



SKRIPSI

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

DESTERLITA YOSINA SUALANG
NRP 1412 100 016

Dosen Pembimbing
Dr. Fahimah Martak, M. Si.

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016



SCRIPT

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

DESTERLITA YOSINA SUALANG
NRP 1412 100 016

Advisor Lecturer
Dr. Fahimah Martak, M. Si.

CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

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

SKRIPSI

Disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains
Pada
Program studi S-1 Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

**DESTERLITA YOSINA SUALANG
NRP 1412 100 016**

Surabaya, 14 Juli 2016

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**

LEMBAR PENGESAHAN

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

SKRIPSI

Oleh :

DESTERLITA YOSINA SUALANG
NRP 1412 100 016

Surabaya, 14 Juli 2016

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



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

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia



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

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

Nama Mahasiswa : Desterlita Yosina Sualang
NRP : 1412100016
Jurusan : Kimia
Dosen Pembimbing : Dr. Fahimah Martak, M.Si.

ABSTRAK

Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol telah berhasil disintesis, dibuktikan dengan hasil analisis ^1H dan ^{13}C NMR serta analisis gugus fungsi dengan FTIR. Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol dikomplekskan dengan ion logam Mn(II), diperoleh kompleks yang berbentuk padatan polikristalin berwarna cokelat kehitaman dengan rendemen sebesar 73,24%. Formula kompleks yang dihasilkan berdasarkan karakterisasi menggunakan AAS, CHN *analyzer*, FTIR dan TGA adalah $\text{MnL}(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. Uji toksisitas ligan dan kompleks hasil sintesis dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* menghasilkan nilai LC₅₀ sebesar 208,80 ppm dan 38,03 ppm.

Kata Kunci : *ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol, Mn(II), toksisitas, Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)*

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

Student Name : Desterlita Yosina Sualang
NRP : 1412100016
Department : Chemistry
Advisor Lecturer : Dr. Fahimah Martak, M.Si.

ABSTRACT

2-methyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole ligand had been synthesized. Structure of ligand was confirmed on the basis of ^1H NMR, ^{13}C NMR and FTIR analysis. 2-methyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole ligand was complexed with Mn(II) metal ion. Solid brown-black polycrystalline complex was obtained (73,24%). The composition of complex was established by means of AAS, elemental analyzer, FTIR and TGA. The molecular formula of complex was $\text{MnL}(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. The toxicity test of ligand and complex with Brine Shrimp Lethality Test method showed LC₅₀ value equal to 208,80 ppm and 38,03 ppm, respectively.

Keywords : 2-methyl-4,5-diphenyl-1*H*-imidazole ligand, Mn(II), toxicity, Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Judul	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
3.1 Senyawa Koordinasi	7
3.2 Imidazol	8
3.3 Kompleks Logam Mangan(II).....	10
3.4 Karakterisasi.....	12
3.4.1 CHN Analyzer	12
3.4.2 Spektrofotometer UV-Visible	12
3.4.3 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	13
3.4.4 Spektrofotometer <i>Fourier Transform-Infrared</i>	14

3.4.5 ^1H dan ^{13}C Nuclear Magnetic Resonance	15
3.4.6 Thermogravimetric Analyzer (TGA)	18
2.5 Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)	20
BAB III METODOLOGI	23
3.1 Alat dan Bahan.....	23
3.1.1 Alat	23
3.1.2 Bahan.....	23
3.2 Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	23
3.3 Sintesis Kompleks Logam Mangan(II) dengan Ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	24
3.4 Karakterisasi Senyawa	24
3.4.1 Analisis Spektrofotometer Uv-Vis	24
3.4.2 Analisis ^1H dan ^{13}C NMR	24
3.4.3 Analisis Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	25
3.4.4 Analisis Elemental Analyzer.....	25
3.4.5 Analisis Spektrofotometer FTIR	25
3.4.6 Analisis Thermogravimetric Analyzer (TGA)	26
3.5 Uji Toksisitas Brine Shrimp Lethality (BSLT)	26
BAB IV PEMBAHASAN	27
4.1 Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	27
4.2 Sintesis Kompleks Mangan(II)	35
4.2.1 Analisis Spektrofotometer UV-Vis	36
4.2.2 Analisis Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	37
4.2.3 Analisis Elemental Analyzer.....	38
4.2.4 Analisis Spektrofotometer FTIR	38
4.2.5 Analisis Thermogravimetric Analyzer (TGA)	39

