati} + \text{larva hidup}} \times 100\% \dots \dots \dots (2.1)$$

Selanjutnya dibuat grafik dengan log konsentrasi sebagai sumbu x terhadap % mortalitas sebagai sumbu y. Dari grafik tersebut akan didapatkan persamaan regresi linier  $y=ax+b$ . Dengan memasukkan semua nilai ke dalam persamaan regresi maka akan didapatkan nilai x dan antilog dari x merupakan nilai  $LC_{50}$  (Harmita dan Radji, 2006).

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat refluks, peralatan gelas, desikator vakum, *hot plate*, *magnetic stirrer*, plat kromatografi lapis tipis (KLT), kertas pH, kertas saring, dan neraca analitik. Karakterisasi material hasil sintesis dilakukan menggunakan spektrofotometer UV/Vis Genesys 10S di Laboratorium Fundamental Jurusan Kimia FMIPA ITS, spektrofotometer infra merah SHIMADZU FTIR 8400S di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia FMIPA ITS, proton resonansi magnetic inti JEOL NMR JNM-ECA magnet 500 MHz Institut Teknologi Bandung, spektrofotometer serapan atom (SSA) ZEE nit 700 di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia FMIPA ITS, analisis termal TGA STAR SW 10.00 di Laboratorium Energi ITS, analisis unsur CHN dengan flash 2000 *elemental organic compounds* di Universitas Kebangsaan Malaysia, dan uji *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) di Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis Jurusan Kimia FMIPA ITS.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah padatan 1,2-difeniletana-1,2-dione ( $C_{14}H_{10}O_2$ ); ammonium asetat, asam asetat glasial, gas nitrogen 98%, 4-klorobenzaldehida, etil asetat, metal klorida, *n*-heksana metanol, asam nitrat pekat 5M, aquades,  $MnCl_2 \cdot 2H_2O$ , air laut, dan benur udang *Artemia salina*.

#### **3.2 Prosedur**

Prosedur yang dilakukan dalam penelitian ini sesuai dengan prosedur yang dilakukan oleh Jain dkk (2010).

### 3.2.1 Sintesis Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol

Ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol disintesis dengan metode yang sudah dilaporkan oleh Jain, dkk (2010). Sintesis ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dilakukan menggunakan seperangkat alat refluks. Campuran 10 mmol 1,2-difeniletan-1,2-dione dan 0,1 mmol ammonium asetat di dalam 25 mL asam asetat glacial dimasukkan ke dalam labu bundar dan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 80-100 °C selama 1 jam dengan dialiri gas nitrogen. Kemudian, ditambahkan 10 mmol 4-klorobenzaldehid dalam 5 mL asam asetat glacial tetes demi tetes pada suhu yang sama. Campuran di aduk dengan *magnetic stirrer* selama 4 jam. Reaksi dimonitor menggunakan KLT dengan eluen etil asetat. Setelah 4 jam, campuran didinginkan dan disaring. Endapan yang didapat dikeringkan di suhu ruang dan direkristalisasi dengan pelarut etil asetat hingga murni. KLT 3 eluen dan KLT 2D dilakukan untuk mengetahui apakah senyawa yang terbentuk sudah murni.

### 3.2.2 Sintesis Senyawa Kompleks Mn (II) Dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol

Sintesis senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol menggunakan seperangkat alat refluks. Sintesis menggunakan perbandingan logam:ligan 1:2 sesuai yang telah dilaporkan oleh Dharmayanti dan Martak (2015). 1 mmol  $MnCl_2 \cdot 2H_2O$  dilarutkan ke dalam 5 mL metanol dan dimasukkan ke dalam labu bundar 50 mL. Campuran di aduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 60 °C. Kemudian, larutan 2 mmol 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dalam 25mL metanol dimasukkan tetes demi tetes ke dalam campuran logam dan metanol. Campuran di aduk dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam pada suhu tetap 60 °C. pH larutan diatur agar dalam kondisi basa dengan menambahkan NaOH ke dalam campuran. Setelah reaksi selesai, campuran dibiarkan hingga suhu ruang dan disaring. Filtrat yang didapatkan di tutup rapat dengan alumunium foil dan dibiarkan hingga terbentuk kristal kompleks. Kristal kompleks yang

diperoleh dipisahkan dengan filtratnya dan ditunggu hingga kering untuk karakterisasi lebih lanjut.

### 3.3 Karakterisasi

#### 3.3.1 Analisis Spektroskopi Inframerah

Analisis ini dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR Shimadzu seri 8400. Bahan yang dibutuhkan adalah kalium bromide (KBr) dan sampel yang ingin diuji. Sampel diambil 1 mg dan dicampur dengan 9 mg KBr. Campuran di haluskan terlebih dahulu, kemudian dimasukkan ke dalam *press holder* dan ditekan sehingga didapatkan pelet yang tipis. Pelet yang didapat dimasukkan ke dalam *compartment* dan diamati dengan spektrum inframerah.

#### 3.3.2 Analisis Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Pada analisis ini digunakan dua jenis larutan, yaitu larutan standar dan larutan sampel. Larutan standar dibuat dengan cara melarutkan 0,0295 gram  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ke dalam 100 mL aquades untuk mendapatkan larutan induk dengan konsentrasi 100 ppm. Uji SSA menggunakan 5 larutan standar dengan konsentrasi 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm. Larutan induk 100 ppm diambil masing-masing 2mL, 4mL, 6mL, 8mL, dan 10 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100mL kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas untuk membuat larutan standar 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm.

Larutan sampel dibuat dengan cara melarutkan 0,01 gram senyawa kompleks Mn(II) ke dalam 5 mL asam nitrat pekat, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas. Setelah seluruh larutan siap, maka uji SSA dapat dilakukan.

#### 3.3.3 Analisis Spektroskopi UV-Vis

Untuk melakukan uji spektroskopi UV-Vis, disiapkan larutan  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol masing-masing dengan konsentrasi 0,01M menggunakan

pelarut metanol. Sedangkan, senyawa kompleks hasil sintesis diambil sekitar 10-15 mg dan dilarutkan dengan metanol. Kemudian, ketiga larutan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-800 nm.

#### 3.3.4 Analisis Spektroskopi $^1\text{H}$ NMR

Untuk melakukan uji  $^1\text{H}$  NMR sampel ligan sebanyak 1  $\mu\text{g}$  dilarutkan ke dalam 1 mL pelarut dimetil sulfoksida (DMSO). Setelah itu, dilakukan pengujian  $^1\text{H}$ -NMR pada sampel.

#### 3.3.5 Analisis Thermogravimetri (TGA)

Analisis TGA dilakukan di Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Sampel disiapkan sekitar 5-8 mg dan diletakkan pada *crucible* yang terbuat dari alumunium. Analisis TGA dilakukan dari rentang suhu 25  $^{\circ}\text{C}$  hingga 500  $^{\circ}\text{C}$  dengan kenaikan suhu 5  $^{\circ}\text{C}$  per menit. Selanjutnya akan diperoleh kurva dengan sumbu X sebagai suhu dan sumbu Y sebagai persen massa yang hilang.

#### 3.3.6 Analisis Mikro Unsur CHN

Alat yang digunakan untuk analisis mikro unsur CHN sebelumnya distandarisasi terlebih dahulu dengan menggunakan *L-Cistein Standar* ( $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$ , C = 29,99%; H = 5,03%; N = 11,66%; S = 26,69%; dan O = 26,63%). Sebanyak 10mg sampel diletakkan dalam alumunium foil dan ditambahkan vanadium oksida untuk menyempurnakan reaksi oksidasi. Sampel kompleks kemudian dimasukkan ke dalam pelat berlubang untuk dilakukan pembakaran dengan gas oksigen.

#### 3.3.7 Uji Toksisitas *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

Uji BSLT dilakukan untuk mengetahui nilai  $\text{LC}_{50}$  (konsentrasi yang menyebabkan kematian pada 50% populasi hewan uji) dari kompleks hasil sintesis. Untuk melakukan uji BSLT, pertama, telur udang *Artemia salina* diletakkan dalam

wadah yang berisi air laut dan disinari oleh cahaya lampu. Setelah 24 jam, telur akan menetas dan menjadi larva udang. Larutan senyawa kompleks disiapkan dengan konsentrasi 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm, dan 250 ppm. Setiap konsentrasi dari larutan sampel akan diujikan pada 10 ekor larva udang dan dihitung berapa jumlah larva yang mati pada setiap konsentrasi. Pengujian dilakukan tiga kali untuk masing-masing konsentrasi sampel.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BAB IV

### PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan dalam dua tahap, yaitu sintesis ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dan sintesis kompleks Mn(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol. Karakterisasi ligan menggunakan spektrofotometer FTIR dan spektroskopi <sup>1</sup>H-NMR. Sedangkan karakterisasi senyawa kompleks menggunakan spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FTIR, spektroskopi serapan atom (SSA), analisis termogravimetri (TGA), dan analisis mikro unsur CHN. Toksisitas senyawa kompleks diuji dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

#### 4.1 Sintesis dan Karakterisasi Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol

2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dalam penelitian ini disintesis dari 1,2-difeniletana-1,2-dione; 4-klorobenzaldehid; dan amonium asetat. Amonium asetat digunakan sebagai sumber nitrogen pada cincin imidazol. 1,2-difeniletana-1,2-dione dan amonium asetat dimasukkan ke dalam labu bundar yang telah berisi asam asetat glasial. Reaksi dilakukan dengan seperangkat alat refluks dan dialiri gas nitrogen agar tidak ada kotoran serta gas-gas lain selama sintesis berlangsung. Sintesis dilakukan pada suhu 80-100 °C. Setelah 1 jam, 4-klorobenzaldehid yang sudah dilarutkan dalam asam asetat glasial ditambahkan tetes demi tetes dan reaksi dilanjutkan selama 4 jam pada suhu yang tetap. Reaksi dimonitoring dengan kromatografi lapis tipis (KLT) menggunakan eluen n-heksana:etil asetat 3:1.

