



SKRIPSI - SK141501

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

ROSE MALINA ANNUUR
NRP 1411 100 068

Pembimbing
Dr. Fahimah Martak, M.Si

JURUSAN KIMIA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2015



SCRIPT - SK141501

SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF Cu(II) COMPLEXES WITH 2(4-NITROPHENYL)- 4,5-DIPHENYL-1*H*-IMIDAZOLE LIGAND

ROSE MALINA ANNUUR
NRP 1411 100 068

Supervisor
Dr. Fahimah Martak, M.Si

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2015

LEMBAR PENGESAHAN

**SENTESIS DAN UJI TOKSISITAS SENYAWA
KOMPLEKS Cu(II) DENGAN
LIGAN 2(4-NITROFENIL)-4,5-DIFENIL-1H-
IMIDAZOL**

TUGAS AKHIR

Oleh :

ROSE MALINA ANNUUR

NRP. 1411100068

Surabaya, 29 Juni 2015


Menyetujui,
Dosen Pembimbing



Dr. Fahimah Martak, M.Si.

NIP 19660703 199102 2 001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia



Hamzah Fansuri, Ph.D.

NIP. 19691017 199412 1 001



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

Nama : Rose Malina Annuur
NRP : 1411100068
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing : Dr. Fahimah Martak, M.Si.

Abstrak

Pada penelitian ini kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) telah berhasil disintesis. Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) dikarakterisasi dengan FTIR dan ¹H NMR. Senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) dikarakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis, FTIR, CHN *Analyzer*, SSA, dan TGA/DTA. Rumus molekul kompleks yang dihasilkan adalah [Cu(C₂₁H₁₄N₂NO₂)₂].2H₂O dengan rendemen sebesar 63,58 %. Uji toksisitas senyawa kompleks dengan metode BSLT menghasilkan nilai LC₅₀ sebesar 229,66 ppm.

Kata Kunci: Imidazol, CHN *Analyzer*, SSA, TGA/DTA, *Brine Shrimp Lethality Test*

**SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF Cu(II)
COMPLEXES WITH 2(4-NITROPHENYL)-4,5-
DIPHENYL-1H-IMIDAZOLE LIGAND**

Name : Rose Malina Annuur
NRP : 1411100068
Department : Kimia FMIPA-ITS
Supervisor : Dr. Fahimah Martak, M.Si.

Abstract

Complexes Cu(II) with 2(4-nitrophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole (**4**) ligand had been successfully synthesized. Ligand 2(4-nitrophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole (**4**) was characterized by FTIR and ¹H NMR. Complexes Cu(II) with 2(4-nitrophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole (**4**) ligand was characterized by UV-Vis Spectrophotometer, FTIR, CHN Analyzer, AAS, and TGA/DTA. The molecular formula of complexes Cu(II) was [Cu(C₂₁H₁₄N₂NO₂)₂]·2H₂O yield 63,58 %. The toxicity test with BSLT method generated LC₅₀ 229,66 ppm.

Keywords: Imidazole, CHN Analyzer, AAS, TGA/DTA, Brine Shrimp Lethality Test

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini yang berjudul “**Sintesis dan Uji Toksisitas Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol**”. Dengan penuh kerendahan hati, penulis menyampaikan terimakasih sebesar-besarnya kepada:

1. Ibu Dr. Fahimah Martak, M.Si. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah tugas akhir ini.
2. Bapak Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan.
3. Dr. Muhammad Nadjib, M. S. selaku dosen wali atas pengarahannya dalam pengambilan mata kuliah TA
4. Kedua orang tua dan keluarga besar saya yang selalu memberi dukungan, doa, serta semangat yang tiada henti.
5. Teman-teman mahasiswa Kimia FMIPA angkatan 2011 beserta rekan-rekan seperjuangan, Bias, Lita, Sukma, Dewa, Shinta, dan Arynta atas semua bantuan, semangat dan doanya.

Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 29 Juni 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	iv
ABSTRAK	v
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Imidazol dan Turunannya.....	5
2.2 Senyawa Kompleks Logam Tembaga(II).....	5
2.3 Metode <i>Brine Shrimp Lethality Test</i>	7
2.4 Analisa dan Karakterisasi.....	7
2.4.1 Kromatografi Lapis Tipis.....	7
2.4.2 Spektrofotometer UV-Vis.....	8
2.4.3 Spektrometer Resonansi Magnetik Inti.....	9
2.4.4 Spektrofotometer Inframerah.....	11
2.4.5 Spektrofotometer Serapan Atom.....	12
2.4.6 Termogravimetri Analisis.....	13
2.4.7 CHNS-O <i>Analyzer</i>	14
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	17
3.1 Alat dan Bahan.....	17
3.1.1 Alat.....	17
3.1.2 Bahan.....	17

3.2 Sintesis 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil- <i>IH</i> -imidazol (4)	17
3.3 Sintesis Kompleks Cu(II)	18
3.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks	18
3.3.2 Penentuan Perbandingan Logam dan Ligan dalam Kompleks	18
3.3.3 Sintesis Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil- <i>IH</i> -imidazol (4)	19
3.4 Analisis Komposisi Kompleks	19
3.4.1 Analisis dengan Spektrofotometer UV-Vis.....	19
3.4.2 Analisis dengan FTIR.....	19
3.4.3 Analisis dengan CHN <i>Analyzer</i>	19
3.4.4 Analisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom	20
3.4.5 Analisis dengan TGA	20
3.5 Uji Toksisitas Metode <i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT)	20
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1 Sintesis Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil- <i>IH</i> -imidazol (4) .	21
4.2 Sintesis Kompleks Cu(II)	28
4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	28
4.2.2 Penentuan Perbandingan Logam dan Ligan.....	28
4.2.3 Sintesis Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil- <i>IH</i> -imidazol (4)	29
4.3 Analisis Komposisi Kompleks	33
4.3.1 Analisis CHN <i>Analyzer</i>	33
4.3.2 Analisis Spektrofotometer Serapan Atom.....	34
4.3.4 Analisis TGA	34
4.4 Uji Toksisitas BSLT.....	35

BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	39
5.1 Kesimpulan.....	39
5.2 Saran.....	39
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN.....	47
RIWAYAT PENULIS.....	63

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Warna yang Diabsorpsi dan Warna Komplementer	9
Tabel 2.2	Data ^1H NMR 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil- <i>IH</i> -imidazol (4)	11
Tabel 2.3	Data Serapan Inframerah Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil- <i>IH</i> -imidazol (4)	12
Tabel 2.4	Data Serapan Inframerah Senyawa Kompleks $\text{Cu}(\text{DNPI})_2$	12
Tabel 2.5	Perbandingan Prosentase Unsur C, H, N pada Senyawa Kompleks $\text{Cu}(\text{DNPI})_2$	15
Tabel 4.1	Pergesaran Kimia ^1H NMR 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil- <i>IH</i> -imidazol (4)	26
Tabel 4.2	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	28
Tabel 4.3	Perbandingan Teoritis dan Eksperimen Komposisi C, H, dan N.....	33
Tabel 4.4	Perbandingan Teoritis dan Eksperimen Komposisi C, H, N, dan Cu	34
Tabel 4.5	Data Kematian Uji Toksisitas BSLT	36

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kompleks Cu(DNPD) ₂	6
Gambar 2.2	Pergeseran Kimia ¹ H NMR	10
Gambar 2.3	Pergeseran Kimia ¹³ C NMR	10
Gambar 2.4	Skema Alat Spektrofotometer Serapan Atom	13
Gambar 2.5	Termogram Senyawa Kompleks Logam Cu(II), Co(II), Zn(II) dengan Ligan 2-(4,5-difenil- <i>1H</i> - imidazol-2- <i>il</i>)-fenol	14
Gambar 4.1	Hasil Monitoring KLT Sintesis Ligan 2(4- nitrofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol (4)	22
Gambar 4.2	Hasil Endapan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5- difenil- <i>1H</i> -imidazol (4)	22
Gambar 4.3	Hasil KLT Kemurnian Ligan dengan 3 Eluen....	23
Gambar 4.4	Hasil KLT 2D Kemurnian Ligan	23
Gambar 4.5	Spektrum Inframerah Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5- difenil- <i>1H</i> -imidazol (4)	24
Gambar 4.6	Spektrum ¹ H NMR Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5- difenil- <i>1H</i> -imidazol (4)	25
Gambar 4.7	Usulan Struktur Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5- difenil- <i>1H</i> -imidazol (4)	26
Gambar 4.8	Usulan Mekanisme Reaksi Ligan 2(4- nitrofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol (4)	27
Gambar 4.9	Grafik Metode Variasi Kontinyu Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil- <i>1H</i> -imidazol (4)	29
Gambar 4.10	Proses Sintesis Kompleks Cu(II).....	30
Gambar 4.11	(a) Tampilan Fisik Kompleks Cu(II); (b) Tampilan Fisik Kompleks Cu(II) dengan Foto Kristal Perbesaran 40 Kali.....	30
Gambar 4.12	Grafik Panjang Gelombang Maksimum CuCl ₂ .2H ₂ O dan Kompleks Cu(II)	31

Gambar 4.13	Spektrum Inframerah Kompleks Cu(II)	32
Gambar 4.14	Hasil Analisis TGA Kompleks Cu(II).....	35
Gambar 4.15	Grafik Hasil Uji Toksisitas BSLT	37

DAFTAR LAMPIRAN

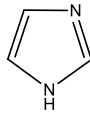
LAMPIRAN 1	Sintesis 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol(4).....	47
LAMPIRAN 2	Sintesis Kompleks [Cu(II)- 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol].....	49
LAMPIRAN 3	Spektrum FTIR.....	51
LAMPIRAN 4	Spektrum Spektrometer ¹ H NMR	53
LAMPIRAN 5	Perhitungan Kadar Unsur Dan Logam Pada Kompleks Secara Teoritis	54
LAMPIRAN 6	Analisis Unsur C, H, dan N.....	55
LAMPIRAN 7	Perhitungan Kadar Ion Logam dalam Kompleks	56
LAMPIRAN 8	TGA Kompleks	59
LAMPIRAN 9	Perhitungan Nilai LC ₅₀	60

BAB I

PENDAHULUAN

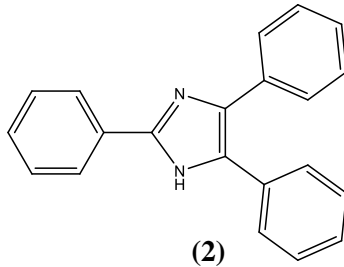
1.1 Latar Belakang

Senyawa imidazol (**1**) merupakan anggota cincin lima heterosiklik yang mengandung nitrogen (Hofman, 1953). Sejumlah besar senyawa imidazol telah dilaporkan sebagai senyawa aktif secara farmakologi yang dapat digunakan sebagai antibakteri, antijamur, anti-inflamasi, dan antihistamin. Fragmen imidazol muncul di sejumlah produk alami, diantaranya adalah asam amino histidin, purin, biotin, hidantoin, dan pilokarpin (Taile dkk., 2010).



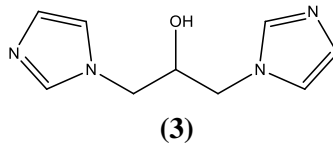
(1)

Radziszewski dan kawan-kawan pada tahun 1882 melaporkan metode sintesis imidazol pertama dari senyawa 1,2-dikarbonil, aldehida dan amonia untuk menghasilkan 2,4,5-trifenil imidazol (**2**) (Shelke dkk., 2008). Keberadaan senyawa imidazol sangat penting, banyak strategi sintesis baru yang telah dikembangkan. Grimmet dan kawan-kawan mengusulkan sintesis imidazol menggunakan nitril dan ester. Literatur lain juga menyebutkan metode sintesis 2,4,5-triaril imidazol lain diantaranya menggunakan $ZrCl_4$, zeolit, dan $NaHSO_4$. Beberapa metode memiliki kelemahan yaitu sedikitnya produk yang dihasilkan, waktu reaksi yang lebih lama, dan hasil samping yang dihasilkan (Gadekar dkk., 2009).



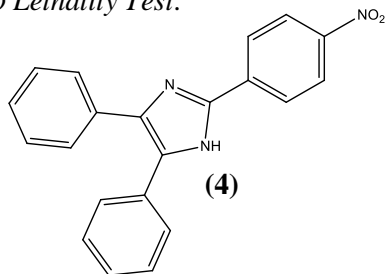
Dalam penelitian sebelumnya, ligan turunan senyawa imidazol banyak digunakan sebagai antibakteri. N-alkil imidazol, seperti 2-metil imidazol dan 2-metil-4-nitro imidazol dihasilkan sebagai agen antibakteri. Senyawa tersebut diuji terhadap *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, dan *Pseudomonas aeruginosa*. Efek antibakteri turunan imidazol meningkat sesuai dengan jumlah karbon pada rantai alkil. Substitusi 2-metil dan 2-metil-4-nitro pada cincin imidazol juga dapat meningkatkan aktivitas antibakteri (Khabnadideh dkk., 2003).