4.3	Uji Toksisitas BSLT.....	41
BAB V KESIMPULAN	45	
5.1	Kesimpulan	45
5.2	Saran	45
DAFTAR PUSTAKA.....	47	
LAMPIRAN	53	
BIODATA PENULIS.....	69	

DAFTAR TABEL

Tabel	2.1	Aktivitas antikanker kompleks mangan(II)	11
Tabel	2.2	Bilangan gelombang serapan inframerah	15
Tabel	2.3	Pergeseran kimia ^{13}C NMR	17
Tabel	2.4	Nilai LC_{50} senyawa turunan imidazol yang dilaporkan oleh Yurttas dkk	21
Tabel	4.1	Perbandingan kadar Mn hasil eksperimen dan teori	37
Tabel	4.2	Perbandingan kadar CHN hasil eksperimen dan teori	38
Tabel	4.3	Data hasil uji BSLT ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17)	42
Tabel	4.4	Data hasil uji BSLT kompleks $\text{MnL}(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (21)	42

DAFTAR GAMBAR

Gambar	2.1	Sintesis imidazol (1)	9
Gambar	2.2	Ikatan ligan imidazol dengan ion logam terjadi melalui atom N	10
Gambar	2.3	Sintesis kompleks mangan(II) dengan Et ₂ DPA	10
Gambar	2.4	Struktur dua dimensi (2D) kompleks Mn(II)	11
Gambar	2.5	Spektra UV-Vis beberapa kompleks ferulat	13
Gambar	2.6	Pergeseran kimia ¹ H NMR	16
Gambar	2.7	Spektrum NMR 2,4,5-tris(2-piridil)imidazol	18
Gambar	2.8	Kurva TGA kompleks [Mn(tta)(μ-pchcm)] _n	19
Gambar	2.9	Kerangka senyawa turunan imidazol	21
Gambar	4.1	Pemantauan reaksi dengan KLT	27
Gambar	4.2	Uji kemurnian senyawa dengan KLT 3 eluen	28
Gambar	4.3	Uji kemurnian senyawa dengan KLT 2D	28
Gambar	4.4	Spektrum FTIR ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17).....	29
Gambar	4.5	Spektrum ¹ H NMR ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17).....	31
Gambar	4.6	Spektrum ¹³ C NMR ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17).....	32
Gambar	4.7	Produk ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17)	33
Gambar	4.8	Dugaan mekanisme reaksi sintesis ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17)	34
Gambar	4.9	Produk kompleks Mn(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17)....	35
Gambar	4.10	Hasil pengukuran panjang gelombang maksimal MnCl ₂ ·4H ₂ O dan kompleks hasil sintesis	36

Gambar	4.11	Spektrum FTIR kompleks Mn(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17)	39
Gambar	4.12	Kurva TGA kompleks Mn(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17)	40
Gambar	4.13	Dugaan struktur senyawa kompleks $[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (21)	41
Gambar	4.14	Grafik hasil uji toksisitas BSLT ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol (17).....	42
Gambar	4.15	Grafik hasil uji toksisitas BSLT kompleks $[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (21).....	43

DAFTAR LAMPIRAN

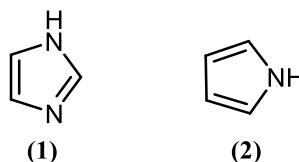
Lampiran	A Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	53
Lampiran	B Sintesis Kompleks Mangan(II) dengan Ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	55
Lampiran	C Spektrum FTIR Ligan 2-metil-4,5-dimetil-1 <i>H</i> -imidazol	57
Lampiran	D Spektra FTIR Kompleks Mangan(II) dengan Ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	58
Lampiran	E Spektrum ^1H dan ^{13}C NMR Ligan 2-metil-4,5-difenil-1 <i>H</i> -imidazol	59
Lampiran	F Perhitungan Kadar Ion Logam pada Kompleks	60
Lampiran	G Perhitungan Kadar Unsur	63
Lampiran	H Kurva DTA/TGA Kompleks	64
Lampiran	I Perhitungan Nilai Lc_{50} <i>Metode Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)</i>	65