Setelah reaksi selesai, labu bundar yang berisi campuran dimasukkan ke dalam penangas es. Kemudian campuran disaring dan endapan yang didapat dicuci dengan aquades dingin untuk melarutkan asam asetat glasial. Endapan berwarna putih yang didapatkan adalah ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol.

Ligan kemudian dikeringkan dan setelah kering direkristalisasi menggunakan pelarut etil asetat. Ligan yang telah kering dapat dilihat pada **Gambar 4.1**.



**Gambar 4.1** Ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol

Untuk mengetahui apakah ligan yang diperoleh telah murni atau tidak dilakukan (KLT) tiga eluen. Hasil dari KLT tiga eluen dapat dilihat pada **Gambar 4.2**.



A B C

Keterangan :

A = n-heksana : etil asetat 4:1

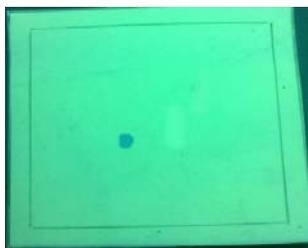
B = n-heksana : metilen klorida 3:2

C = kloroform : n-heksana 1:2

**Gambar 4.2** Hasil KLT Tiga Eluen

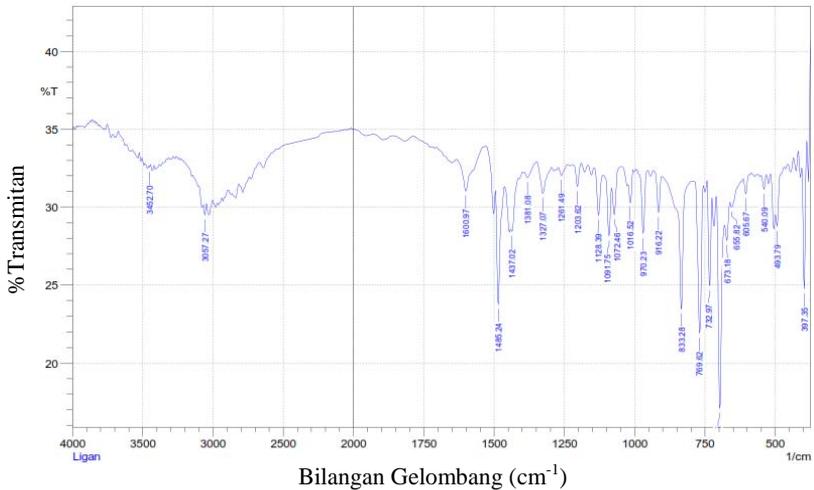
Pada **Gambar 4.2** terlihat bahwa tiga eluen yang berbeda menghasilkan satu noda tunggal atas, tengah, dan bawah. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa yang terbentuk sudah murni.

KLT 2D kemudian dilakukan untuk lebih memastikan bahwa ligan yang didapatkan telah murni. Untuk melakukan KLT 2D, pertama menggunakan eluen n-heksana : kloroform 7:3, kemudian plat KLT dimiringkan  $90^{\circ}$  dan diuji menggunakan eluen n-heksana : metilen klorida 3:2. Hasil dari KLT 2D dapat dilihat pada **Gambar 4.3**. Noda tunggal yang terlihat seperti pada gambar menunjukkan bahwa ligan sudah murni. Rendemen dari ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol adalah sebesar 71,88% (**Lampiran B**). Ligan kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR.



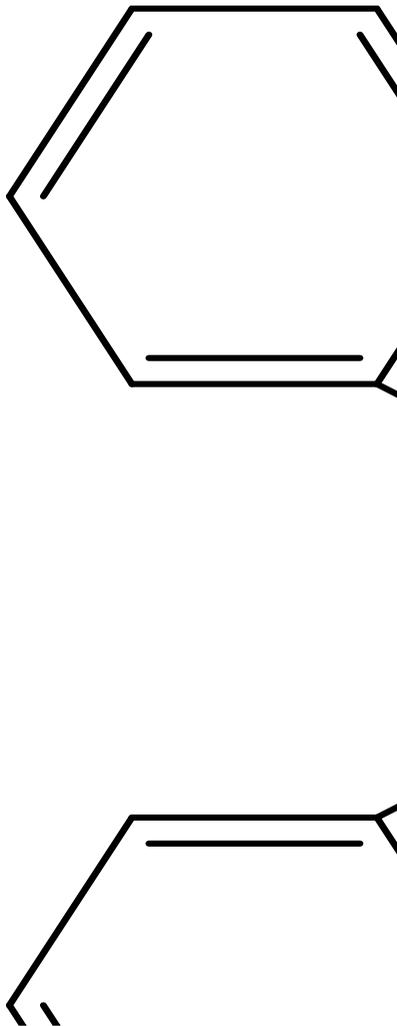
**Gambar 4.3** Hasil KLT 2D Ligan

Hasil karakterisasi FTIR dari ligan dapat dilihat pada **Gambar 4.4**. Puncak pada daerah  $3452,7 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur dari ikatan N-H. Adanya gugus aromatik pada ligan terlihat dari puncak  $3057,27 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan ikatan C-H  $sp^2$  dan puncak  $1485,24 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan ikatan C=C aromatik. Ikatan C=N yang terdapat pada cincin imidazol dapat dilihat pada bilangan gelombang  $1600,97 \text{ cm}^{-1}$ . Puncak pada daerah  $1091,75 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus fenil yang tersubstitusi kloro, sedangkan puncak pada daerah bilangan gelombang  $769,62 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan benzena yang tersubstitusi pada posisi *para* (Jain dkk, 2010).



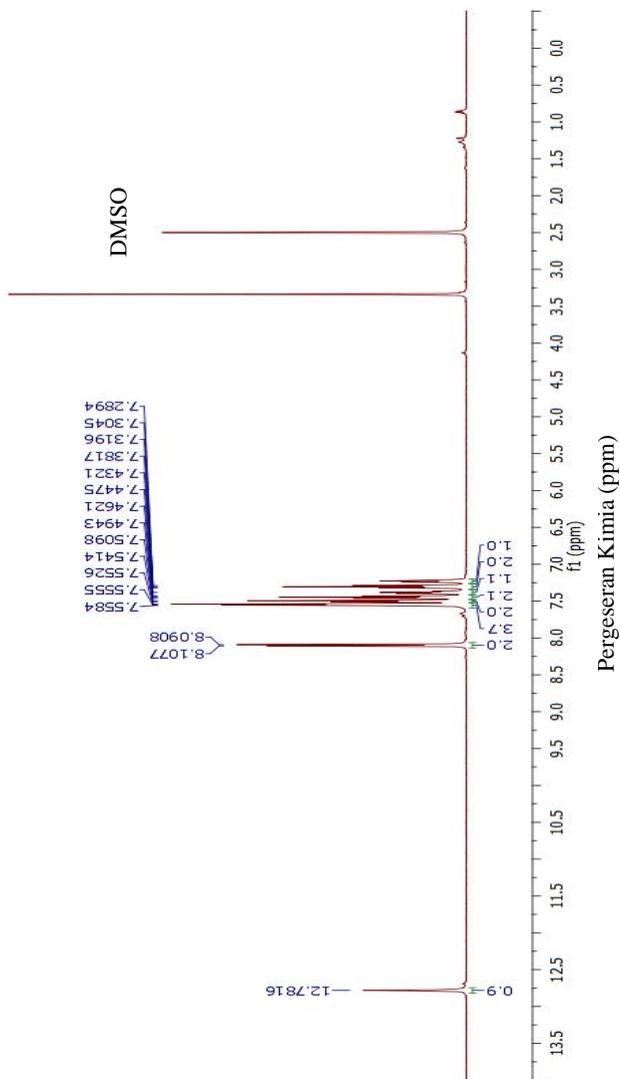
**Gambar 4.4** Spektra Inframerah Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol

Reaksi yang terjadi pada sintesis ligan adalah adisi nukleofilik. Reaksi adisi nukleofilik adalah reaksi adisi dimana gugus elektrofilik bereaksi dengan gugus nukleofilik yang ditandai hilangnya ikatan rangkap dan terbentuk dua ikatan tunggal. Pada reaksi sintesis ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol, gugus karbonil pada 1,2-difeniletana-1,2-dione mula-mula terprotonasi, sehingga atom karbon teraktifkan (elektrofilik) dan diikuti dengan serangan  $\text{NH}_3$  yang berperan sebagai nukleofilik. Selanjutnya terjadi penataan ulang hingga terbentuk senyawa 1,2-difeniletana-1,2-diimina dengan melepas 2 molekul air ( $\text{H}_2\text{O}$ ). Protonasi juga terjadi ada 4-klobenzaldehid sehingga karbon yang teraktifkan dapat diserang oleh gugus  $\text{NH}_3$ . Reaksi yang terjadi selanjutnya adalah reaksi pembentukan enamina dan penataan ulang hingga terbentuk senyawa 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol. Usulan mekanisme dari reaksi sintesis ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dapat dilihat pada **Gambar 4.5**.



**Gambar 4.5** Usulan mekanisme reaksi sintesis ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol

Ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol kemudian dikarakterisasi dengan spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$ . Hasil karakterisasi dari  $^1\text{H-NMR}$  dapat dilihat pada **Gambar 4.6**.



**Gambar 4.6** Spektra  $^1\text{H-NMR}$  Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol

Karakterisasi  $^1\text{H-NMR}$  berfungsi untuk mengetahui lingkungan proton, sehingga dapat diketahui jenis dan jumlah proton pada ligan. Pergeseran kimia ( $\delta_{\text{H}}$ ) ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dapat dilihat pada **Tabel 4.1**.