Senyawa kompleks berperan penting dalam banyak sistem biologis. Telah banyak diteliti bahwa kompleks logam memiliki pengaruh besar terhadap aktivitas antimikroba. Senyawa kompleks Zn(II), Cu(II), Co(II), dan Ni(II) dengan turunan imidazol (1,3-di(1*H*-imidazol-1-*il*)-2-propanol) (3) telah dilaporkan. Senyawa kompleks logam tersebut telah diuji terhadap *E. coli*, *P. aeruginosa*, *Klesbiella pneumonia*, dan *S. aureus* dengan metode difusi agar. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sebagian besar senyawa kompleks lebih aktif daripada ligan, terhadap spesies bakteri (Rehman dkk., 2010).



Senyawa kompleks tidak hanya digunakan sebagai antibakteri saja, beberapa penelitian sebelumnya melaporkan bahwa senyawa kompleks dapat digunakan sebagai antikanker. Senyawa kompleks Ag(I) N-heterosiklik karbena (NHC) telah berhasil disintesis. Aktivitas antikanker *in vitro* dari kompleks Ag(I) N-heterosiklik karbena yang telah dilaporkan menggunakan usus besar manusia (HCT 116) baris sel kanker. Kompleks Ag(I) N-heterosiklik karbena menunjukkan aktivitas yang baik terhadap baris sel kanker. Aktivitas antikanker yang relatif baik dengan nilai IC_{50} 5,2 ppm, yang hampir sama dengan standar yang digunakan (Haq dkk., 2012).

Tiga senyawa kompleks dari ion logam Cu(II), Co(II), dan Pb(II) dengan ligan 4,5-difenil-2-(4-nitrofenil)-1*H*-imidazol (DNPI) (**4**) telah dilaporkan. Ketiga struktur senyawa kompleks tersebut sama dengan ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**). Namun aktivitas senyawa kompleks tersebut terhadap sel kanker masih belum diteliti lebih lanjut (Kou dkk., 2014). Penelitian yang dilaporkan dengan turunan ligan yang sama seperti kompleks logam Cu(II) dengan ligan 3-(1*H*-benzo[d]imidazol-2-*il*)- β -karbolin menunjukkan aktivitas antitumor dengan kekuatan DNA mengikat dan membelah lebih baik daripada kompleks Co(II) dan Ni(II) (Mei Jin dkk., 2014). Keunggulan kompleks dari ion logam Cu(II) mendorong penelitian ini dilakukan. Ligan yang digunakan pada pembentukan kompleks tersebut 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) yang telah dilaporkan oleh Jain dan kawan-kawan pada tahun 2010. Senyawa kompleks yang telah dihasilkan dikarakterisasi dan dianalisis untuk mengetahui formula kompleks serta dilakukan uji toksisitas menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test*.



1.2 Permasalahan

Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol (**4**) telah dilaporkan. Pada penelitian ini dilakukan penambahan ion logam Cu(II) pada ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol (**4**), namun aktivitas senyawa kompleks tersebut belum diteliti lebih lanjut (Kou dkk., 2014). Senyawa kompleks yang didapatkan selanjutnya dikarakterisasi untuk mengetahui formula kompleks dan dilakukan uji toksisitas menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test*.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol (**4**), mendapatkan senyawa kompleks Cu(II), mengetahui formula senyawa kompleks yang dihasilkan dan mendapatkan nilai LC₅₀ dari uji toksisitas menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test*.

1.4 Manfaat Penelitian

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

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Imidazol dan Turunannya

Senyawa imidazol (**1**) merupakan anggota cincin limaheterosiklik yang mengandung nitrogen. Senyawa imidazol (**1**) termasuk dalam golongan alkaloid. Kelarutan senyawa imidazol (**1**) tinggi pada pelarut polar dan rendah dalam pelarut non-polar. N-tersubstitusi imidazol pada umumnya lebih mudah larut dalam pelarut non-polar dibandingkan senyawa imidazol (**1**) dengan imino hidrogen bebas (Hofman, 1953).

Senyawa imidazol (**1**) bersifat sangat polar, yang dibuktikan dengan momen dipolnya 3,61D. Senyawa imidazol (**1**) bersifat amfoter, yaitu dapat berfungsi sebagai asam dan sebagai basa (Shalini dkk., 2010). Sejumlah besar senyawa imidazol (**1**) telah dilaporkan sebagai senyawa aktif secara farmakologi yang dapat digunakan sebagai antibakteri, antijamur, anti-inflamasi dan antihistamin. Fragmen senyawa imidazol (**1**) muncul di sejumlah produk alami, di antaranya adalah asam amino histidin, purin, biotin, hidantoin, dan pilokarpin (Taile dkk., 2010).

N-alkil imidazol, 2-metil imidazol dan 2-metil-4-nitro imidazol dihasilkan sebagai agen antibakteri. Senyawa tersebut diuji aktivitas antibakterinya terhadap *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, dan *Pseudomonas aeruginosa*. Efek antibakteri turunan imidazol meningkat sesuai dengan jumlah karbon pada rantai alkil. Substitusi 2-metil dan 2-metil-4-nitro pada cincin imidazol juga dapat meningkatkan aktivitas antibakteri (Khabnadideh dkk., 2003).

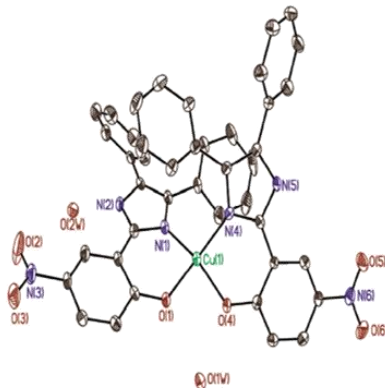
2.2 Senyawa Kompleks Logam Tembaga(II)

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari ion logam pusat dengan ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebasnya kepada ion logam pusat. Logam yang dapat membentuk kompleks biasanya merupakan logam transisi,

alkali, atau alkali tanah. Donor pasangan elektron ligan kepada ion logam pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks juga disebut senyawa koordinasi (Jahro dkk., 2007).

Senyawa kompleks berperan penting dalam banyak sistem biologis. Ion logam memiliki pengaruh besar terhadap aktivitas antimikroba. Senyawa kompleks Cu(II) dengan turunan imidazol (1,3-di(1*H*-imidazol-1-*il*)-2-propanol) (**2**) telah dilaporkan. Kemudian senyawa kompleks logam tersebut diuji terhadap *Eschereschia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Klesbiella pneumonia*, dan *Staphylococcus aureus* dengan metode difusi agar. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sebagian besar senyawa kompleks lebih aktif daripada ligan, terhadap spesies bakteri (Rehman dkk., 2010).

Tiga senyawa kompleks logam Cu(II), Co(II), dan Pb(II) dengan ligan 4,5-difenil-2-(4-nitrofenil)-1*H*-imidazol (DNPI) (**4**) telah dilaporkan. Ketiga struktur senyawa kompleks tersebut hampir sama dengan ligan 2(4-nitro fenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol. Struktur kompleks Cu(DNPI)₂ dapat dilihat pada Gambar 2.1. Namun aktivitas senyawa kompleks tersebut terhadap sel kanker masih belum diteliti lebih lanjut (Kou dkk., 2014).



Gambar 2.1 Struktur Kompleks Cu(DNPI)₂

2.3 Metode *Brine Shrimp Lethality Test*

Brine Shrimp Lethality Test salah satu metode awal yang digunakan untuk mengamati toksisitas senyawa. Metode ini diuji terhadap tingkat mortalitas larva udang *Artemia salina* yang disebabkan oleh ekstrak uji. Hasil yang diperoleh dihitung sebagai nilai LC_{50} (*letal concentration*) ekstrak uji, yaitu jumlah dosis atau konsentrasi ekstrak uji yang dapat menyebabkan kematian larva udang sejumlah 50% setelah masa inkubasi 24 jam (Lisdawati dkk., 2006).

Nilai LC_{50} menyatakan sifat toksisitas dari senyawa uji. Presentase data kematian larva artemia digunakan untuk menghitung harga LC_{50} . Apabila harga $LC_{50} < 1000$ ppm maka senyawa dapat dikatakan toksik untuk ekstrak senyawa. Apabila pengujian dengan larva artemia menghasilkan harga $LC_{50} < 200$ ppm pada senyawa murni dapat dikatakan toksik maka dilanjutkan dengan pengujian antikanker menggunakan biakan sel kanker (Meyer dkk., 1982). Nilai LC_{50} dari senyawa kompleks $[Zn(H_2dipic, dipic)Zn_2(10H_2O)]Cl_4 \cdot 5H_2O$ sebesar 989,26 ppm dan senyawa $[Zn(H_2dipic)_2Zn(H_2O)_5]Cl_4 \cdot 2H_2O$ sebesar 503,32 ppm (Martak & Tia, 2014).

$$\% \text{ Kematian} = \frac{\text{Akumulasi mati}}{\text{Akumulasi mati} + \text{Akumulasi hidup}} \times 100 \%$$

(Pertiwi dkk., 2014)

2.4 Analisa dan Karakterisasi

2.4.1 Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi merupakan teknik pemisahan campuran yang didasarkan pada perbedaan distribusi komponen-komponen campuran diantara dua fase, fase diam yang berfungsi sebagai absorbent dan fase gerak berupa pelarut yang berfungsi membawa senyawa. Uji KLT memberikan informasi fraksi-fraksi yang mengandung senyawa yang diinginkan berdasarkan derajat pemisahan (R_f) yang dicapai.

Teknik KLT merupakan metode pemisahan yang cukup mudah, sering dilakukan secara preparatif dengan tujuan seperti untuk mengetahui kemurnian suatu senyawa (Hostettman dkk., 1986). Fase diam dalam KLT berupa padatan penyerap yang

menempel pada plat datar yang terbuat dari gelas, plastik, atau alumina sehingga membentuk lapisan tipis dengan ketebalan tertentu. Pelarut sebagai fasa gerak atau eluen merupakan faktor yang menentukan gerakan komponen-komponen dalam campuran. Pemilihan pelarut tergantung pada sifat kelarutan komponen tersebut terhadap pelarut yang digunakan (Padmawinata, 1991). Fasa gerak yang bersifat lebih polar digunakan untuk mengelusi senyawa-senyawa dengan daya adsorpsi kuat, sedangkan fasa gerak yang kurang polar digunakan untuk mengelusi senyawa dengan daya adsorpsi lemah (Sastrohamidjojo, 2005). Identifikasi dari senyawa terpisah pada lapis tipis diperoleh dari faktor retensi (R_f), yaitu dengan membandingkan jarak tempuh senyawa terlarut dengan jarak tempuh pelarut.

$$\text{Harga } R_f = \frac{\text{jarak yang digerakkan oleh senyawa dari titik asal}}{\text{jarak tempuh pelarut dari titik asal}}$$

(Sastrohamidjojo, 2005)

2.4.2 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan suatu teknik analisis yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (200-400 nm) dan sinar tampak (400-800 nm). Spektrum UV-Vis mempunyai bentuk yang lebar dan hanya sedikit informasi tentang struktur yang bisa didapatkan dari spektrum ini. Intesitas suatu pita serapan dapat dinyatakan secara kuantitatif (Solomon & Fryhle, 2011).

Secara kualitatif absorpsi cahaya dapat diperoleh dengan pertimbangan absorpsi cahaya pada daerah tampak. Obyek dilihat dengan pertolongan cahaya yang diteruskan atau dipantulkan. Apabila cahaya polikromatis (cahaya putih) yang berisi seluruh spektrum panjang gelombang melewati medium tertentu, akan menyerap panjang gelombang lain, sehingga medium itu akan tampak berwarna. Oleh karena hanya panjang gelombang yang diteruskan yang sampai ke mata maka panjang gelombang inilah yang menentukan warna medium. Warna ini disebut warna komplementer terhadap warna yang diabsorpsi (Khopkar, 1990). Spektrum tampak dan warna-warna komplementer ditunjukkan dalam Tabel 2.1. Senyawa kompleks $\text{Cu}(\text{DNPI})_2$ diukur

menggunakan UV-Vis dengan pelarut DMF muncul pada panjang gelombang 410 nm (Kou dkk., 2014). Pada panjang gelombang 340-450 nm warna yang diabsorpsi lembayung dan warna yang dipantulkan kuning-hijau.

Tabel 2.1 Warna yang Diabsorpsi dan Warna Komplementer

Panjang Gelombang (nm)	Warna yang diabsorpsi	Warna yang dipantulkan (komplementer)
340-450	Lembayung	Kuning-Hijau
450-495	Biru	Kuning
495-570	Hijau	Violet
570-590	Kuning	Biru
590-620	Jingga	Hijau-Biru
620-750	Merah	Biru-Hijau

(Garry, 1971)

2.4.3 Spektrometer Resonansi Magnetik Inti

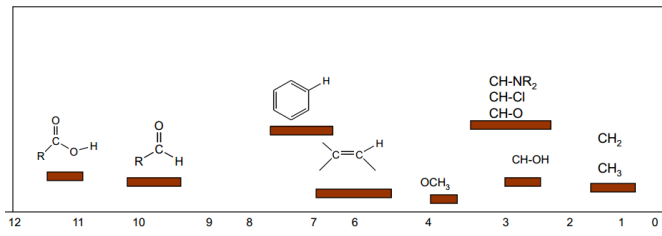
Spektroskopi resonansi magnetik inti (*nuclear magnetic resonance*, NMR) merupakan metode analisis struktur molekul berdasarkan perputaran inti bermuatan yang menghasilkan medan magnet. Metode ini memberikan informasi mengenai jenis atom, jumlah, maupun lingkungan atom hidrogen (^1H NMR) dan karbon (^{13}C NMR).