**Tabel 4.1** Pergeseran kimia ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol

$\delta_{\text{H}}$ (ppm)	$\delta_{\text{H}}$ (ppm) (Jain dkk, 2010)
7,28-7,55 (12H, m)	7,3-7,41 (12H, m)
8,09-8,10 (2H, d)	7,51-7,59 (2H, m)
12,78 (1H, s)	13,1 (1H, s)

Proton pada pergeseran kimia 7,28-7,55 ppm dengan integritas 12H merupakan proton dari gugus fenil yang terikat langsung pada cincin imidazol. Proton pada pergeseran kimia 8,09-8,10 ppm dengan integritas 2H merupakan proton dari gugus fenil tersubstitusi Cl. Proton ini lebih *downfield* karena adanya gugus Cl yang merupakan gugus penarik elektron, sedangkan proton pada daerah pergeseran kimia 12,78 ppm dengan multisiplitas singlet adalah proton dari gugus NH. Proton ini lebih *downfield* dibandingkan dengan proton lainnya karena terikat langsung pada atom nitrogen yang memiliki elektronegativitas tinggi. Dari hasil karakterisasi FTIR dan  $^1\text{H-NMR}$  dapat disimpulkan bahwa ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol telah terbentuk.

#### 4.2 Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Mn(II) dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol

Sintesis kompleks Mn(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol menggunakan perbandingan logam:ligan 1:2 seperti yang telah dilaporkan oleh Dharmayanti dan Martak (2015). Sintesis dilakukan dengan seperangkat alat refluks, 1 mmol logam  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dengan 10 mL metanol dan dimasukkan ke dalam labu bundar. Larutan  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  di refluks hingga suhu reaksi mencapai 60 °C. Kemudian, 2 mmol ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol yang telah

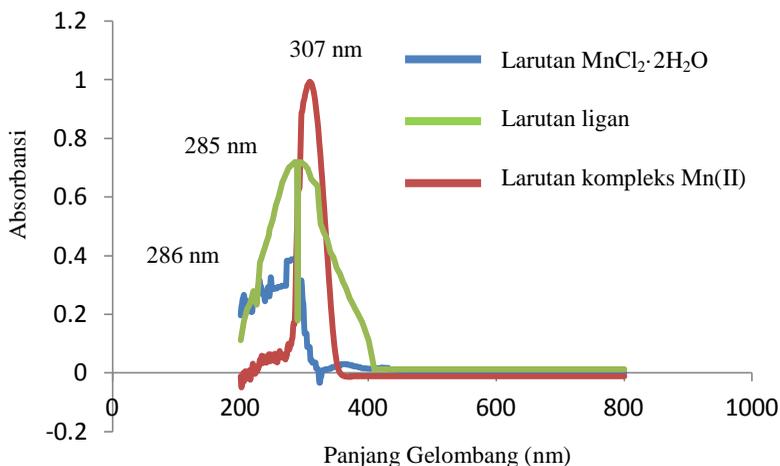
dilarutkan dalam 20 mL metanol ditambahkan tetes demi tetes ke dalam larutan logam. Metanol dipilih sebagai pelarut karena dapat melarutkan logam  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol. Reaksi dilanjutkan pada suhu yang sama hingga 24 jam. Selama reaksi, pH larutan diukur dan dijaga agar tetap dalam kondisi basa dengan cara menambahkan NaOH. Penambahan NaOH berfungsi untuk menarik atom hidrogen pada cincin imidazol, sehingga kompleks Mn(II) lebih mudah terbentuk.

Setelah reaksi selesai, larutan didiamkan hingga suhu ruang lalu disaring untuk memisahkan filtrat dan endapan yang terbentuk. Filtrat yang didapat dimasukkan ke dalam gelas beker dan ditutup dengan *aluminium foil*, kemudian dimasukkan ke dalam desikator selama 7 hari untuk penumbuhan kristal kompleks. Kristal kompleks Mn(II) yang terbentuk berwarna putih kekuningan seperti terlihat pada **Gambar 4.7**. Rendemen dari kristal kompleks adalah sebesar 76,12% (**Lampiran B**). Kristal kompleks Mn(II) yang telah kering kemudian dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FTIR, spektroskopi serapan atom (SSA), analisis termogravimetri (TGA), analisis mikro unsur CHN, dan toksisitasnya diuji dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).



**Gambar 4.7** Kompleks Mn(II) dengan Ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol

Untuk mengetahui senyawa kompleks telah terbentuk atau tidak, dilakukan uji dengan spektrofotometer UV-Vis di Laboratorium Fundamental Kimia ITS. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang maksimal ( $\lambda_{\text{maks}}$ ) dari larutan  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dibandingkan dengan larutan kompleks yang terbentuk. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 200-800 nm. Grafik hasil pengukuran panjang gelombang maksimal dapat dilihat pada **Gambar 4.8**.

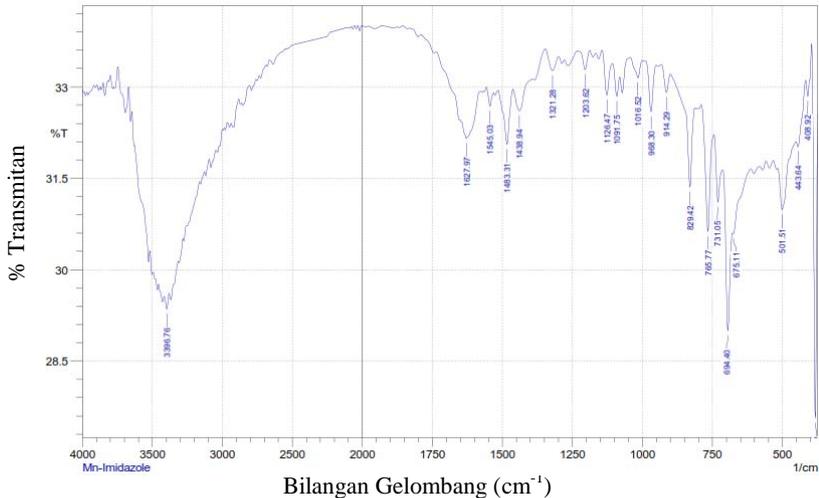


**Gambar 4.8** Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimal  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , Ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol dan Senyawa Kompleks Mn(II)

Berdasarkan hasil analisis dengan spektrofotometer UV-Vis diperoleh bahwa panjang gelombang maksimal untuk larutan  $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , larutan ligan, dan larutan kompleks Mn(II) secara berturut-turut adalah sebesar 286 nm, 285 nm, dan 307 nm. Hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa kompleks Mn(II) telah terbentuk.

Karakterisasi dilanjutkan dengan spektrofotometer FTIR di Laboratorium Instrumen Kimia ITS. Karakterisasi ini bertujuan

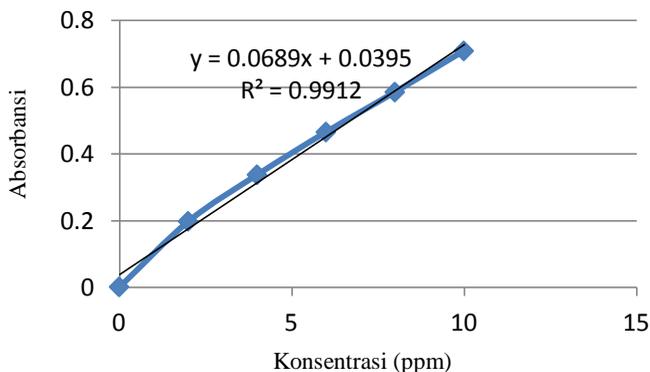
untuk mengetahui gugus fungsi dan jenis ikatan pada kompleks Mn(II) yang terbentuk. Karakterisasi dengan FTIR dilakukan pada bilangan gelombang 4000-300  $\text{cm}^{-1}$ . Pada rentang tersebut muncul puncak-puncak khas dari senyawa kompleks. Spektra FTIR dari senyawa kompleks dapat dilihat pada **Gambar 4.9** (selengkapnya pada **Lampiran D**).



**Gambar 4.9** Spektra FTIR dari senyawa kompleks Mn(II)

Pada spektra terlihat puncak pada daerah  $3396,76 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan puncak dari ikatan O-H. Puncak tersebut membuktikan bahwa pada senyawa kompleks terdapat air yang terikat sebagai ligan. Puncak pada  $1627,97$  dan  $1483,31 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus aromatik, yaitu C=N dan C=C. Serapan gugus C-N dapat terlihat pada puncak  $1091,75 \text{ cm}^{-1}$ . Puncak pada daerah  $765,77$  menunjukkan bahwa ada benzena tersubstitusi pada posisi *para* (Jain dkk, 2010). Puncak khas dari senyawa kompleks hasil sintesis dapat terlihat pada daerah  $501,51 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan ikatan Mn-O dan  $443,64$  yang menunjukkan ikatan Mn-N (Pujiono dan Martak, 2014). Dari hasil FTIR terlihat bahwa senyawa kompleks memiliki spektra khas yang berbeda dibandingkan dengan ligan.

Analisis dilanjutkan dengan spektroskopi serapan atom (SSA) di Laboratorium Instrumen Kimia ITS. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui kadar ion logam Mn(II) pada senyawa kompleks. Dalam analisis SSA sampel harus berbentuk larutan sehingga kristal senyawa kompleks terlebih dahulu didestruksi dengan asam nitrat pekat, lalu diencerkan dengan aquades. Sebelum melakukan analisis, disiapkan 5 larutan standar Mn(II) dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm (perhitungan pada Lampiran). Selanjutnya larutan standar dan larutan sampel diuji menggunakan SSA. Hasil pengukuran absorbansi dari larutan standar dapat dilihat pada **Gambar 4.10**.

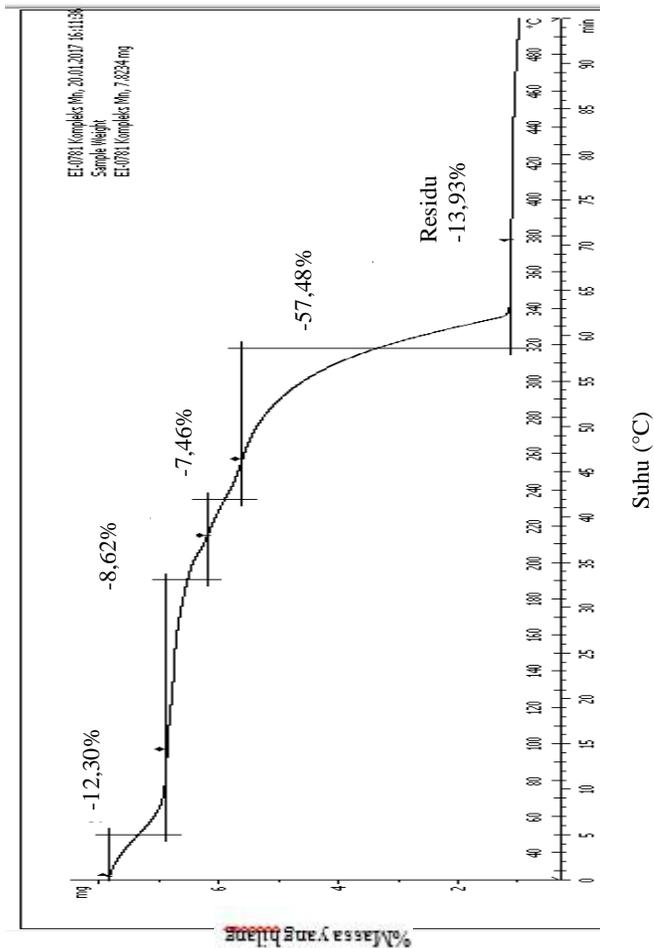


**Gambar 4.10** Grafik Analisis SSA pada Larutan Standar

Dari hasil analisis SSA, didapatkan nilai absorbansi dari sampel, yaitu sebesar 0,4096. Konsentrasi ion logam Mn(II) pada sampel dapat dihitung dari persamaan regresi linear. Dari perhitungan, didapatkan bahwa konsentrasi ion logam Mn(II) pada sampel adalah sebesar 5,3715 ppm (perhitungan dapat dilihat pada **Lampiran E**).

Karakterisasi kemudian dilanjutkan dengan *Thermogravimetric Analisis* (TGA) di Laboratorium Energi ITS. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui dekomposisi dari senyawa kompleks Mn(II). Analisis TGA dilakukan dari suhu 25-

500 °C dengan kenaikan suhu 5 °C/menit. Kurva TGA senyawa kompleks Mn(II) dapat dilihat pada **Gambar 4.11**.



**Gambar 4.11** Kurva TGA Senyawa Kompleks Mn

Pada **Gambar 4.11** terlihat bahwa senyawa kompleks Mn(II) mengalami dekomposisi sebanyak 4 kali. Dekomposisi

pertama terjadi pada suhu 31,31-68,39 °C sebanyak 12,30%. Dekomposisi ini diperkirakan sebagai molekul air yang terikat secara fisik pada kompleks. Dekomposisi kedua terjadi pada rentang suhu 197,87-211,45 °C sebanyak 8,62% yang diperkirakan sebagai air kristal pada senyawa kompleks Mn(II). Dekomposisi ketiga terjadi pada suhu 236,26-255,85 °C sebanyak 7,46% yang diperkirakan sebagai air ligan. Dekomposisi terakhir terjadi pada suhu 297,25-338,10 °C sebanyak 57,48%. Dekomposisi ini diperkirakan sebagai ligan, karena terjadi pengurangan massa yang sangat besar pada senyawa kompleks Mn(II). Residu dari hasil TGA adalah sebanyak 13,93% yang diperkirakan sebagai mangan oksida (MnO).

Dari analisis yang telah dilakukan, masih belum dapat diperkirakan struktur dari senyawa kompleks yang telah disintesis. Oleh karena itu, dilakukan analisis mikro unsur CHN untuk mengetahui komposisi relatif dari unsur karbon, hidrogen, dan nitrogen pada senyawa kompleks. Hasil dari analisis CHN kemudian dibandingkan dengan hasil perhitungan secara teoritis dari beberapa kemungkinan rumus molekul senyawa kompleks. Perbandingan komposisi atom C, H, dan N secara eksperimen dan teoritis dapat dilihat pada **Tabel 4.2**.

**Tabel 4.2** Perbandingan Komposisi Atom C, H, dan N Secara Eksperimen dan Teoritis

Rumus Molekul	Kadar (%)		
	C	H	N
Sampel	64,0375	4,6739	7,0794
[Mn(L) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]	67,21	4,30	7,46
[Mn(L) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].H <sub>2</sub> O	65,63	4,46	7,29
[Mn(L) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ].2H <sub>2</sub> O	64,13	4,61	7,12
[Mn(L) <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O) <sub>2</sub> ]Cl <sub>2</sub>	61,41	3,93	6,82

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

Berdasarkan data **Tabel 4.2** dapat disimpulkan bahwa rumus molekul dari senyawa kompleks Mn(II) yang paling mendekati adalah [Mn(2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-

imidazol)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O dengan komposisi atom C, H, dan N secara berturut-turut adalah sebesar 64,13%; 4,61%; dan 7,12%. Dari seluruh hasil karakterisasi dapat dibuat usulan struktur senyawa kompleks [Mn(2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O seperti ditunjukkan pada **Gambar 4.12**.

·2H<sub>2</sub>O

**Gambar 4.12** Prediksi Struktur Senyawa Kompleks [Mn(2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O

Senyawa kompleks kemudian diuji aktifitasnya dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT), yaitu uji toksisitas menggunakan larva udang *Artemia salina*.. Uji BSLT dilakukan untuk mengetahui nilai LC<sub>50</sub> dari senyawa kompleks. Uji toksisitas merupakan uji pendahuluan pada senyawa yang akan digunakan sebagai antikanker (Meyer dkk, 1982).

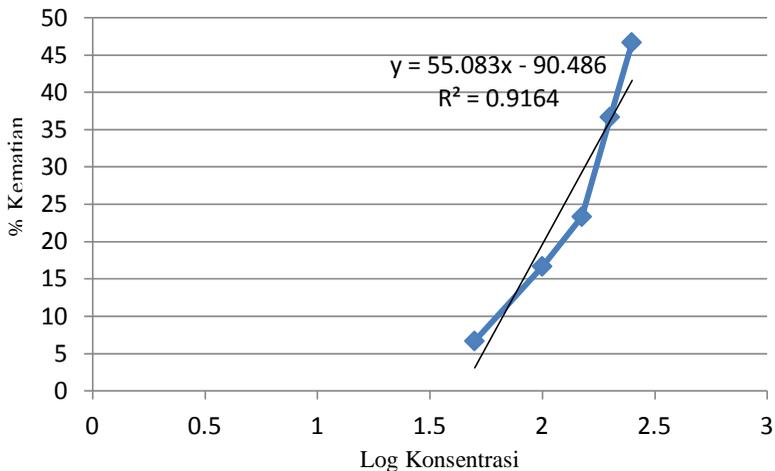
Kompleks [Mn(2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O dilarutkan terlebih dahulu dengan metanol, kemudian ditambahkan aquades hingga konsentrasi 1000 ppm. Dari larutan kompleks 1000 ppm dibuat larutan uji dengan cara diencerkan menjadi konsentrasi 50, 100, 150, 200, dan 250 ppm. Larutan uji dimasukkan ke dalam plat uji yang telah berisi 10 larva udang *Artemia salina*. Pengujian dilakukan

sebanyak tiga kali untuk masing-masing konsentrasi. Hasil dari uji BSLT dapat dilihat pada **Tabel 4.3**.

**Tabel 4.3** Data Hasil Uji BSLT Kompleks  $[\text{Mn}(2-(4\text{-klorofenil})-4,5\text{-difenil-1H-imidazol})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Hidup Awal			Rerata Mati	% Kematian
		I	II	III		
50	1,6989	10	10	10	0,667	6,67
100	2	10	10	10	1,667	16,67
150	2,1761	10	10	10	2,333	23,33
200	2,3010	10	10	10	3,667	36,67
250	2,3979	10	10	10	4,667	46,67

Dari **Tabel 4.3** dapat dibuat grafik hubungan antara log konsentrasi sebagai sumbu x dan % kematian sebagai sumbu y. Grafik yang diperoleh seperti terlihat pada **Gambar 4.13**.



**Gambar 4.13** Grafik Hasil Uji BSLT Senyawa Kompleks  $[\text{Mn}(2-(4\text{-klorofenil})-4,5\text{-difenil-1H-imidazol})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Berdasarkan grafik hasil uji BSLT diperoleh nilai  $\text{LC}_{50}$  untuk senyawa kompleks  $[\text{Mn}(2-(4\text{-klorofenil})-4,5\text{-difenil-1H-}$

imidazol)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O adalah sebesar 354,81 ppm (perhitungan dapat dilihat pada **Lampiran H**). Dari nilai LC<sub>50</sub> menunjukkan bahwa senyawa kompleks [Mn(2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O tergolong senyawa tidak toksik karena memiliki nilai LC<sub>50</sub> > 200 ppm (Meyer dkk, 1982).

## BAB V

### KESIMPULAN

#### 5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol telah berhasil disintesis dengan rendemen sebesar 71,86%. Hal ini diperkuat dengan hasil karakterisasi FTIR dan  $^1\text{H-NMR}$  yang membuktikan bahwa senyawa 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol telah terbentuk. Kompleks mangan(II) dengan ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol juga telah berhasil disintesis dengan rendemen sebesar 76,12%. Berdasarkan hasil karakterisasi SSA, analisis mikro unsur CHN, dan FTIR diperoleh prediksi rumus molekul senyawa kompleks yang terbentuk adalah  $[\text{Mn}(2-(4\text{-klorofenil})-4,5\text{-difenil-1H-imidazol})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Hasil analisis TGA juga menunjukkan bahwa kompleks yang terbentuk memiliki air ligan dan air kristal. Hasil uji toksisitas kompleks  $[\text{Mn}(2-(4\text{-klorofenil})-4,5\text{-difenil-1H-imidazol})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  didapatkan nilai  $\text{LC}_{50}$  sebesar 354,81 ppm yang menunjukkan bahwa kompleks bersifat tidak toksik.