Senyawa dengan proton atau karbon yang ditempatkan dalam medan magnet kuat dan diradiasi menggunakan energi elektromagnetik pada frekuensi yang tepat akan menyebabkan inti senyawa tersebut menyerap energi melalui proses resonansi magnetik. Sinyal yang terdeteksi di sebelah kiri spektrum dinamakan *downfield*, sedangkan yang terdeteksi di sebelah kanan disebut *upfield* (Solomon & Fryhle, 2011).

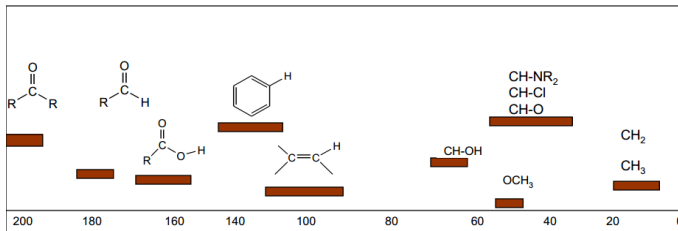
Spektrometer NMR mengidentifikasi jumlah karbon dan proton dalam suatu molekul melalui pergeseran kimia, multiplisitas, dan identitas sinyal suatu spektrum. Pergeseran kimia adalah perbedaan frekuensi absorpsi proton akibat perbedaan lokasi letak atom H terikat. Pergeseran kimia (δ)

merupakan perbandingan perubahan frekuensi terhadap frekuensi senyawa standar tetrametilsilan (TMS) dan dinyatakan dalam satuan ppm. Pergeseran kimia ^1H berada dalam kisaran 0-10 ppm (Gambar 2.2) dan ^{13}C berada dalam kisaran 1-220 ppm (Gambar 2.3) (McMurry, 1999).

Pemisahan spin-spin juga memberikan banyak informasi mengenai struktur molekul suatu senyawa. Pemisahan spin-spin terjadi akibat perbedaan lingkungan magnet yang ditimbulkan oleh proton tetangganya. Pola pemisahan dapat diperkirakan dengan aturan $n+1$, dengan n adalah banyaknya proton tetangga yang memiliki konstanta kopling sama. Jika terdapat dua proton tetangga, maka sinyal proton akan terpisah menjadi tiga puncak (triplet). Intensitas (tinggi) masing-masing puncak tersusun menurut aturan segitiga Pascal. Puncak duplet ($n=1$) memberikan rasio 1:1, puncak triplet ($n=2$) memberikan rasio 1:2:1, puncak kuartet ($n=3$) memberikan rasio 1:3:3:1 dan seterusnya. Akan tetapi aturan segitiga Pascal ini tidak berlaku pada puncak multiplisitas yang kompleks (Silverstein, 2005).



Gambar 2.2 Pergeseran Kimia ^1H NMR (McMurry, 1999)



Gambar 2.3 Pergeseran Kimia ^{13}C NMR (McMurry, 1999)

Perbandingan hasil analisis ^1H NMR dari ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) dapat dilihat pada Tabel 2.2 berikut ini :

Tabel 2.2 Data ^1H NMR 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**)

Proton	$\delta(\text{ppm})$
N-H	12,9 (s, 1H)
Ar-H	7,22-7,74 (m, 12H); 8,12 (d, 2H)

(Jain dkk., 2010)

2.4.4 Spektrofotometer Inframerah

Atom-atom di dalam suatu molekul tidak dapat diam melainkan bervibrasi (bergetar). Ikatan kimia yang menghubungkan dua atom dapat dimisalkan sebagai dua bola yang dihubungkan oleh pegas. Bila radiasi infra merah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi dan terjadilah transisi diantara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*). Pengabsorpsian energi pada berbagai frekuensi dapat dideteksi oleh spektrofotometer infra merah, yang memplot jumlah radiasi infra merah yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi (atau panjang gelombang) radiasi (Garry, 1971).

Spektrofotometer inframerah mempunyai sistem optik yang serupa dengan ultraviolet atau sinar tampak. Perbedaan utama terletak pada sumber energi dan sel. Sinar inframerah mempunyai energi yang lebih rendah dari sinar ultraviolet atau sinar tampak, maka tebal sel yang dipakai pada spektrofotometer lebih tipis daripada untuk spektrofotometer lainnya (0,002 mm). Karena tidak ada pelarut yang sama sekali transparan terhadap sinar inframerah, maka cuplikan dapat diukur sebagai padatan atau cairan murninya. Cuplikan padat digerus dalam mortir kecil bersama kristal KBr kering dalam jumlah sedikit sekali (0,5-2 mg cuplikan + 100 mg KBr kering) (Khopkar, 1990).

Pada ligan 2(4-nitro fenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) apabila dianalisis menggunakan spektroskopi inframerah menghasilkan data yang ditunjukkan Tabel 2.3 berikut ini :

Tabel 2.3 Data Serapan Inframerah Ligan 2(4-nitro fenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**)

Panjang Gelombang (cm ⁻¹)	Ikatan
3068	C-H <i>stertching</i>
1674	C=N
1348	NO ₂

(Jain dkk., 2010)

Pada senyawa kompleks Cu(DNPI)₂ apabila dianalisis menggunakan spektroskopi inframerah menghasilkan data yang ditunjukkan Tabel 2.4 berikut ini :

Tabel 2.4 Data Serapan Inframerah Senyawa Kompleks Cu(DNPI)₂

Panjang Gelombang (cm ⁻¹)	Ikatan
935,35 (vs)	Cu-O
469,75 (vs)	Cu-N

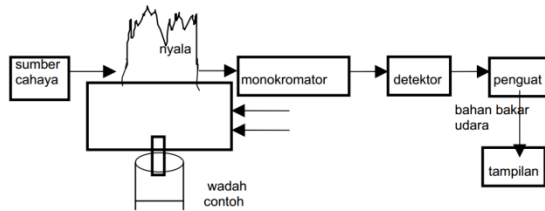
(Kou dkk., 2014)

2.4.5 Spektrofotometer Serapan Atom

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

Prinsip kerja analisa menggunakan SSA, yaitu suatu sampel dibuat dalam bentuk larutan dan dikabutkan, lalu disemburkan ke bagian burner kemudian mengalami deatomisasi. Selanjutnya direaksikan dengan sumber energi radiasi maka atom pada keadaan dasar membutuhkan energi yang besar

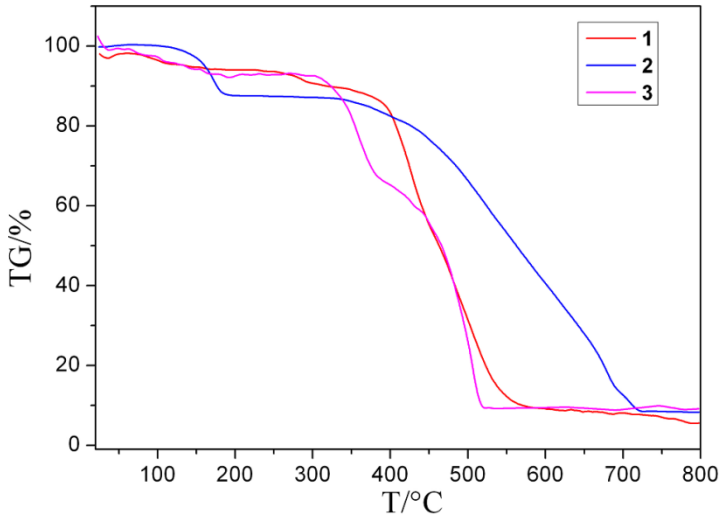
dan untuk mendapatkannya, atom tersebut menyerap energi dari sumber cahaya yang ada pada alat SSA (Gambar 2.4) (Christina, 2006)



Gambar 2.4 Skema Alat Spektrofotometer Serapan Atom (Skoog dkk., 2000)

2.4.6 Termogravimetri Analisis

Termogravimetri adalah teknik untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu. Pada pemanasan yang kontinyu dari suhu kamar, maka pada suhu-suhu tertentu material akan kehilangan cukup signifikan dari massanya. Kehilangan massa pada suhu tertentu dapat mengindikasikan kandungan dari bahan uji, meski tidak bisa secara spesifik merujuk pada suatu senyawa tertentu seperti yang misalnya ditunjukkan oleh puncak-puncak dari histogram FTIR ataupun XRD. Sehingga biasanya TGA digunakan untuk melakukan analisa *proximate* seperti kadar air, kadar senyawa volatil dan kadar abu dalam bahan. Metode TGA yang cepat dan akurat digunakan untuk mempelajari reaksi-reaksi dekomposisi secara isothermal. *Furnace* TGA diatur pada suhu tertentu dan sampel diinteraksikan langsung dengan suhu ini. Setelah sampel disetimbangkan pada suhu ini selama 2-3 menit, dekomposisi sampel terhadap waktu dapat diikuti. Proses ini dapat diulangi pada suhu lain dan hasilnya dianalisis untuk menentukan mekanisme reaksi, energi aktivasi, dan lain-lain (Christina, 2006). Gambar 2.5 merupakan contoh termogram dari logam Cu(II), Co(II), dan Zn(II) dengan ligan 2(4,5-difenil-1*H*-imidazol-2-*il*)-fenol (Li dkk., 2015).



Gambar 2.5 Termogram Senyawa Kompleks Logam Cu(II), Co(II), Zn(II) dengan Ligan 2-(4,5-difenil-1H-imidazol-2-il)-fenol

2.4.7 CHNS-O Analyzer

CHNS-O Analyzer adalah analisa unsur yang digunakan untuk penentuan simultan dari jumlah (%) karbon, hidrogen, nitrogen, sulfur dan oksigen yang terkandung dalam bahan organik, anorganik, polimer dan zat alam dalam bentuk padat, cair dan sampel gas. Pada proses pembakaran (1000 °C) karbon dikonversikan menjadi karbon dioksida, hidrogen menjadi air, nitrogen menjadi gas nitrogen dan sulfur menjadi belarang oksida. Jika terdapat unsur lain seperti klorin maka dikonversikan menjadi asam klorida. Produk pembakaran dibawa oleh gas pembawa inert seperti helium dan melewati pemanasan (600 °C). Tembaga dapat diletakkan pada dasar tungku atau terpisah dari tungku. Fungsi dari tembaga ini adalah untuk mengikat oksigen yang tidak digunakan pada pembakaran awal dan untuk mengkonversi oksida nitrogen menjadi nitrogen gas. Gas-gas tersebut kemudian berlalu melalui perangkat penyerap untuk menyisakan karbon dioksida, air, nitrogen dan sulfur dioksida (Thompson, 2008).

Perbandingan kadar CHN yang dihitung secara teoritis dan eksperimen pada senyawa kompleks $\text{Cu}(\text{DNPI})_2$ ditunjukkan pada Tabel 2.5:

Tabel 2.5 Perbandingan Prosentase Unsur C, H, N pada Senyawa Kompleks $\text{Cu}(\text{DNPI})_2$

Kadar Unsur	C	H	N
% Teoritis	62,10	3,48	10,35
% Analisis	61,95	3,40	10,27

(Kou dkk., 2014)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini meliputi seperangkat alat-alat gelas, kertas saring, *hot plate magnetic stirrer*, stirrer, oven, dan neraca analitik. Instrumen yang digunakan untuk keperluan karakterisasi dan analisis meliputi Spektrofotometer UV/Vis *Genesys 10S* di laboratorium fundamental jurusan Kimia ITS, Spektrofotometer Inframerah SHIMADZU FTIR 8400S di laboratorium instrumen jurusan Kimia ITS, Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) ZEE nit 700 di laboratorium instrumen jurusan Kimia ITS, NMR Jeol 500 di *Institute Tropical of Disease* Universitas Airlangga, foto mikroskop *Olympus cx2* di laboratorium ekologi jurusan Biologi ITS, analisis termal TGA STAR SW 10.00 di laboratorium Energi ITS, *flash 2000 elemental organic compounds CHN* di Universitas Teknologi MARA Malaysia, Uji toksisitas menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah benzil (Sigma Aldrich), 4-nitrobenzaldehida (Merck), etanol (Merck), *TLC Silica Gel F254*, asam asetat glacial (Merck), gas nitrogen, aquades, amonium asetat (Merck), $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Merck), H_2SO_4 pekat (Merck), HNO_3 pekat (Merck), *n*-heksana, dan etil asetat (EtOAc).

3.2 Sintesis 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol (4)

Sintesis 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol (4) berdasarkan metode penelitian Jain dkk.(2010). Benzil (2,1042 g; 10 mmol) dan amonium asetat (7,7483 g; 0,1 mol) dalam asam asetat glasial (25 mL) diaduk dengan suhu 90 °C selama 1 jam pada atmosfer gas nitrogen. 4-nitrobenzaldehida (1,5113 g; 10

mmol) dalam asam asetat glasial (5 mL) ditambahkan tetes demi tetes selama 15-20 menit pada suhu yang sama dan diaduk selama 4 jam hingga reaksi berjalan sempurna (dimonitoring dengan KLT). Setelah reaksi selesai campuran didinginkan pada suhu kamar. Larutan homogen dituangkan ke dalam penangas es (200 g), endapan kuning yang didapatkan disaring dan dicuci dengan aquades dingin dan dikeringkan pada kondisi vakum. Produk direkrystalisasi menggunakan etil asetat sebanyak 3 kali untuk mendapatkan senyawa yang murni.

3.3 Sintesis Kompleks Cu(II)

3.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks

Analisis Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum kompleks. Logam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) dilarutkan dalam etanol. Pengukuran dilakukan dengan perbandingan mol logam : mol ligan yaitu 1:1, 1:2, dan 1:3.

3.3.2 Penentuan Perbandingan Logam dan Ligan dalam Kompleks

Penentuan rumus stoikiometri kompleks dilakukan dengan metode variasi kontinyu. Caranya dengan memvariasikan antara jumlah ligan dan jumlah logam yang akan disintesis namun konsentrasinya tetap. Larutan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,01M dan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) 0,01M divariasikan dengan perbandingan sebagai berikut: (10:0), (9:1), (8:2), (7:3), (6:4), (5:5), (4:6), (3:7), (2:8), (1:9), dan (0:10). Perbandingan zat tersebut kemudian dimasukkan dalam gelas kimia dan diaduk selama beberapa menit. Larutan lalu diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Perbandingan ligan dan logam yang diperoleh dengan membuat absorbansi sebagai fungsi dari fraksi mol 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**). Setiap larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum kompleks. Dibuat kurva dan garis singgung antara fraksi mol terhadap absorbansi sehingga akan diperoleh rumus kompleks.

3.3.3 Sintesis Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (4)

Sintesis Kompleks Cu(II) berdasarkan metode penelitian Kou dkk.(2014). Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (4) (0,1705 g; 0,5 mmol) dimasukkan ke dalam gelas beaker dan dilarutkan dengan 40 mL etanol. Sumber ion logam Cu(II) berasal dari padatan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0,0426 gram; 0,25 mmol). Campuran diaduk dengan kecepatan 400 rpm pada suhu 70 °C. Pengadukan dilanjutkan selama 1 hari. Larutan didiamkan pada temperatur ruang dan ditutup dengan aluminium foil. Kompleks selanjutnya disaring, dikeringkan dan dikarakterisasi lebih lanjut.

3.4 Analisis Komposisi Kompleks

3.4.1 Analisis dengan Spektrofotometer UV-Vis

Analisis Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum kompleks. Logam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan kompleks Cu(II)-2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dilarutkan dalam aseton. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 300-800 nm.

3.4.2 Analisis dengan FTIR

Karakterisasi kompleks hasil sintesis dengan spektrofotometer inframerah bertujuan untuk mengamati gugus fungsi pada spektrum inframerah. Spektrofotometer inframerah yang digunakan ialah spektrofotometer SHIMADZU FTIR 8400S. Pengukuran dilakukan dengan pembuatan pelet, 10mg cuplikan dicampur dengan 100 mg KBr, kemudian dimasukkan ke dalam press holder, ditekan beberapa saat hingga ketebalan 0,05 mm. Pelet tersebut selanjutnya diukur spektranya pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

3.4.3 Analisis dengan CHN Analyzer

Kompleks sebanyak 2,69 mg ditempatkan pada aluminium foil dan dimasukkan dalam plat berlubang untuk dilakukan pembakaran dengan gas oksigen. Alat mikro unsur selanjutnya dijalankan dan komposisi unsur C, H, N yang terkandung pada senyawa dapat diidentifikasi.

3.4.4 Analisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometer serapan atom digunakan untuk mengetahui kandungan ion logam Cu(II) dalam padatan kristal kompleks. Larutan standar Cu(II) 100 ppm disiapkan dengan menimbang 0,0269 gram $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dalam aquades hingga tanda batas pada labu ukur 100 mL. Larutan induk kemudian diencerkan dan ditambah dengan 2 mL H_2SO_4 pekat 5 M sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 2, 4, 6, dan 8 ppm yang siap diukur.

Larutan kompleks 100 ppm disiapkan dengan menimbang 0,0051 gram cuplikan dan dilarutkan dalam aquades hingga tanda batas labu ukur 50 mL. Larutan induk kemudian diencerkan dan ditambah dengan 2 mL HNO_3 pekat 5 M. Larutan induk diencerkan sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 8 ppm yang siap diukur.

3.4.5 Analisis dengan TGA

Analisis TGA dilakukan dengan massa cuplikan 0,0064 gram yang diletakkan pada cawan platina pada keadaan *inert* dibawah gas N_2 . Analisis TGA dilakukan pada suhu 20-600 °C dengan rentang kenaikan suhu sebesar 10 °C per menit.

3.5 Uji Toksisitas Metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

Uji toksisitas berdasarkan metode penelitian Lisdawati dkk. (2006). Larutan uji dengan pelarut etanol dibuat pada konsentrasi 62,5 ppm, 125 ppm, 250 ppm, 500 ppm, dan 1000 ppm diambil masing-masing sebanyak 0,5 μL dan dimasukkan kedalam *micro-well plate* yang berbeda. Air laut sebanyak 0,5 μL yang sudah berisi dengan 10 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.

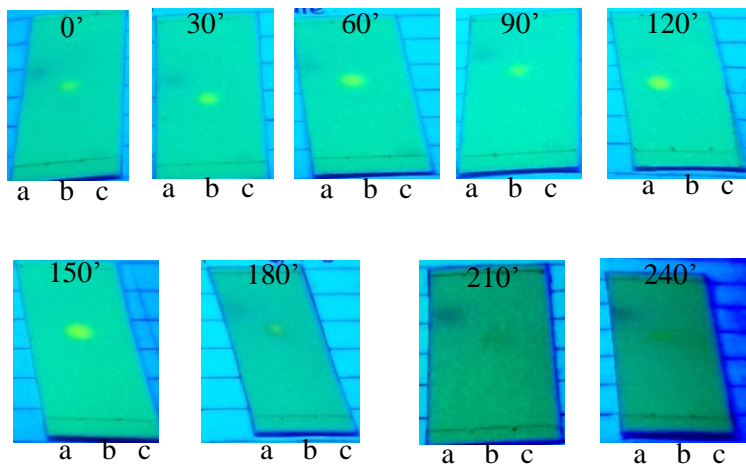
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan sintesis ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) yang selanjutnya direaksikan dengan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ menjadi senyawa kompleks. Ligan (4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FTIR dan Spektrometer ^1H NMR. Senyawa kompleks yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis, FTIR, CHN *Analyzer*, Spektrofotometer Serapan Atom, dan TGA/DTA. Uji toksisitas yang digunakan adalah *Brine Shrimp Lethality Test*.

4.1 Sintesis Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (4**)**

Senyawa 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) digunakan sebagai ligan senyawa kompleks dengan logam Cu(II). Sintesis 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) berdasarkan metode yang telah dilaporkan oleh Jain dan kawan-kawan pada tahun 2010. Benzil sebagai prekursor dan amonium asetat sumber nitrogen untuk membentuk cincin imidazol, dilarutkan dalam asam asetat glasial kemudian dimasukkan dalam labu bundar. 4-nitro-benzaldehid sebagai tambahan substituen yang terikat pada cincin imidazol. Senyawa 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) terbentuk sempurna pada menit ke-240, ini terlihat pada hasil monitoring KLT selama reaksi (Gambar 4.1). Campuran didinginkan pada suhu kamar kemudian dituangkan ke dalam penangas es, endapan yang terbentuk disaring (Gambar 4.2) dan direkrystalisasi dengan etil asetat. Rendemen ligan yang didapatkan sebesar 77,14 % (Lampiran 1).



Keterangan :

a : Benzil

b : Produk

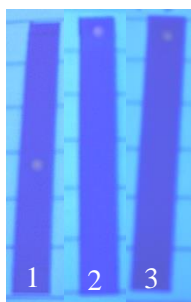
c : 4-nitrobenzaldehyd

Gambar 4.1 Hasil Monitoring KLT Sintesis Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**)



Gambar 4.2 Hasil Endapan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**)

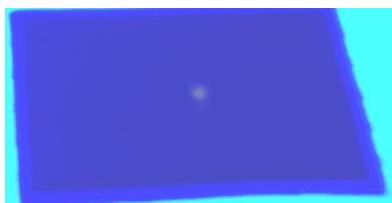
Kemurnian ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) dapat dilihat dari uji titik leleh sebesar 149 °C. Kemurnian senyawa juga dapat dilihat dari uji 3 eluen dan 2D menggunakan KLT. Eluen yang digunakan yaitu *n*-Heksana:Metilen klorida = 3:2, *n*-Heksana:Etil asetat = 3:1, Metilen klorida:Etil asetat = 4:1. Hasil uji 3 eluen terlihat pada Gambar 4.3. Hasil uji KLT 2D terlihat pada Gambar 4.4.



Keterangan :

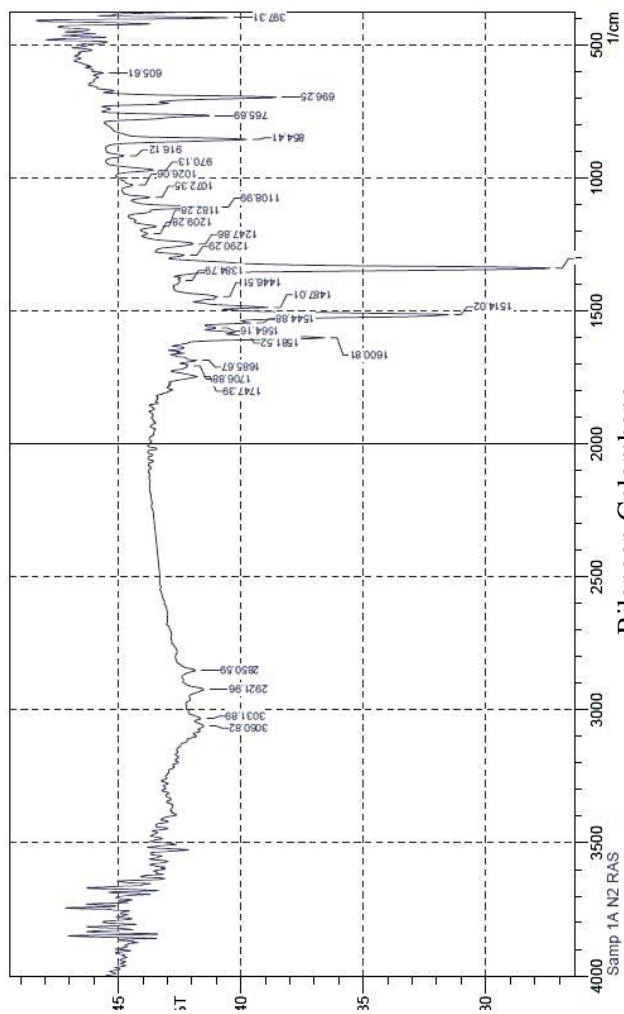
1. *n*-Heksana:Metilen klorida = 3:2
2. *n*-Heksana:Etil asetat = 3:1
3. Metilen klorida:Etil asetat = 4:1

Gambar 4.3 Hasil KLT Kemurnian Ligan dengan 3 Eluen



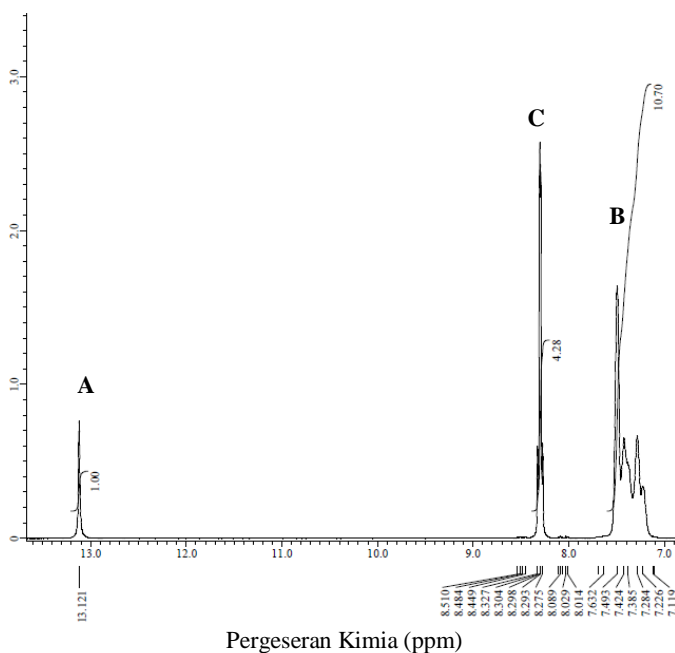
Gambar 4.4 Hasil KLT 2D Kemurnian Ligan

Noda tunggal pada plat KLT uji 3 eluen atau 2D dan uji titik leleh menunjukkan bahwa ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) sudah murni. Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR dan Spektrometer ¹H NMR.



Bilangan Gelombang
Gambar 4.5 Spektrum FTIR Ligan 2-(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol
(4)

Pada Gambar 4.5 tidak terlihat adanya puncak tajam pada 1670-1780 cm^{-1} dari ikatan C=O menandakan tidak ada benzil yang tersisa atau bereaksi sempurna. Adanya atom nitrogen ditunjukkan puncak 1685,67 cm^{-1} dan 1108,99 cm^{-1} merupakan ikatan C=N dan C-N pada cincin imidazol. Puncak 3060,62 dan 3031,89 cm^{-1} merupakan ikatan C-H *stretching* cincin aromatik. Bilangan gelombang 1514,02 cm^{-1} merupakan ikatan C=C aromatik. Adanya NO_2 yang terikat pada gugus aromatik ditunjukkan pada bilangan gelombang 1384,79 cm^{-1} (Jain dkk., 2010).