#### 5.2 Saran

Perlu dicari metode sintesis yang lebih tepat, sehingga dihasilkan kompleks berstruktur kristal tunggal. Hal ini merupakan cara agar kompleks dapat ditentukan strukturnya dengan XRD kristal tunggal. Selain itu, kristal yang diperoleh perlu dianalisis aktifitasnya terhadap sel kanker.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## DAFTAR PUSTAKA

- Bogle, R. G.; Whitley, G. S.; Soo, S. C.; Johnstone, A. P.; and Vallance, P. (1994). *Effect of anti-fungal imidazoles on mRNA levels and enzyme activity of inducible nitric oxide synthase*. British Journal of Pharmacology **111** (4): 1257-1261.
- Brown, E. G. (1998). *Ring Nitrogen and Key Biomolecules: The Biochemistry of N-Heterocycles*. Kluwer Academic .
- Carey, F. A. (2000). *Organic Chemistry Fourth Edition*. New York: Mc. Graw-Hill.
- Christian, G. D. (2004). *Analytical Chemistry (6<sup>th</sup> Edition)*. Hoboken: John Wiley and Sons.
- Coats, A. W. and Redfern, J. P. (1963). *Thermogravimetric Analysis: A Review*. The Analyst, vol. **88**, pages 906.
- Cotton, F. A.; Wilkinson, G.; Murillo, C. A.; and Bochmann, M. (1999). *Advanced Inorganic Chemistry (6<sup>th</sup> Edition)*. Hoboken: John Wiley and Sons.
- Crouch, R. D.; Howard, J. L.; Zile, J. L.; and Barker, K. H. (2006). *Microwave-Mediated Synthesis of Lophine: Developing a Mechanism To Explain a Product*. Journal of Chemical Education. Vol. 83: Issue, 11: Pages, 1658.
- Davis, J. R. (2000). *Nickel, Cobalt, and Their Alloys*. ASM Speciality Handbook.

- Debus, Heinrich. (1858). *On The Reaction of Ammonia Upon Glyoxal*. *Annalen der Chemie und Pharmacie*. Vol. 107: Issue, 2: Pages,199-208.
- Dharmayanti, A. dan Martak, F. (2015). *Sintesis Senyawa Aktif Kompleks Mangan(II) dengan Ligan 2-(4-Nitrofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol*. *Jurnal Sains dan Seni ITS* 4.
- Ebel, K.; Koehler, H.; Gamer, A. O.; and Jackh, R. (2000). *Imidazole and Derivatives*. *Ullmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry*.
- Emsley, J. (2011). *Manganese. Nature's Building Blocks: An A-Z Guide to the Elements*. Oxford, UK: Oxford University Press.
- Greenwood, N. N. and Earnshaw, A. (1997). *Chemistry of The Elements (2<sup>nd</sup> edition)*. Butterworth-Heinemann.
- Griffiths, P. R.; Hasseth, J. A. D.; and Winefordner, J. D. 2007. *Fourier Transform Infrared Spectrometry (2<sup>nd</sup> edition)*. Wiley-Blackwell.
- Grimmett, M. R. (1997). *Imidazole and Benzimidazole Synthesis*. Academic Press.
- Harmita dan Radji, M. (2006). *Buku Ajar Analisa Hayati (Edisi 3)*. Jakarta: Buku Kedokteran EGC.
- Hart, H.; Craine, L. E. & Hart, D. J. (2003). *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.

- Holleman, A. F.; Wiberg, E.; and Wiberg, E. (1985). Mangan. *Textbook of Inorganic Chemistry*. Walter de Gruyter, page 1110-1117.
- Housecroft, C. E. and Sharpe A. G. (2008). *Inorganic Chemistry 3<sup>rd</sup> Edition*. Prentice Hall, pages 729.
- Jain, A. K.; Ravichandran, V.; Sisodiya, M.; and Agrawal, R. K. (2010). *Synthesis and antibacterial evaluation of 2-substituted-4,5-diphenyl-N-alkyl imidazole derivatives*. Asian Pacific Journal of Tropical Medicine. Volume 3 : Issue 6: pages 471-474.
- Jolly, W. L. (1991). *Modern Inorganic Chemistry (Vol. II)*. Berkeley: Mc. Graw-Hill, Inc.
- Katritzky, A. R. and Rees, C. W. (1984). *Comprehensive Heterocyclic Chemistry*. Volume 5: Pages 469-498.
- Khalid, M. H.; Tokunaga, Y.; Caputy, A. J.; and Walters E. (2005). *Inhibitor of Tumor Growth and Prolonged Survival of Rats With Intracranial Gliomas Following Administration of Clotrimazole*. Journal of Neurosurg. Volume 103: Issue 1: Pages 79-86.
- Kittel, C. (1996). *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley and Sons.
- Li, M. X.; Chen, C. L.; Zhan, D; Niu, J. Y.; and Ji, B. S. (2010). *Mn(II), Co(II) and Zn(II) complexes with heterocyclic substituted thiosemicarbazones: Synthesis, characterization, X-ray crystal structures and antitumor comparison*. European

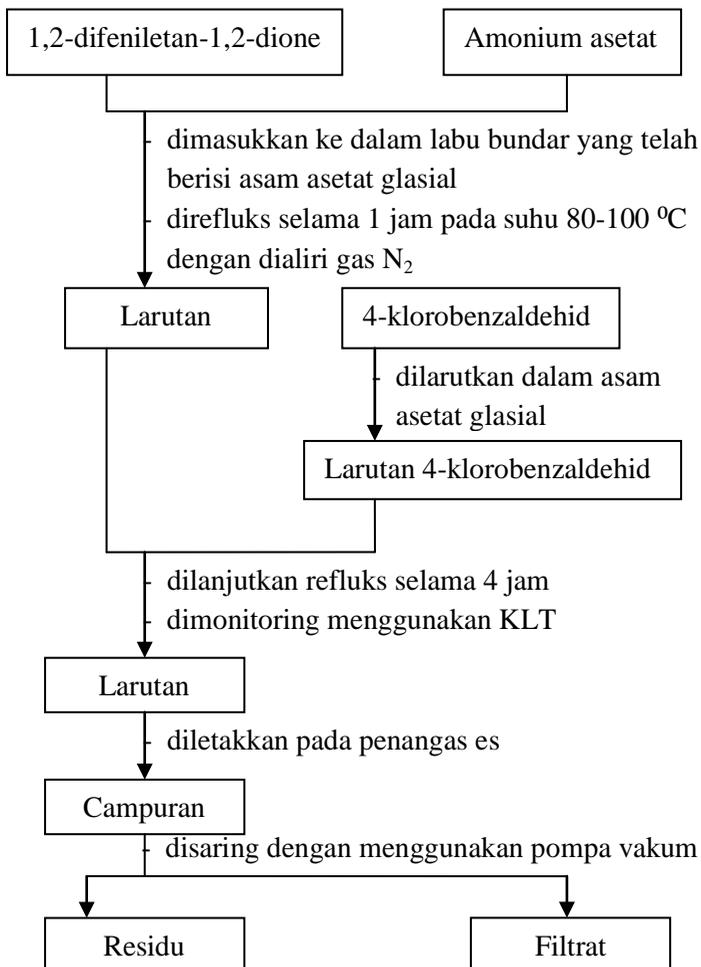
- Journal of Medicinal Chemistry. Vol 45: Issue 7: pages 3169-3177.
- Ma, L. F.; L. M. Han; J. H. Qin; L. Y. Wang; and M. Du. (2012). *Inorganic Chemistry*. 51, 9431-9442.
- March, J. (1992). *Advanced Organic Chemistry (4<sup>th</sup> Edition)*. John Wiley and Sons: New York.
- Martak, F.; Cahyani, N. W. D.; Nugraheni, Z. V.; dan Utomo, W. P. (2016). *Properties and Toxicity of Cobalt (II) Complex With 2,4,5-Triphenyl-1H-Imidazole Ligand*. Indonesian Journal of Chemistry.
- Martak, F. dan Fabri, A. R. (2016). *Sintesis Ligan dan Kompleks Ni(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol*. Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia.
- Meyer, B. N.; Ferrigni N. R.; Putnam J. E.; Jacobsen L. B.; Nichols D. E.; and McLaughlin J. L. (1982). *Brine shrimp: a convenient general bioassay for active plant constituents*. *Planta Medicinal*. Volume 45: Issue 5: Pages 31-34.
- Miessler, G. L. and Tarr, D. A. (1999). *Inorganic Chemistry*. Prentice Hall.
- Montanher, A. B. P.; Pizzolatti M. G.; and Brighente I. M. C. (2002). *An application of the brine shrimp bioassay for general screening of Brazilian medicinal plants*. *Acta Farm. Bonaerense* **21** (3), 175-178.