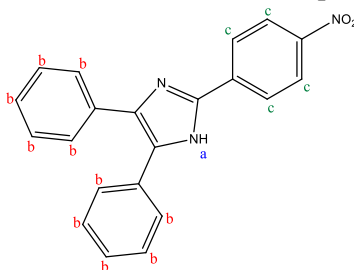


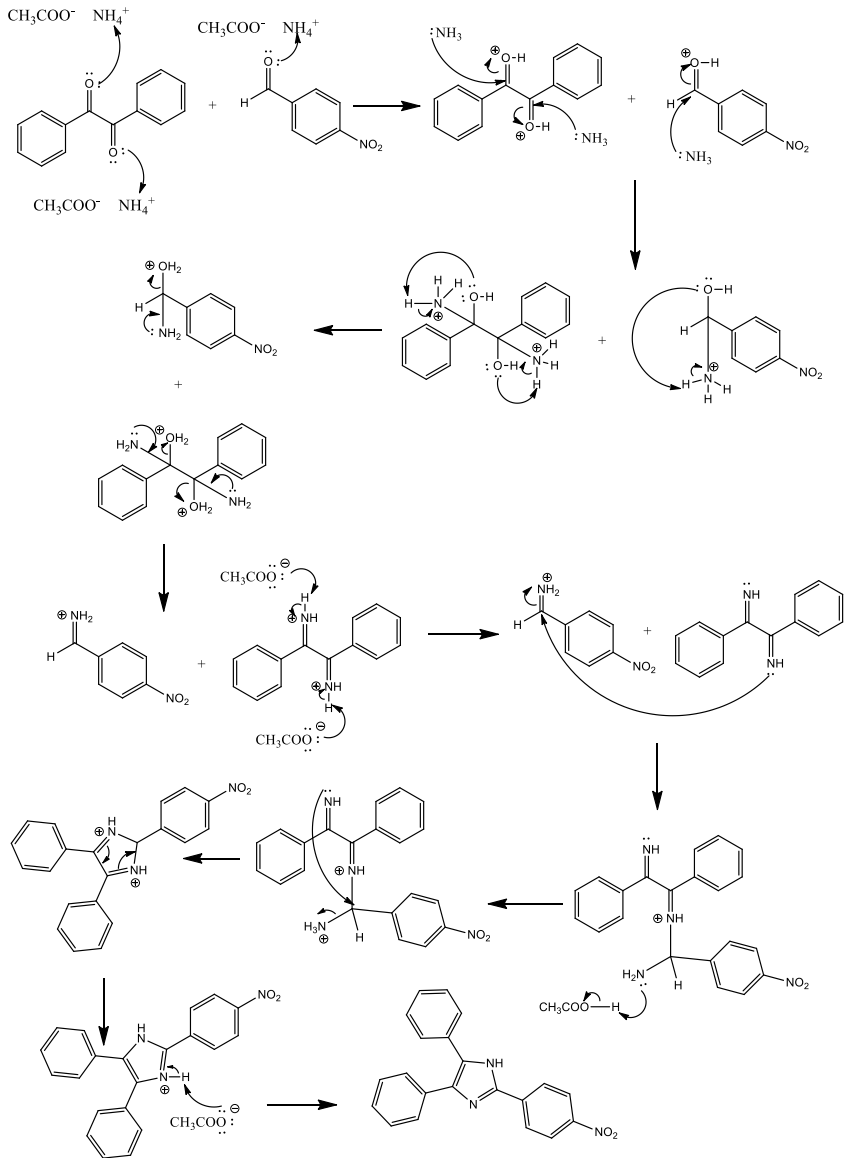
Gambar 4.6 Spektrum ^1H NMR Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**)

Tabel 4.1 Pergeseran Kimia ^1H NMR 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol (**4**)

No. Proton	Proton	δ_{H} (ppm)	δ_{H} (ppm) (Jain dkk., 2010)
A	N-H	13,12 (s, 1H)	12,9 (s, 1H)
B	Ar-H	7,22-7,49 (m, 10H)	7,22-7,74 (m, 12H);
C		8,27-8,32 (m, 4H)	8,12 (d, 2H)

Pada Tabel 4.1 identifikasi ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol (**4**) menggunakan spektrometer ^1H NMR dalam pelarut DMSO menghasilkan spektrum ^1H pada Gambar 4.6 yang menunjukkan adanya 3 kelompok sinyal proton dengan jumlah 15 proton. Sinyal pertama berupa singlet pada pergeseran kimia 13,12 ppm merupakan sinyal proton yang dimiliki N-H. Sinyal ini muncul pada daerah *downfield* karena terikat langsung dengan atom nitrogen karena memiliki elektronegatifitas yang tinggi. Sinyal kedua berupa multiplet pada pergeseran kimia 7,22-7,49 ppm merupakan sinyal proton yang dimiliki oleh dua gugus fenil. Sinyal ketiga berupa multiplet pada pergeseran kimia 8,27-8,32 ppm merupakan sinyal proton yang dimiliki oleh gugus 4-nitrofenil. Usulan struktur 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol (**4**) pada Gambar 4.7. Mekanisme reaksi pembentukan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol (**4**) seperti yang terlihat pada Gambar 4.8.

Gambar 4.7 Usulan Struktur Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol (**4**)



Gambar 4.8 Usulan Mekanisme Reaksi Ligan 2-(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol (4) (Maleki dkk., 2012)

4.2 Sintesis Kompleks Cu(II)

4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Analisis Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum kompleks. Logam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) dilarutkan dalam etanol. Pengukuran dilakukan dengan perbandingan mol logam : mol ligan yaitu 1:1, 1:2, dan 1:3. Panjang gelombang maksimum yang didapatkan adalah 386 nm pada perbandingan logam : ligan 1:2 terlihat pada Tabel 4.2 :

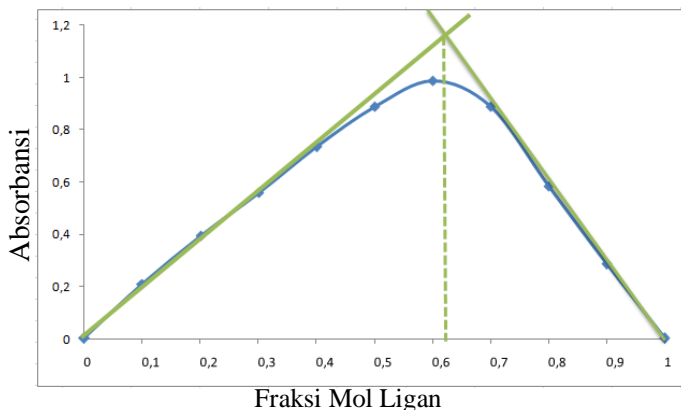
Tabel 4.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Perbandingan	Absorbansi	Panjang Gelombang (nm)
1 : 1	0,536	381
1 : 2	0,955	386
1 : 3	0,490	374

4.2.2 Penentuan Perbandingan Logam-Ligan

Penentuan perbandingan logam-ligan menggunakan metode variasi kontinyu. Metode ini dilakukan dengan cara mereaksikan larutan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,01M dan larutan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) 0,01M dalam beberapa variasi perbandingan fraksi mol. Perbandingan fraksi mol yang digunakan adalah 0:10, 1:9, 2:8, 3:7, 4:6, 5:5, 6:4, 7:3, 8:2, 9:1, 10:0. Setiap variasi larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum pada 386 nm.

Gambar 4.9 menunjukkan hasil metode variasi kontinyu dari kompleks $\text{Cu(II)-2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol}$. Sumbu x pada grafik merupakan fraksi mol ligan dan sumbu y merupakan absorbansi. Perpotongan garis terjadi pada titik fraksi mol ligan 0,62 berarti perbandingan mol logam dan ligan adalah 1:2. Sesuai dengan pembentukan kompleks Cu(DNPI)_2 (Kou dkk., 2014).



Gambar 4.9 Grafik Metode Variasi Kontinyu Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**)

4.2.3 Sintesis Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**)

Sintesis kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) dilakukan dengan perbandingan logam ligan 1:2 ini sesuai dengan metode yang dilaporkan oleh Kou dkk.(2014). Perbandingan ini dilakukan sesuai dengan metode variasi kontinyu yang telah dilakukan sebelumnya. Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dan Sumber ion logam Cu(II) berasal dari padatan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam etanol. Sumber ion logam dipilih $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ karena Cl^- mudah digantikan dengan ligan. Pelarut yang digunakan adalah etanol, karena logam dan ligan larut sempurna dalam etanol dan etanol mudah menguap. Larutan dimasukkan dalam labu bundar dan diaduk pada suhu 70 °C (Gambar 4.10).



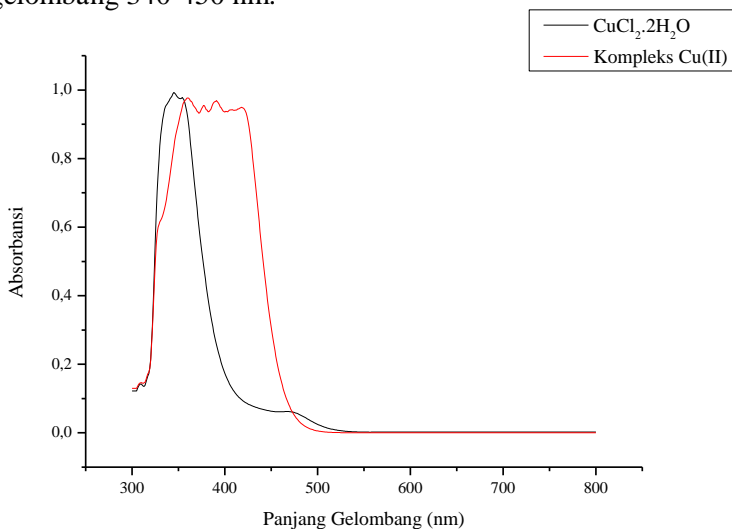
Gambar 4.10 Proses Sintesis Kompleks Cu(II)

Pada Gambar 4.11 merupakan tampilan fisik kompleks. Kristal kompleks berwarna oranye dan berbentuk jarum dengan panjang 1,381 mm dan lebar 0,158 mm. Rendemen kompleks yang didapatkan sebesar 63,58 % (Lampiran 2).

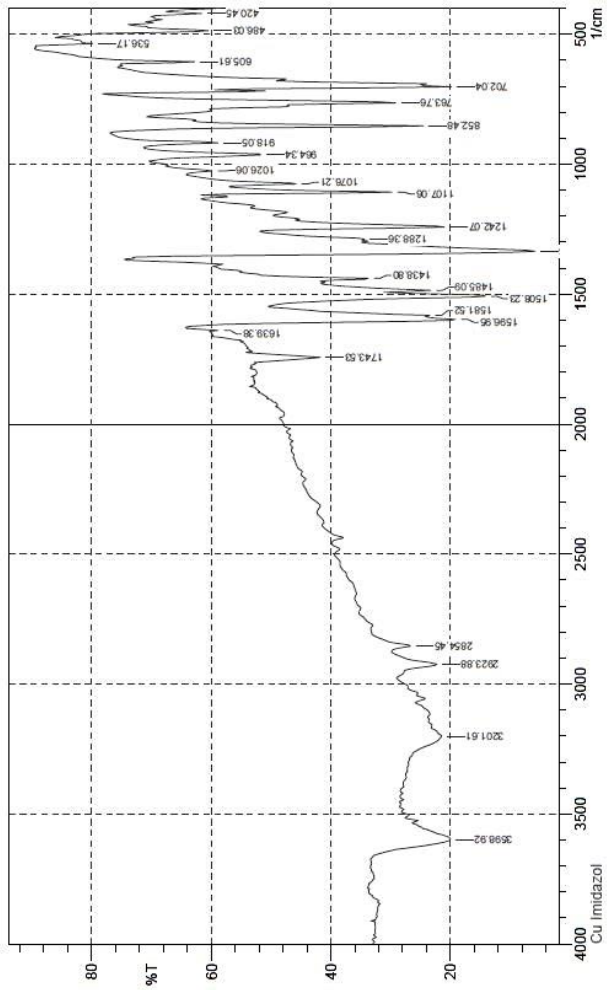


Gambar 4.11 (a) Tampilan Fisik Kompleks Cu(II)- 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol; (b) Tampilan Fisik Kompleks Cu(II)-2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dengan Foto Mikroskop Perbesaran 40 Kali

Kompleks yang didapatkan selanjutnya dikarakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis, FTIR, dan analisis komposisi kompleks. Pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang antara sumber ion logam dengan kompleks. Pelarut yang digunakan adalah aseton. Kompleks Cu(II)- 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol dan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ larut sempurna dalam aseton. Panjang gelombang maksimum sumber ion logam 346 nm dan kompleks Cu(II)-2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol 390 nm (Gambar 4.12). Senyawa kompleks Cu(DNPI)₂ diukur menggunakan UV-Vis dengan pelarut DMF muncul pada panjang gelombang 410 nm (Kou dkk., 2014). Warna kompleks yang dipantulkan adalah kuning dan yang diserap adalah ungu berada pada panjang gelombang 340-450 nm.



Gambar 4.12 Grafik Panjang Gelombang Maksimum $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan Kompleks Cu(II)



Bilangan Gelombang
Gambar 4.5 Spektrum FTIR Kompleks Cu(II)-2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol

Pada Gambar 4.13 muncul puncak pada daerah 3201,61 cm^{-1} merupakan ikatan C-H *stretching* cincin aromatik. Ikatan C=C aromatik ditunjukkan pada daerah 1508,23 cm^{-1} dan 1596,95 cm^{-1} . Ikatan NO_2 dengan cincin aromatik muncul pada daerah 1334,65 cm^{-1} . Puncak *out of plane* dari cincin aromatik muncul pada bilangan gelombang 702,04 cm^{-1} dan 852,48 cm^{-1} . Ikatan Cu-O ditunjukkan pada bilangan gelombang 964,34 cm^{-1} dan ikatan Cu-N pada bilangan gelombang 486,03 cm^{-1} (Kou dkk., 2014).

4.3 Analisis Komposisi Kompleks

4.3.1 Analisis CHN Analyzer

Senyawa kompleks yang dihasilkan dianalisis menggunakan CHN Analyzer untuk mengetahui komposisi dari atom karbon, nitrogen, dan hidrogen yang terkandung dalam senyawa kompleks tersebut. Berikut ini adalah data hasil perbandingan teoritis dan eksperimen pada Tabel 4.3 :

Tabel 4.3 Perbandingan Teoritis dan Eksperimen Komposisi C, H, dan N

Rumus Molekul	Mr	C(%)	H(%)	N(%)
Sampel		64,89	4,48	10,55
$[\text{CuL}_2]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	835,22	60,34	3,83	10,05
$[\text{CuL}_2]\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	853,22	59,07	3,98	9,84
$[\text{CuL}_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$	762,22	66,12	3,93	11,02
$[\text{CuL}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	780,22	64,59	4,10	10,78

$\text{L} = 2(4\text{-nitrofenil})\text{-}4,5\text{-difenil-}1H\text{-imidazol}$

Hasil analisa menggunakan CHN Analyzer digunakan untuk menentukan formula dan struktur kompleks yang telah disintesis. Perhitungan teoritis dan eksperimen menunjukkan rumus molekul yang paling mendekati adalah $[\text{CuL}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Perhitungan secara teori dapat dilihat pada Lampiran 5.

4.3.2 Analisis Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Senyawa kompleks yang dihasilkan dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom untuk mengetahui kadar ion logam Cu(II) yang terkandung dalam senyawa kompleks tersebut. Hasil analisa SSA dibandingkan dengan hasil analisa CHN *Analyzer* untuk memperkuat formula dan struktur kompleks yang telah disintesis. Berikut ini adalah data hasil perbandingan teoritis dan eksperimen pada Tabel 4.4 :

Tabel 4.4 Perbandingan Teoritis dan Eksperimen Komposisi C, H, N, dan Cu

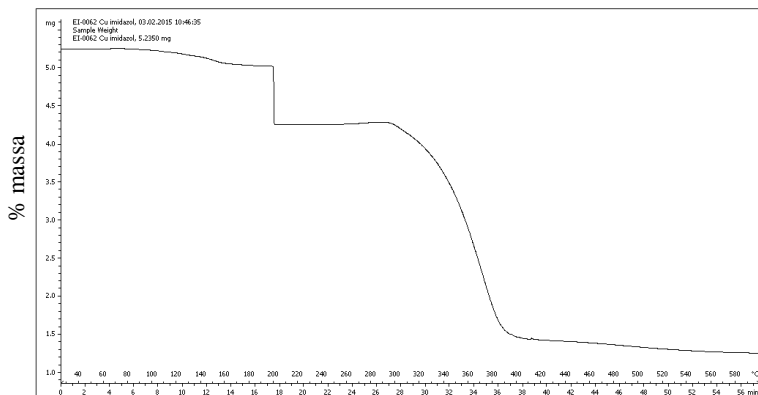
Rumus Molekul	Mr	C(%)	H(%)	N(%)	Cu(%)
Sampel		64,89	4,48	10,55	7,52
[CuL ₂]Cl ₂ ·H ₂ O	835,22	60,34	3,83	10,05	7,60
[CuL ₂]Cl ₂ ·2H ₂ O	853,22	59,07	3,98	9,84	7,44
[CuL ₂]·H ₂ O	762,22	66,12	3,93	11,02	8,33
[CuL ₂]·2H ₂ O	780,22	64,59	4,10	10,78	8,13

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

Perhitungan teoritis dan eksperimen yang paling mendekati adalah [CuL₂]·2H₂O. Struktur kompleks tersebut sesuai dengan perhitungan dari CHN *Analyzer*. Perhitungan secara eksperimen analisis SSA dapat dilihat pada Lampiran 7.

4.3.3 Analisis TGA

Termogravimetri adalah teknik untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu. Metode TGA yang cepat dan akurat digunakan untuk mempelajari reaksi-reaksi dekomposisi secara isothermal (Christina, 2006). Hasil analisis kompleks Cu(II) dengan ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol ditunjukkan pada Gambar. Analisis TGA dilakukan pada suhu 20-600 °C dengan rentang kenaikan suhu sebesar 10 °C per menit. Massa awal sampel sebesar 5,2350 mg.



Gambar 4.14 Hasil Analisis TGA Kompleks Cu(II)

Kurva TGA pada Gambar 4.14 menunjukkan penurunan massa pada suhu 131-146°C. Pada suhu tersebut terjadi dekomposisi 4,33 % diperidiksi hilangnya dua air kristal. Pada suhu 196-197°C terjadi dekomposisi sebesar 14,24 %. Pada penurunan massa tersebut diperidiksi massa yang hilang adalah gugus fenil yang terikat pada ligan. Dekomposisi 57,78 % terjadi pada suhu 275-373 °C. Pada penurunan massa tersebut diperidiksi struktur ligan mulai rusak dengan hilangnya dua ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol. Residu sebesar 23,72% diperidiksi adalah CuO_4N_4 (Li dkk., 2015).

4.4 Uji Toksisitas BSLT

Brine Shrimp Lethality Test salah satu metode awal yang digunakan untuk mengamati toksisitas senyawa. Metode ini diuji terhadap tingkat mortalitas larva udang *Artemia salina* yang disebabkan oleh ekstrak uji. Hasil yang diperoleh dihitung sebagai nilai LC_{50} (*letal concentration*) ekstrak uji, yaitu jumlah dosis atau konsentrasi ekstrak uji yang dapat menyebabkan kematian larva udang sejumlah 50% setelah masa inkubasi 24 jam (Lisdawati dkk., 2006).

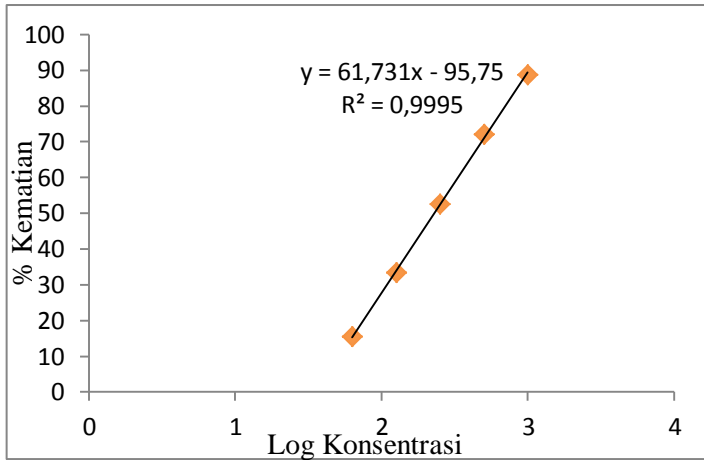
Nilai LC_{50} menyatakan sifat toksisitas dari senyawa uji. Presentase data kematian larva artemia digunakan untuk menghitung harga LC_{50} . Apabila harga $LC_{50} < 1000$ ppm maka senyawa dapat dikatakan toksik untuk ekstrak senyawa. Apabila pengujian dengan larva artemia menghasilkan harga $LC_{50} < 200$ ppm pada senyawa murni dapat dikatakan toksik maka dilanjutkan dengan pengujian antikanker menggunakan biakan sel kanker (Meyer dkk., 1982).

Pada penelitian ini digunakan variasi konsentrasi 62,5 ppm, 125 ppm, 250 ppm, 500 ppm, dan 1000 ppm yang masing-masing konsentrasi dilakukan tiga kali pengulangan. Data jumlah kematian larva udang *Artemia salina* terlihat pada Tabel 4.5 :

Tabel 4.5 Data Kematian Uji Toksisitas BSLT

Konsentrasi (K) ppm	Log K	Mati	Hidup	AM	AH	% Kematian
62,5	1,8	13	17	13	71	15,47
125	2,1	14	16	27	54	33,33
250	2,4	15	15	42	38	52,50
500	2,7	17	13	59	23	71,95
1000	3	20	10	79	10	88,76

Gambar 4.15 menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi larutan uji maka kematian pada larva udang *Artemia salina* semakin besar. Tabel 4.5 menjelaskan kematian 50% larva udang *Artemia salina* terjadi pada konsentrasi 125-250 ppm. Nilai tersebut didapatkan dari perhitungan menggunakan persamaan regresi linear berdasarkan grafik pada Gambar 4.15 sehingga nilai LC_{50} yang diperoleh adalah 229,66 ppm (perhitungan selengkapnya pada Lampiran 9).



Gambar 4.15 Grafik Hasil Uji Toksisitas BSLT

Nilai LC_{50} yang didapatkan lebih tinggi daripada 200 ppm maka kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol tidak toksik. Nilai LC_{50} kompleks Cu(II) lebih tinggi daripada senyawa kompleks $[Zn(H_2dipic, dipic)Zn_2(10H_2O)]Cl_4 \cdot 5H_2O$ sebesar 989,26 ppm dan senyawa $[Zn(H_2dipic)_2Zn(H_2O)_5]Cl_4 \cdot 2H_2O$ sebesar 503,32 ppm (Martak dan Tia, 2014).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**4**) yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FTIR dan Spektrometer ¹H NMR. Kompleks Cu(II) yang dihasilkan memiliki perbandingan mol logam-ligan 1:2. Rumus molekul senyawa kompleks yang dihasilkan adalah [Cu(C₂₁H₁₄N₂NO₂)₂].2H₂O berdasarkan data karakterisasi dan analisis kompleks menggunakan Spektrofotometer UV-Vis, FTIR, SSA, analisis CHN *Analyzer* dan analisis TGA. Uji toksisitas senyawa kompleks Cu(II) dengan metode BSLT menghasilkan nilai LC₅₀ sebesar 229,66 ppm.

5.2 Saran

Senyawa Kompleks Cu(II) perlu diteliti lebih lanjut menggunakan X-Ray Difraksi Kristal Tunggal agar memperkuat prediksi struktur yang didapatkan dari penelitian ini dan dilakukan uji lebih lanjut dengan sel kanker.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Alkahtani, H. M., Abdullahi Y. A., and Shudong W. (2012). Synthesis and biological evaluation of benzo[d]imidazole derivatives as potential anti-cancer agents. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, **22**, 1317-1321.
- Christina, P. M. (2006). *Instrumentasi Kimia I*. STTN-BATAN, Yogyakarta.
- Gadekar, L. S., Shivshankar R. M., Santosh S. K., Balasaheb R. A., and Machhindra K. L. (2009). Scolecite as an efficient heterogeneous catalyst for the synthesis of 2,4,5-triarylimidazoles. *Central European Journal of Chemistry*, **3**, 550-554.
- Garry, D. C. (1971). *Analytical Chemistry 2nd Edition*. John Wileys & Sons, New York.
- Haque, R. A., Mohammed Z. G., Abbas W. S., Srinivasa B., Mohamed B. K. A., and Amin M.S. (2012). Ag(I)-N-heterocyclic carbene complexes of N-allyl substituted imidazol-2-ylidenes with ortho-, meta- and para-xylyl spacers: Synthesis, crystal structures and in vitro anticancer studies. *Inorganic Chemistry Communications*, **22**, 113-119.
- Hofman, K. (1953). *Imidazole and Its Derivatives*. Interscience Publisher Ltd, London.
- Hostettman, K., M. Hostettman, and A. Marston. (1986). *Preparative Chromatography Techniques*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Inggris.