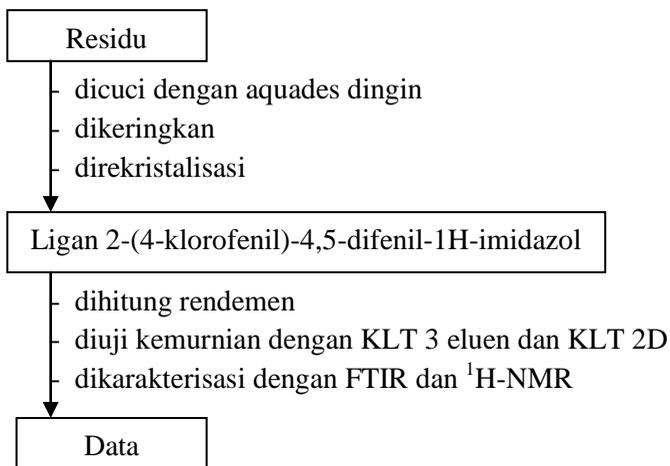
- Pavia, D. L.; Lampman G. M.; Kriz G. S.; and Vyvyan J. A. (2001). *Introduction To Spectroscopy (4<sup>th</sup> Edition)*. Washington: Brooks/Cole Cengage Learning.
- Pozharskii, A. F.; Soldatenkov, A.; and Katritzky, A. R. (2011). *Heterocycles in Life and Society (2<sup>nd</sup> Edition)*. John Wiley and Sons.
- Prakash, A.; Rigelhof, F.; and Miller, E. (2001). *Antioxidant Activity*. Medallion Laboratories Analytical Progress. Volume 19, Number 2.
- Pregl, F. (1917). *Quantitative Micro-Analysis of Organic Substances*. Berlin: Springer.
- Pujiono, F. E. dan Martak, F. (2014). *Studi Sintesis Senyawa Komplek Mangan(II) 2,4,5-Trifenilimidazol Dengan Metode Solvotermal*. Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia.
- Riviere, J. E. and Papich, M. G. (2009). *Veterinary Pharmacology and Therapeutics 9<sup>th</sup> Edition*. Wiley-Blackwell.
- Salnikow, K; Donald S. P.; Bruick R. K.; Zhitkovich A.; et al. (2004). *Depletion of Intracellular Ascorbate By The Carcinogenic Metal Nickel and Cobalt Results in The Induction of Hypoxic Stress*. Journal of Biological Chemistry **279** (39): 40337-40344.
- Skoog, D. A.; Holler F. J. and Crouch S. R. (2007). *Principles of Instrumental Analysis*. Kanada: Thomson Brooks/Cole.

Sparkman, O. D. (2000). *Mass Spectrometry Desk Reference*.  
Pittsburgh: Global View Pub.

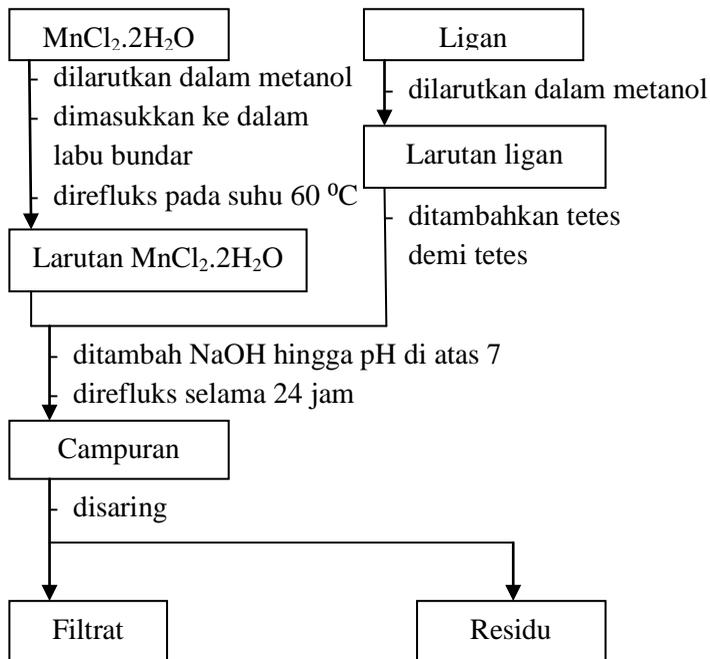
**LAMPIRAN A**  
**SKEMA KERJA**

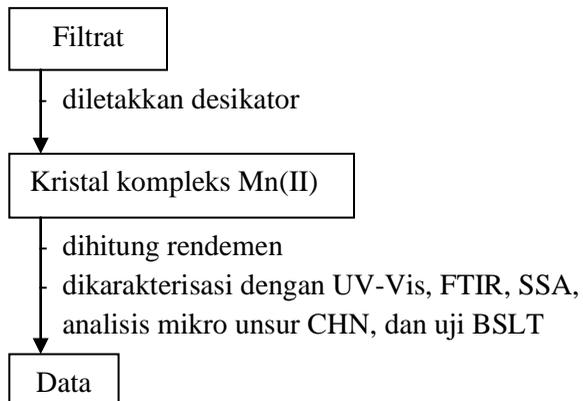
**1. Sintesis Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol**





## 2. Sintesis Senyawa Kompleks Mn(II) dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol





## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN

#### 1. Sintesis Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol

- a. Massa 1,2-difeniletan-1,2-dione yang diperlukan:

$$\begin{aligned} m &= n \times Mr \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 210,23 \text{ gram/mol} \\ &= 2,1023 \text{ gram} \end{aligned}$$

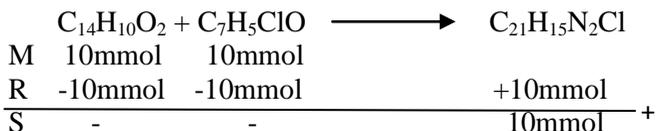
- b. Massa amonium asetat yang diperlukan:

$$\begin{aligned} m &= n \times Mr \\ &= 0,1 \text{ mol} \times 77,0825 \text{ gram/mol} \\ &= 7,7082 \text{ gram} \end{aligned}$$

- c. Massa 4-klorobenzaldehid yang diperlukan:

$$\begin{aligned} m &= n \times Mr \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 140,57 \text{ gram/mol} \\ &= 1,4057 \text{ gram} \end{aligned}$$

- d. Rendemen yang dihasilkan:



massa secara teori	$= n \times Mr$ $= 0,01 \text{ mol} \times 330,81 \text{ gram/mol}$ $= 3,3081 \text{ gram}$
massa eksperimen	$= 2,3774 \text{ gram}$
% rendemen	$= \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teori}} \times 100\%$ $= \frac{2,3774}{3,3081} \times 100\%$ $= 71,8660\%$

2. **Sintesis Kompleks Mn(II) Dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol**

- a. Massa logam yang diperlukan:  
 $m = n \times Mr$   
 $= 0,001 \text{ mol} \times 161,874 \text{ gram/mol}$   
 $= 0,1618 \text{ gram}$
- b. Massa ligan yang diperlukan:  
 $m = n \times Mr$   
 $= 0,002 \text{ mol} \times 330,81 \text{ gram/mol}$   
 $= 0,6616 \text{ gram}$
- c. Rendemen yang didapatkan:

	$\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	+ 2L	$\longrightarrow$	Kompleks Mn(II)
M	1mmol	2mmol		
R	-1mmol	-2mmol	<hr style="width: 100%;"/>	1mmol
S	-	-		1mmol +
massa secara teori	$= n \times Mr$			
	$= 0,001 \text{ mol} \times 786,60 \text{ g/mol}$			
	$= 0,7866 \text{ gram}$			
massa eksperimen	$= 0,5988 \text{ gram}$			
% rendemen	$= \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teori}} \times 100\%$			
	$= \frac{0,5988}{0,7866} \times 100\%$			
	$= 76,1251\%$			

3. **Perhitungan Teoritis Kadar Unsur pada Senyawa Kompleks**

Perkiraan rumus molekul senyawa kompleks yang terbentuk adalah  $[\text{Mn}(2-(4\text{-klorofenil})-4,5\text{-difenil-1H-imidazol})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,

Mr senyawa kompleks = 786,60 g/mol

Ar C = 12,01 g/mol; Ar H = 1,00 g/mol; Ar N = 14,00 g/mol; Ar Mn = 54,93 g/mol

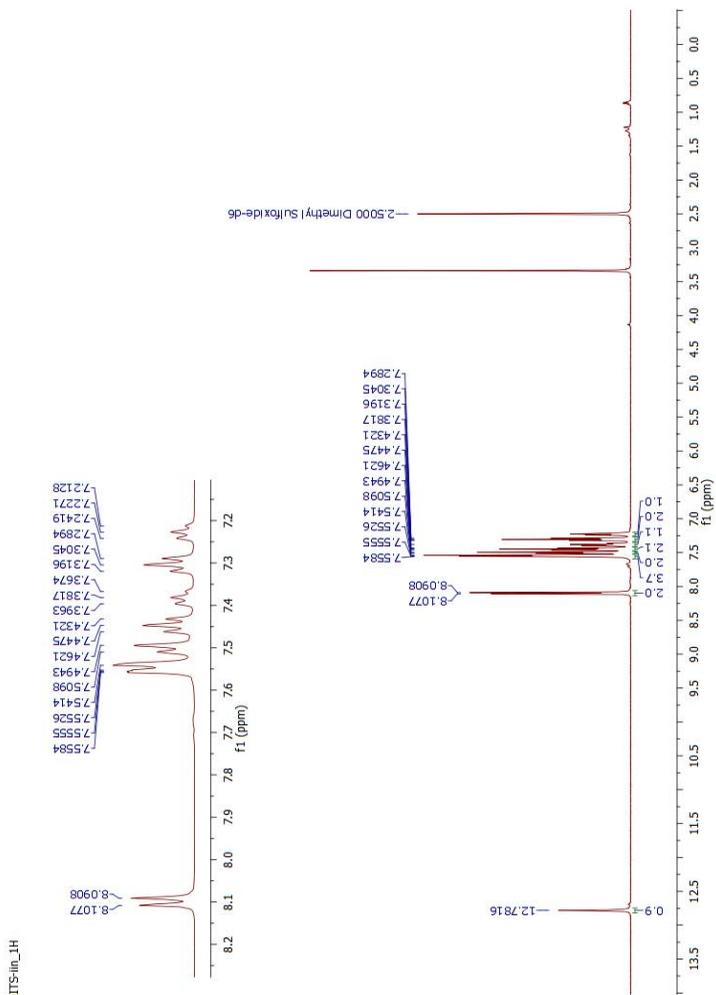
$$\begin{aligned} \%C &= \frac{42 \times 12,01 \text{ g/mol}}{786,60 \text{ g/mol}} \times 100\% \\ &= 64,13\% \\ \%H &= \frac{36 \times 1,00 \text{ g/mol}}{786,60 \text{ g/mol}} \times 100\% \\ &= 4,61\% \\ \%N &= \frac{4 \times 14,00 \text{ g/mol}}{786,60 \text{ g/mol}} \times 100\% \\ &= 7,12\% \end{aligned}$$