- Jahro, I. S., Djulia O., Ismunandar, dan Susanto I. R.. (2007). *Kajian Mekanisme Reaksi Kompleks Multi Inti Fe(II)-Mn(II)-Cr(II)I Dengan Ligan Ion Oksalat Dan 2,(2'-pyridyl)quinoline Dalam Pelarut Metanol dan Air*. ITB press, Bandung.
- Jain, A. K., V Ravichandran, Madhvi S., and R.K Agrawal. (2010). Synthesis and Antibacterial Evaluation of 2-substituted-4,5-diphenyl-N-alkyl imidazole Derivatives. *Asian Pacific Journal of Tropical Medicine* , 471-474.
- Khabnadideh, S., Z. Rezaei, A. Khalafi-Nezhad, R. Bahrinajafi, R. Mohamadi and A. A. Farrokhrooz. (2003). Synthesis of N-Alkylated Derivatives of Imidazole as Antibacterial Agents. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters* , **13**, 2863-2865.
- Khopkar, S. M. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI Press, Jakarta.
- Kou, S., Guodong T., Tingting Tang, Yu Zhang, and Yinglin Song. (2014). Synthesis, characterization and theoretical investigation of the structure, electronic properties and third-order optical nonlinearity of $M(\text{dnpi})_2$ ($M = \text{Cu}^{2+}$, Co^{2+} and Pb^{2+} ; $\text{dnpi} = 4,5\text{-diphenyl-2-(4-nitrophenyl)-1H-imidazole}$). *Dyes and Pigments* , **104**, 102-109.
- Li, K., Guodong Tang, ShanShan Kou, Lance F. Culnane, Yu Zhan, Yinglin Song, Rongqing Li, and Changmei Wei. (2015). Synthesis, Characterization and Theoretical Investigations of The Structure, Electronic Properties and third-order nonlinearity optics of $M(\text{DPIP})_2$. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* , **139**, 54-62.
- Lisdawati, V., Sumali Wiryowidagdo, dan L. Broto S. Kardono. (2006). *Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) Dari*

- Berbagai Fraksi Ekstrak Daging Buah Dan Kulit Biji Mahkota Dewa. *Bul. Penel. Kesehatan* , **34**, 111-118.
- Maleki, B., Hossein K. S., Fereshteh T., and Elahe A. (2012). Sulfuric Acid Immobilized on Silica Gel as Highly Efficient and Heterogeneous Catalyst for the One-Pot Synthesis of 2,4,5-Triaryl-1*H*-imidazoles. *International Journal of Organic Chemistry* , **2**, 93-99.
- Martak, F. and Tia Ayu C. (2014). Synthesis and Toxicity Test of Zinc(II) Pyridine-2,6-Dicarboxylate Complexes. *IPTEK, The Journal for Technology and Science* , **25**, 13-17.
- McMurry, J. (1999). *Organic Chemistry. 8th ed.* Brooks/Cole, United State of America.
- Mei Jin, Q., Yi Lua., Jian Lin Jin., Hao Guo., Guo-Wu Lin., Yue Wang., and Tao Lu. (2014). Synthesis, Characterization, DNA Binding Ability and Cytotoxicity of The Novel Platinum(II), Copper(II), Cobalt(II) and Nickel(II) Complexes with 3-(1*H*-benzo[d]imidazol-2-yl)-b-carboline. *Inorganica Chimica Acta* , **421**, 91-99.
- Meyer, B. N., N. R. Ferrigini, J. E. Putnam, L.B. Jacobsen, D. E. Nichols and J. L. McLaughlin. (1982). Brine Shrimp : A Convenient General Bioassay for Active Plant Constituents. *Journal of Medicinal Plant Research* , **45**, 31-34.
- Padmawinata, K. (1991). *Pengantar Kromatografi Edisi Kedua.* ITB Press, Bandung.
- Pertiwi, D., Frengki, dan Roslizawaty. (2014). Uji Toksisitas Ekstrak Etanol Sarang Semut Lokal Aceh (*Mymercodia*

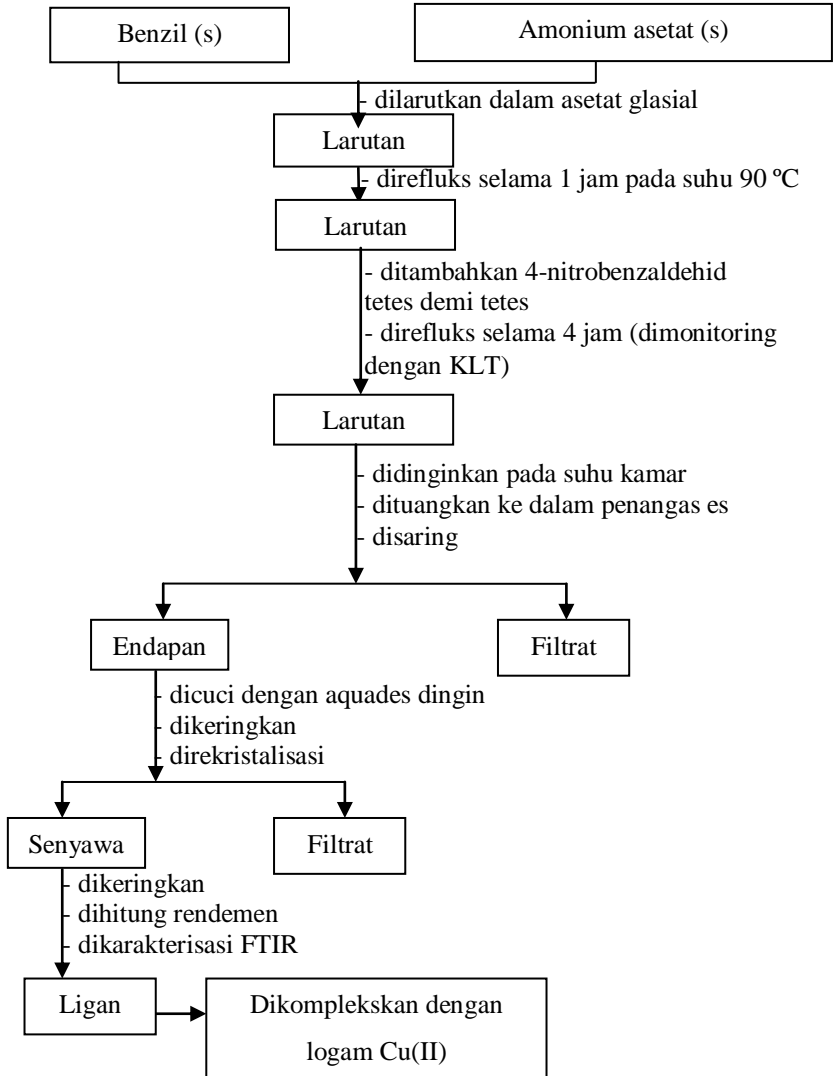
- Sp.) dengan Metode BSLT terhadap Larva *Artemia salina*. *Jurnal Medika Veterinaria* , **8**.
- Rehman, S., Muhammad I., Sadia Rehman, Alia Faiz and Shahnawaz. (2010). Synthesis, Characterization And Antimicrobial Studies Of Transition Metal Complexes Of Imidazole Derivative. *Bull. Chem. Soc. Ethiop.* , **24**, 201-207.
- Saito, T. (1996). *Inorganic Chemistry*. Iwanami Shoten Publisher, Tokyo.
- Sastrohamidjojo, H. (2005). *Kromatografi*. Liberty, Yogyakarta.
- Shalini, K., Pramod Kumar S., and Nitin K. (2010). Imidazole and its biological activities: A review. *Der Chemica Sinica* , **3**, 36-47.
- Shelke, K., G. Kakade, B. Shingate, and M. Shingare. (2008). Microwave-Induced One-Pot Synthesis Of 2,4,5-Triarylimidazoles Using Glyoxylic Acid As A Catalyst Under Solvent-Free Conditions. *Rasayan J. Chem* , **1**, 489-494.
- Skoog. D. A., Donald M. West, F. James Holler, and Stanley R. Crouch,. (2000). *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Brooks Cole.
- Solomon, T. W. and Fryhle, C. (2011). *Organic Chemistry (10th ed.)*. John Willey & Sons Ltd, United State of America.
- Taile, V. S., Kishor M. H., Vikas D. Umare, and Vishwas N. I. (2010). Synthesis of 2-Aryl-4,5-diphenyl-1-(N- β -D-glucopyranosyl)-imidazoles. *Macroheterocycles*, **3**, 157-160.

Thompson, M. (2008). CHNS Elemental Analyzer. *The Royal Society of Chemistry* , 4-5.

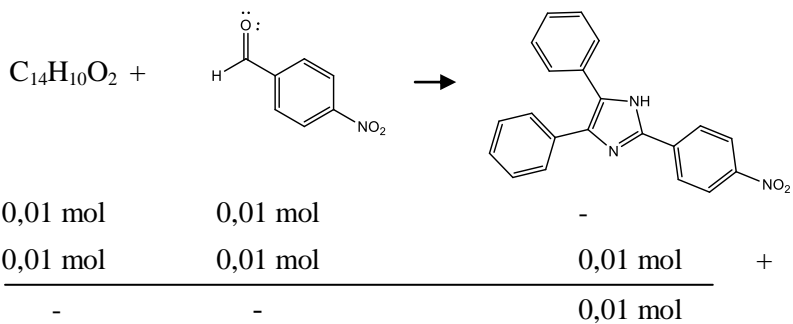
”Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN 1

SINTESIS 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol (4)



Perhitungan Rendemen Ligan



Massa teori ligan = mol ligan x Mr ligan

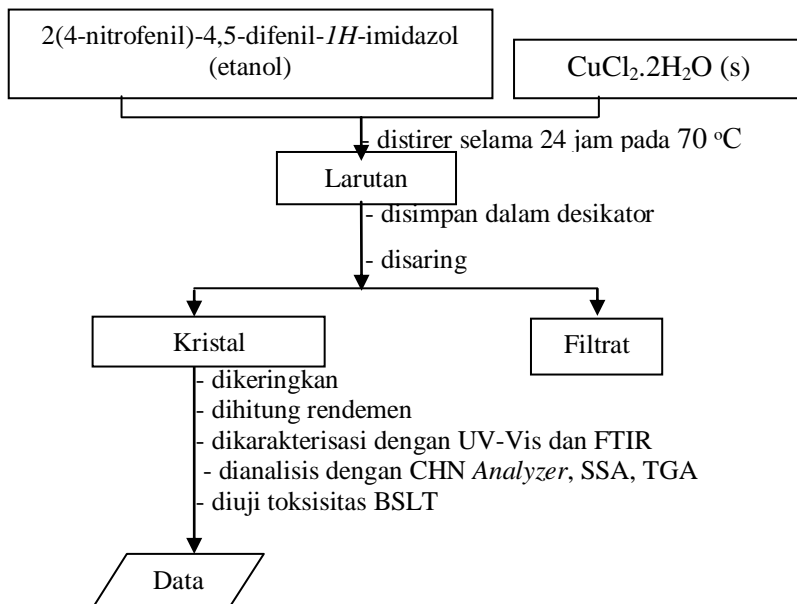
$$= 0,01 \text{ mol} \times 341,36 \text{ g/mol}$$

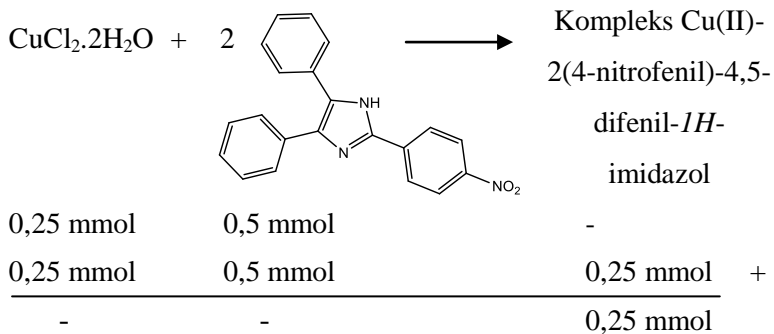
$$= 3,41 \text{ g}$$

Massa percobaan ligan = 2,6334 g

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{2,6334}{3,1436} \times 100\% = 77,14 \%$$

LAMPIRAN 2
SINTESIS KOMPLEKS [Cu(II)-2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-*1H*-imidazol]



Perhitungan Rendemen Kompleks

Massa teori kompleks = mol kompleks x Mr kompleks

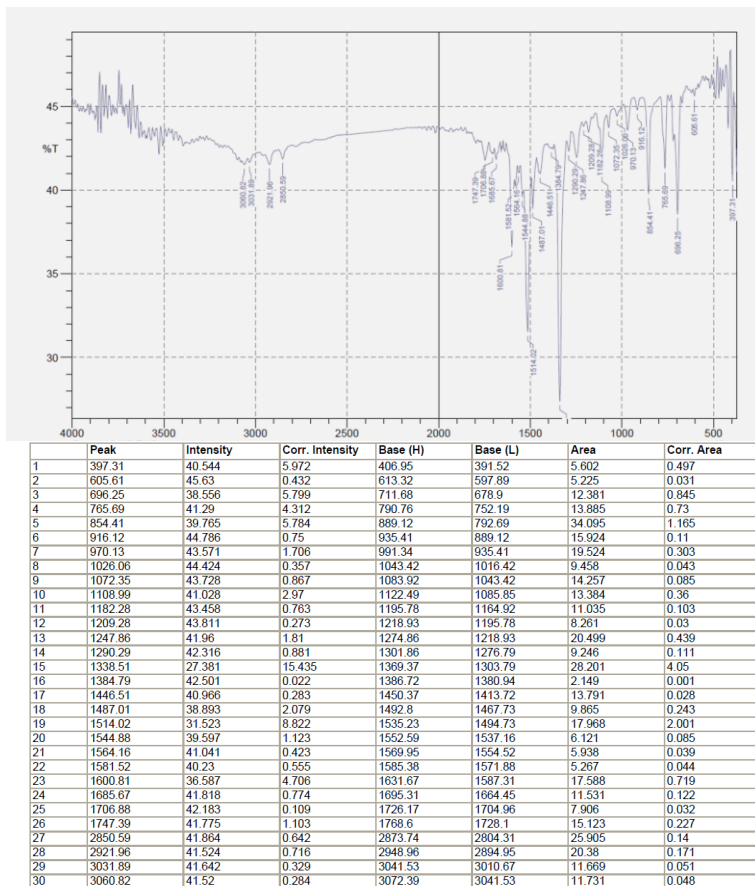
$$= 0,00025 \text{ mol} \times 780,22 \text{ g/mol}$$

$$= 0,1950 \text{ g}$$

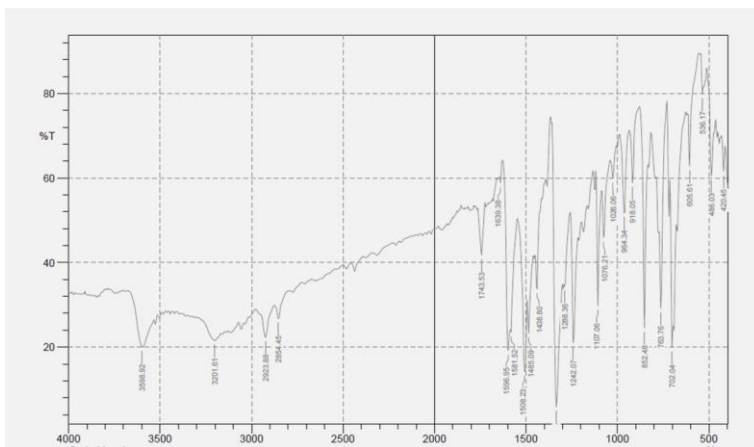
Massa percobaan ligan = 0,124 g

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{0,124}{0,1950} \times 100 \% = 63,58 \%$$

LAMPIRAN 3 SPEKTRUM FTIR



Gambar 1. Spektrum FTIR 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol (4)



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	420.45	61.541	7.049	432.03	412.74	3.509	0.38
2	486.03	60.449	14.836	513.03	474.46	5.309	1.142
3	536.17	79.845	8.701	543.89	513.03	2.516	0.756
4	605.61	62.763	15.152	617.18	555.46	6.274	0.982
5	702.04	19.898	32.558	709.76	678.9	16.095	7.072
6	763.76	29.153	24.093	771.47	732.9	10.897	2.991
7	852.48	24.519	43.22	875.62	837.05	11.486	5.047
8	918.05	58.839	14.303	937.34	879.48	8.825	1.27
9	964.34	51.72	19.042	987.49	937.34	10.136	2.615
10	1026.06	59.875	5.841	1041.49	1006.77	6.827	0.537
11	1076.21	45.885	12.916	1087.78	1041.49	11.686	1.573
12	1107.06	29.825	27.517	1114.78	1087.78	9.535	2.984
13	1242.07	21.005	28.187	1257.5	1218.93	18.057	5.783
14	1288.36	34.414	5.487	1299.93	1261.36	14.804	0.821
15	1334.65	5.893	48.368	1365.51	1303.79	38.239	19.425
16	1438.8	33.755	10.105	1446.51	1415.65	10.483	0.845
17	1485.09	23.319	10.342	1492.8	1461.94	15.134	1.62
18	1508.23	14.232	17.964	1546.8	1496.66	26.59	4.77
19	1581.52	23.498	3.571	1585.38	1550.66	14.563	0.185
20	1596.95	19.169	12.628	1627.81	1589.23	17.707	2.161
21	1639.38	58.811	2.465	1643.24	1627.81	3.239	0.061
22	1743.53	41.754	11.744	1762.82	1724.24	12.479	2.02
23	2854.45	26.752	3.963	2877.6	2788.88	45.601	1.126
24	2923.88	22.306	7.139	2977.89	2877.6	57.476	4.169
25	3201.61	21.518	2.747	3286.48	3166.9	74.802	2.747
26	3598.92	20.037	9.559	3676.07	3533.35	85.121	9.818

Gambar 2. Spektrum FTIR Kompleks Cu(II)-2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol

LAMPIRAN 5
PERHITUNGAN KADAR UNSUR DAN LOGAM PADA
KOMPLEKS SECARA TEORITIS

Rumus molekul senyawa kompleks yang diperoleh ialah $[\text{Cu}(\text{II})(2(4\text{-nitrofenil})\text{-}4,5\text{-difenil-}1H\text{-imidazol})_2].2\text{H}_2\text{O}$. Perhitungan persentase teoritis setiap unsur dilakukan dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\% \text{ unsur} = \frac{\text{jumlah unsur} \times \text{Ar unsur}}{\text{Mr senyawa}} \times 100\%$$

Untuk atom C, H, N, dan Cu :

$$\% \text{ C} = \frac{42 \times 12}{780,22} \times 100 \% = 64,59 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{32 \times 1}{780,22} \times 100 \% = 4,10 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{6 \times 14}{7780,22} \times 100 \% = 10,78 \%$$

$$\% \text{ Cu} = \frac{1 \times 63,5}{780,22} \times 100 \% = 8,13 \%$$

LAMPIRAN 6
ANALISIS UNSUR C, H, DAN N

Summary Results

	Sample name	Filename	Inj Date	Inj Time	Type	Weight (mg)	Protein Factor	Humidity %	AS	Vial	Nitrogen	Carbon	Hydrogen	Sulphur
71	Cu methylimidazole	Mac 132	18/03/2015	11:47	UNK	2.793	6.25	0			14.58302021	23.25789452	3.112509469	0
72	Mn imidazole	Mac 133	18/03/2015	11:59	UNK	2.098	6.25	0			11.56782955	70.30579376	4.325326252	0
73	Co imidazole	Mac 134	18/03/2015	12:11	UNK	2.443	6.25	0			11.55925465	70.30355743	4.535017149	0
74	Cu imidazole	Mac 135	18/03/2015	12:23	UNK	2.69	6.25	0			10.55925466	64.89197542	4.486186134	0

LAMPIRAN 7
PERHITUNGAN KADAR ION LOGAM DALAM
KOMPLEKS

Pembuatan larutan standart konsentrasi 100 mg/L :

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

b. Massa $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ =

$$100 \text{ mg/L} = \frac{\text{Ar Cu}}{\text{Mr CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \times \text{massa sampel}$$

$$100 \text{ mg/L} = \frac{63,5 \text{ g/mol}}{170,5 \text{ g/mol}} \times \text{massa sampel}$$

$$\text{massa sampel} = \frac{170,5 \times 100 \text{ mg/L}}{63,5}$$

$$\text{massa sampel} = \frac{268,50 \text{ mg}}{1000 \text{ ml}} \times 100 \text{ ml}$$

$$\text{massa sampel} = 26,850 \text{ mg}$$

$$\text{massa sampel} = 0,02685 \text{ g}$$

c. Pengenceran larutan standart konsentrasi 100 ppm menjadi 50 ppm :

$$\text{Konsentrasi 50 ppm} : V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

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

$$V_1 = 25 \text{ mL}$$

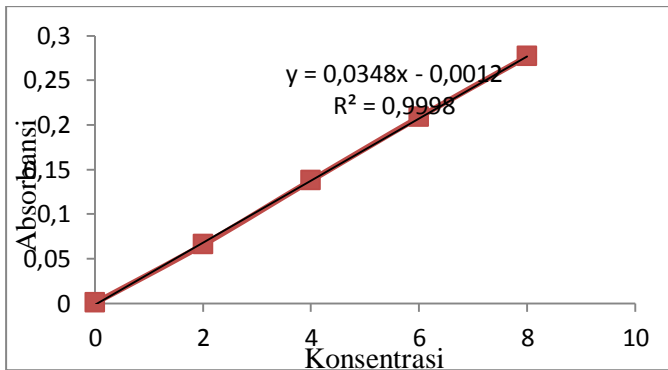
$$\text{Konsentrasi 8 ppm} : V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 50 = 50 \times 8$$

$$V_1 = 8 \text{ mL}$$

Tabel 1. Data absorbansi tembaga dalam larutan standart

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0,0004
2	0,0657
4	0,1378
6	0,2087
8	0,2765



Gambar 1. Kurva kalibrasi larutan standart

Tabel 2. Data absorbansi tembaga dalam cuplikan

Cuplikan	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
Sampel	0,7067	0,0212

Persamaan regresi linier :

$$y = ax + b$$

$$y = 0,034x - 0,001$$

Konsentrasi untuk cuplikan 1 :

$$y = 0,034x - 0,001$$

$$0,0212 = 0,034x - 0,001$$

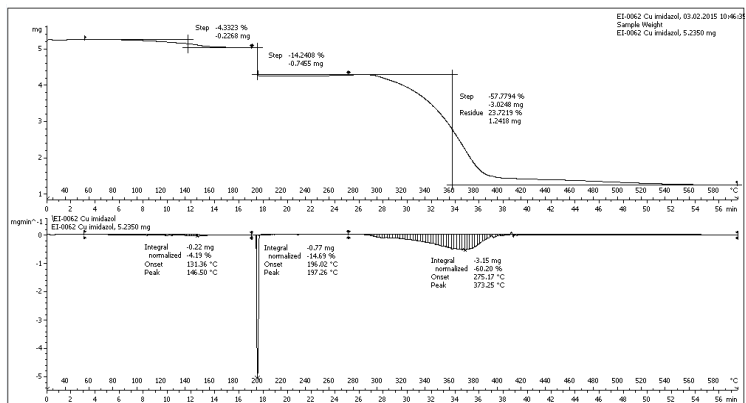
$$x = 0,6529$$

$$\text{mg sampel} = \frac{0,7067 \times 780,22 \times 0,005}{63,5} = 0,0434 \text{ mg}$$

Kadar (%) tembaga dalam sampel :

$$= \frac{0,6529 \times 0,005}{0,0434} \times 100 \% = 7,52 \%$$

LAMPIRAN 8 TGA KOMPLEKS



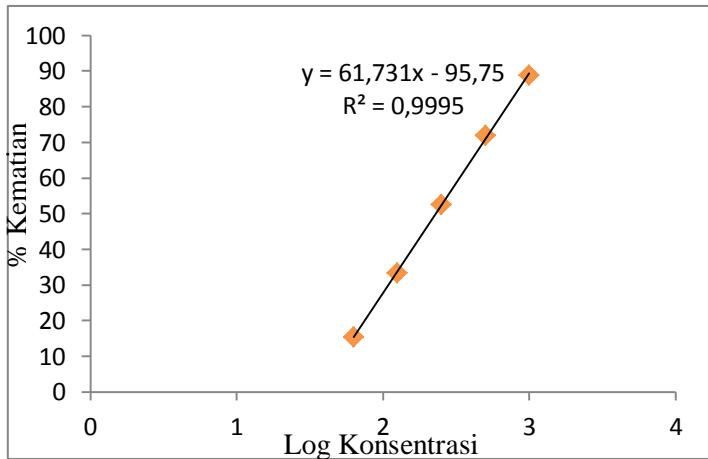
Gambar 1. Termogram Kompleks Cu(II)-2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol

Temperatur dekomposisi (°C)	% berat eksperimen	Spesi	% berat teoritis
0	100	$[\text{Cu}(\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{NO}_2)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	100
131-146	95,66	$[\text{Cu}(\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{NO}_2)_2]$	95,39
196-197	81,42	$[\text{Cu}(\text{C}_{33}\text{H}_{20}\text{N}_4(\text{NO}_2)_2)]$	80,53
275-373	23,72	$[\text{CuO}_4\text{N}_4]$	23,63

LAMPIRAN 9 PERHITUNGAN NILAI LC_{50}

Tabel 1. Hasil BSLT pada Kompleks Cu(II)

Konsentrasi (K) ppm	Log K	Mati	Hidup	AM	AH	% Kematian
62,5	1,8	13	17	13	71	15,47
125	2,1	14	16	27	54	33,33
250	2,4	15	15	42	38	52,50
500	2,7	17	13	59	23	71,95
1000	3	20	10	79	10	88,76



Gambar 1. Grafik Uji Toksisitas Kompleks Cu(II)-2(4-nitrofenil)-
4,5-difenil-1*H*-imidazol

Nilai LC₅₀ Kompleks

Melalui persamaan linier yang dilakukan, maka didapatkan persamaan :

$$y = 61,73x - 95,75$$

$$y = Bx + A$$

$$x = \frac{y - A}{B}$$

$$y = 50$$

$$B = 61,73$$

$$A = -95,75$$

$$x = \log \text{ konsentrasi}$$

$$\log \text{ konsentrasi} = \frac{50 + 95,75}{61,73}$$

$$\log \text{ konsentrasi} = 2,36$$

$$LC_{50} = 229,66 \text{ ppm}$$

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis dengan nama lengkap Rose Malina Annuur, lahir di Surabaya pada 24 April 1994, merupakan anak pertama dari 3 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Mardi Putera, SDN Pacar Keling III/184, SMP Negeri 37 Surabaya dan SMA Negeri 4 Surabaya. Penulis diterima di Jurusan Kimia FMIPA-ITS Surabaya melalui jalur SNMPTN dan terdaftar dengan NRP 141

110 068. Selama masa kuliah S1, penulis pernah aktif di organisasi kemahasiswaan Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS periode 2012/2013 dan 2013/2014. Selain itu penulis juga aktif di UKM WE&T pada tahun pertama hingga tahun ketiga. Penulis juga pernah mengikuti Kerja Praktek di PT.Petronika Gresik pada tahun 2014. Pada masa akhir studi, penulis melakukan penelitian mengenai senyawa kompleks menggunakan logam Cu(II) dengan ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1*H*-imidazol. Penelitian yang dilakukan penulis dibawah bimbingan Ibu Dr. Fahimah Martak, M.Si.

Email : malinarose24@gmail.com