Dengan cara yang sama diperoleh data perhitungan kadar unsur C, H, dan N secara teoritis seperti ditunjukkan pada **Tabel B.1**

**Tabel B.1** Kadar unsur C, H, dan N secara teoritis

Rumus Molekul	Kadar (%)		
	C	H	N
$[\text{Mn}(\text{L})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	67,21	4,30	7,46
$[\text{Mn}(\text{L})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$	65,63	4,46	7,29
$[\text{Mn}(\text{L})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	64,13	4,61	7,12
$[\text{Mn}(\text{L})_2(\text{H}_2\text{O})_2]\text{Cl}_2$	61,41	3,93	6,82

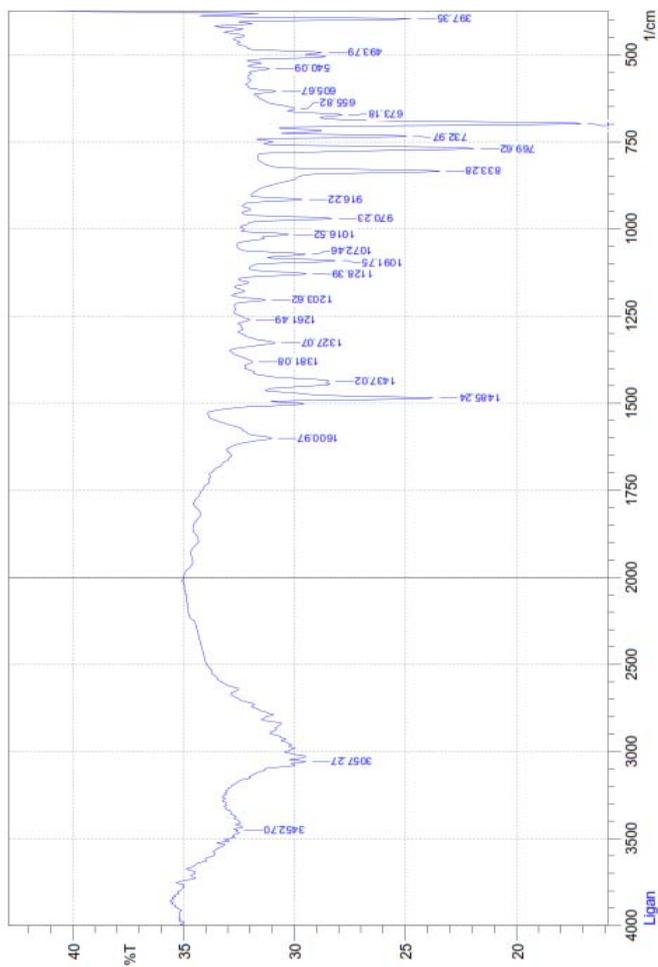
## LAMPIRAN C

SPEKTRA  $^1\text{H-NMR}$  LIGAN 2-(4-KLOROFENIL)-4,5-DIFENIL-1H-IMIDAZOL

## LAMPIRAN D

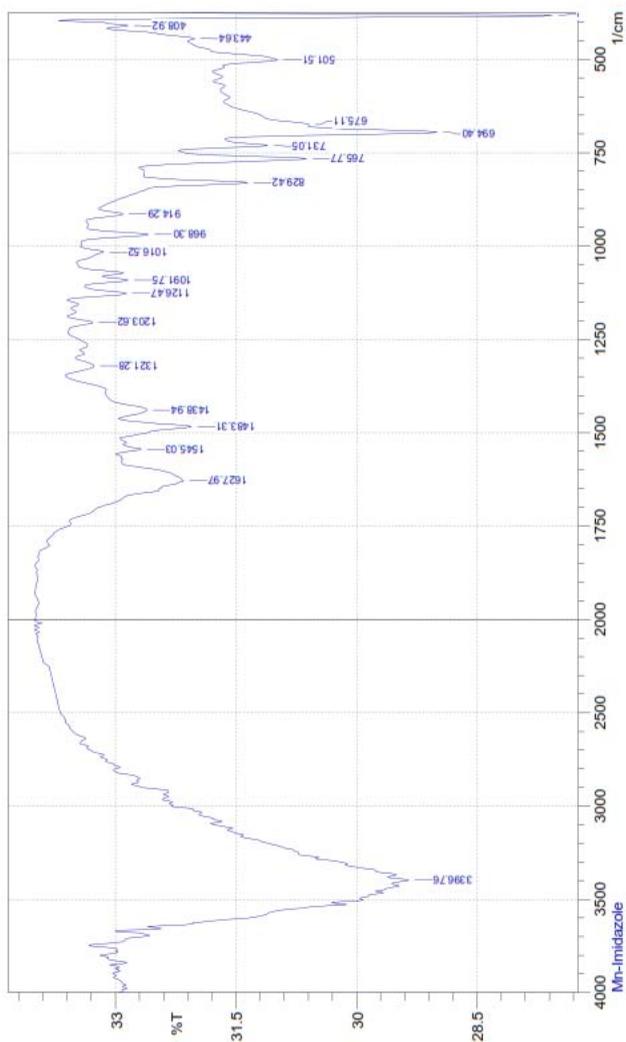
### SPEKTRUM FTIR

#### 1. Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	24.753	8.427	405.06	389.63	8.394
2	493.79	28.773	1.607	498.58	482.22	9.044
3	540.09	31.143	0.93	549.73	532.37	8.683
4	605.67	30.86	1.055	613.38	592.17	10.65
5	655.82	30.009	0.486	661.61	613.38	24.545
6	673.18	27.849	1.593	680.89	661.61	10.424
7	698.25	17.088	12.77	709.83	682.82	16.982
8	732.97	24.949	5.742	742.62	727.19	8.689
9	769.62	21.907	9.575	796.63	756.12	22.375
10	833.28	23.444	8.317	904.64	796.63	56.286
11	916.22	29.651	2.458	933.58	904.64	14.611
12	970.23	28.295	4.088	993.37	952.87	20.531
13	1016.52	30.292	1.585	1024.24	1006.88	8.828
14	1072.46	29.512	2.108	1082.1	1047.38	17.489
15	1091.75	28.142	3.348	1112.96	1082.1	15.873
16	1128.39	29.48	2.801	1143.83	1112.96	15.626
17	1203.62	31.327	1.452	1220.98	1190.12	15.173
18	1261.49	32.026	0.568	1271.13	1240.27	15.122
19	1327.07	30.875	1.893	1348.29	1296.21	25.826
20	1381.08	31.904	0.502	1392.65	1348.29	21.74
21	1437.02	28.451	0.613	1440.87	1413.87	14.071
22	1485.24	23.742	7.4	1494.88	1464.02	17.066
23	1600.97	31.036	2.32	1635.69	1539.25	47.045
24	3057.27	29.503	0.683	3070.78	3047.63	12.154
25	3452.7	32.567	0.113	3458.48	3444.98	6.567

## 2. Kompleks Mn(II) Dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	391.92	5.773	395.42	374.2	10.981	0.873
2	408.92	0.484	416.64	395.42	10.179	0.075
3	443.64	0.308	451.36	416.64	16.975	0.074
4	501.51	0.784	516.94	451.36	32.819	0.26
5	675.11	0.073	678.97	615.31	32.185	0.008
6	694.4	2.043	711.76	680.89	16.106	0.437
7	731.05	0.857	744.55	713.69	15.458	0.154
8	765.77	1.81	788.91	746.48	21.188	0.441
9	829.42	1.39	900.79	813.99	42.253	0.374
10	914.29	0.369	933.58	900.79	15.734	0.069
11	968.3	0.79	991.44	950.94	19.458	0.16
12	1016.52	0.301	1043.52	1001.09	20.26	0.081
13	1091.75	0.406	1107.18	1082.1	12.043	0.059
14	1126.47	0.633	1143.83	1107.18	17.545	0.134
15	1203.62	0.312	1232.55	1188.19	21.084	0.066
16	1321.28	0.289	1346.36	1300.07	22.046	0.095
17	1438.94	0.409	1462.09	1394.58	32.616	0.148
18	1483.31	0.904	1514.17	1462.09	25.382	0.275
19	1545.03	0.276	1556.61	1531.53	12.132	0.043
20	1627.97	0.459	1651.12	1581.68	33.987	0.267
21	3396.76	0.236	3416.05	3379.4	19.443	0.059

## LAMPIRAN E

### PERHITUNGAN DAN HASIL ANALISIS SSA

#### 1. Pembuatan Larutan Standar Mn(II)

- a. Konsentrasi Mn(II) 100 ppm = 100 mg/L  
 = 100 mg/1000 mL  
 = 10 mg/100 mL

$$\begin{aligned} \text{Massa Mn(II) dalam 100 mL pelarut} &= 0,01 \text{ gram} \\ \text{massa MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{Mr MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \times 0,01 \text{ gram}}{\text{Ar Mn}} \\ &= \frac{161,874 \text{ gram/mol} \times 0,01 \text{ gram}}{54,938 \text{ gram/mol}} \\ &= 0,0294 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, untuk membuat larutan Mn(II) 100 ppm dibutuhkan 0,0294 gram MnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O.

- b. Pengenceran larutan standar 100 ppm menjadi 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm.
- Konsentrasi 10 ppm  
 $V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$   
 $V_1 \cdot 100 = 10 \cdot 100$   
 $V_1 = 10 \text{ mL}$
  - Konsentrasi 8 ppm  
 $V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$   
 $V_1 \cdot 100 = 8 \cdot 100$   
 $V_1 = 8 \text{ mL}$
  - Konsentrasi 6 ppm  
 $V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$   
 $V_1 \cdot 100 = 6 \cdot 100$   
 $V_1 = 6 \text{ mL}$
  - Konsentrasi 4 ppm  
 $V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$   
 $V_1 \cdot 100 = 4 \cdot 100$   
 $V_1 = 4 \text{ mL}$

$$\begin{aligned}
 & \text{Konsentrasi 2 ppm} \\
 & V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2 \\
 & V_1 \cdot 100 = 2 \cdot 100 \\
 & V_1 = 2 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

## 2. Pembuatan Larutan Sampel Senyawa Kompleks Mn(II)

Pembuatan larutan senyawa kompleks Mn(II) dengan konsentrasi 100 ppm:

$$\begin{aligned}
 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg/L} \\
 &= 100 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\
 &= 10 \text{ mg} / 100 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Sehingga massa senyawa kompleks yang dibutuhkan adalah 10 mg.

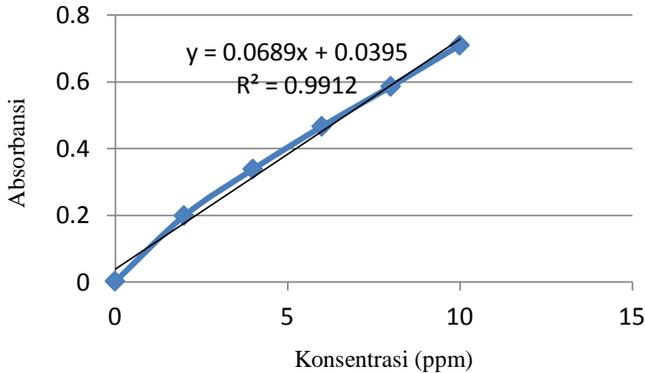
## 3. Hasil Analisis SSA

Data absorbansi ion logam Mn(II) dalam larutan standar dapat dilihat pada **Tabel E.1**.

**Tabel E.1** Data absorbansi ion logam Mn(II) dalam larutan standar

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0,0030
2	0,1992
4	0,3387
6	0,4665
8	0,5861
10	0,7094

Dari data absorbansi pada **Tabel E.1** dibuat kurva antara konsentrasi terhadap absorbansi yang digunakan sebagai kurva kalibrasi larutan standar mangan seperti yang ditunjukkan pada **Gambar E.1**.



**Gambar E.1** Kurva kalibrasi larutan standar mangan

Absorbansi dari senyawa kompleks Mn(II) yang terbaca pada alat adalah 0,4096. Dari nilai absorbansi dapat dihitung konsentrasi ion logam Mn(II) pada senyawa kompleks dengan menggunakan persamaan regresi linear.

Konsentrasi ion logam Mn(II) pada senyawa kompleks:

$$y = 0,0689x + 0,0395$$

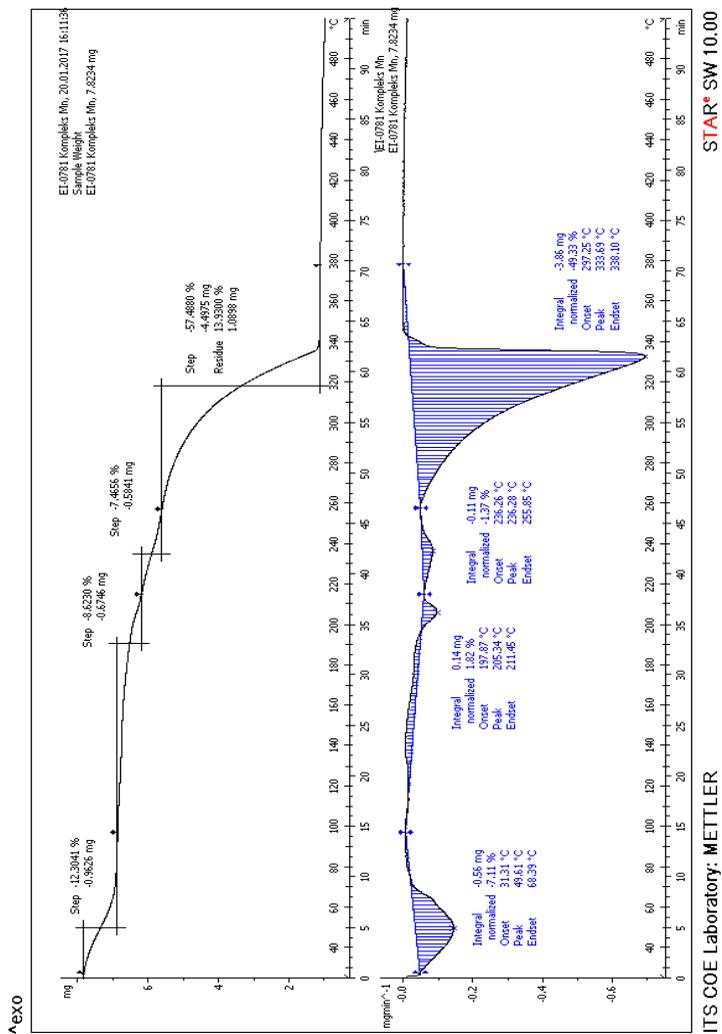
$$0,4096 = 0,0689x + 0,0395$$

$$x = 5,3715$$

Jadi, konsentrasi ion logam Mn(II) pada senyawa kompleks adalah 5,3715 ppm.

## LAMPIRAN F

## KURVA TGA SENYAWA KOMPLEKS



## LAMPIRAN G

### DATA ANALISIS MIKRO UNSUR CHN

#### CHN Analyzer

##### EAGER 300 REPORT

Page : 1  
 Sample : Complexe Mn(II)  
 Method Name : CHN  
 Method File : C:\ProgramFiles\ThermoFinnigan\Eage300forEA1112\CHN\Jan  
 Chromatogram : unk 25  
 Operator ID : Bakri bin Din                      Company Name:Thermo Finnigan  
 Analyzed : 12/01/2017 08:03                      Printed : 12/01/2017 08:37  
 Sample ID : 1 (#25)                                      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	64,0375	75	4229579	RS	1,230000	-490374E+07
Hydrogen	4,6739	213	1583655	RS	2,770770	-128776E+09
Nitrogen	7,0794	49	31687	RS	138,829700	-157633E+07

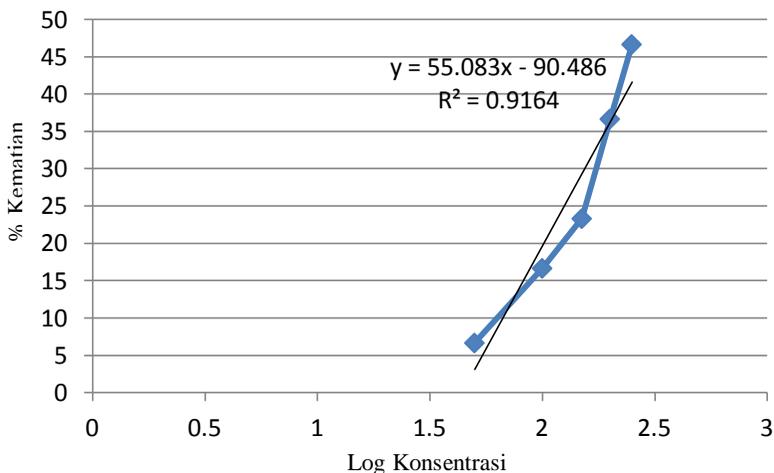
## LAMPIRAN H

### PERHITUNGAN DAN HASIL ANALISIS UJI BSLT

**Tabel H.1** Data Hasil Uji BSLT Kompleks  $[\text{Mn}(2-(4\text{-klorofenil})-4,5\text{-difenil-1H-imidazol})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Hidup Awal			Jumlah Mati	% Kematian
		I	II	III		
50	1,6989	10	10	10	2	6,67
100	2	10	10	10	5	16,67
150	2,1761	10	10	10	7	23,33
200	2,3010	10	10	10	11	36,67
250	2,3979	10	10	10	14	46,67

Dari **Tabel H.1** dibuat grafik antara log konsentrasi dengan % kematian seperti terlihat pada **Gambar H.1**.



**Gambar H.1** Grafik Hasil Uji BSLT Senyawa Kompleks  $[\text{Mn}(2-(4\text{-klorofenil})-4,5\text{-difenil-1H-imidazol})_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Dari **Gambar H.1** diperoleh persamaan :

$$y = 55,083x - 90,486$$

Nilai  $LC_{50}$  adalah anti log dari  $x$  pada persamaan, sehingga untuk memperoleh nilai  $LC_{50}$  atau 50% kematian maka dimasukkan nilai 50 sebagai  $y$  ke dalam persamaan :

$$y = 55,083x - 90,486$$

$$50 = 55,083x - 90,486$$

$$x = 2,55$$

$$\text{anti log } x = 354,81 \text{ ppm}$$

Jadi, nilai  $LC_{50}$  dari senyawa kompleks Kompleks  $[Mn(2-(4\text{-klorofenil})-4,5\text{-difenil-1H-imidazol})_2(H_2O)_2].2H_2O$  adalah sebesar 354,81 ppm.

## BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Surabaya, 2 Juli 1993 dan merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu SDK Santo Carolus Surabaya (1999-2005), SMPK Stella Maris Surabaya (2005-2008) dan SMAK Stella Maris Surabaya (2008-2011). Penulis diterima di Jurusan Kimia FMIPA-ITS Surabaya melalui jalur Mandiri pada tahun 2011

dan terdaftar dengan NRP 1411 100 129. Penulis mengambil bidang minat Kimia Bahan Alam dan Sintesis di bawah bimbingan Ibu Dr. Fahimah Martak, M.Si dan Bapak Drs. Agus Wahyudi, MS. Selama menempuh pendidikan, penulis pernah mengikuti Pekan Olahraga Nasional (PON) pada tahun 2012 dan 2016. Penulis juga sering mengikuti berbagai macam perlombaan renang dari tahun 2011 hingga 2016.

Penulis dapat dihubungi melalui :  
Email : [dickylimanto77@gmail.com](mailto:dickylimanto77@gmail.com)  
Telp. : 0878 9252 9317