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

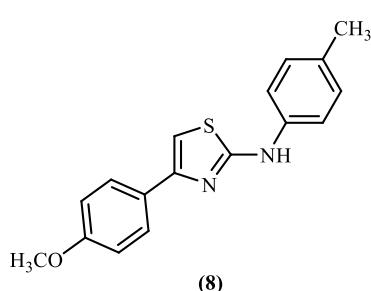
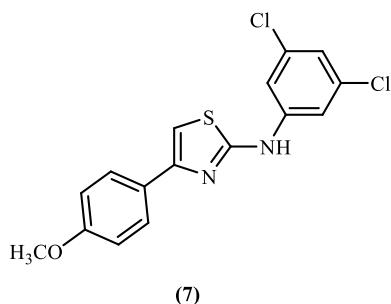
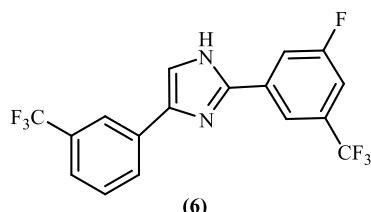
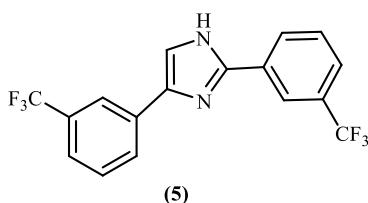
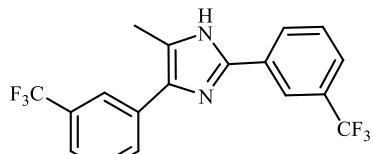
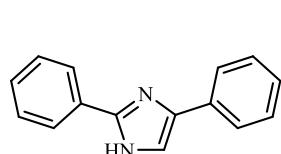
Imidazol adalah senyawa aromatik heterosiklik lingkar lima dengan lima atom penyusun dan enam elektron π (phi). Struktur imidazol (**1**) bersifat planar dengan energi resonansi yang relatif lebih tinggi daripada pirol (**2**) (Gilchrist, 1997).



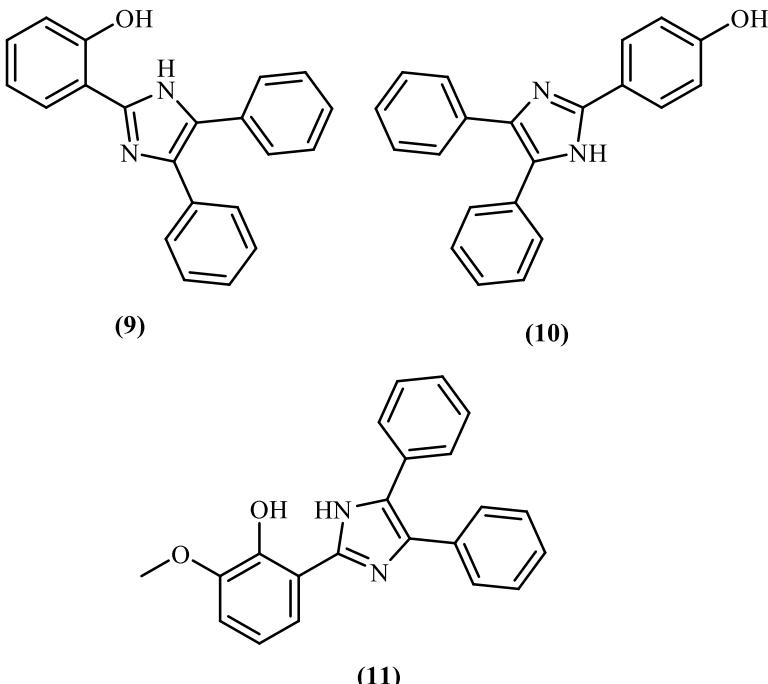
12,08 kkal/mol 10,96 kkal/mol

Senyawa turunan imidazol adalah salah satu kelompok senyawa organik yang penting dari sudut pandang sifat fisiologis dan fisiknya. Senyawa turunannya sangat berpengaruh dalam bidang obat-obatan karena memiliki banyak sifat biologis, diantaranya antialergi, analgesik, antibakteri, antijamur, anti-tuberkulosis dan beberapa sifat lainnya (Ziarani dkk., 2013). Rivara dkk. (2015) melaporkan bahwa 2,4-difenil-1H-imidazol (**3**) dan beberapa turunannya memiliki sifat anti-tuberkulosis. Diantaranya 5-metil-2,4-bis(3-(triflorometil)fenil)-1H-imidazol (**4**) (127,6 μ M), 2,4-bis(3-triflorometil)fenil)-1H-imidazol (**5**) (1,7 μ M), 2-(3-floro-5-(triflorometil)fenil)-4-(3-(triflorometil)fenil)-1H-imidazol (**6**) (6,0 μ M) yang dapat menghambat replikasi dari Mtb (*Mycobacterium tuberculosis*) dengan konsentrasi yang rendah sehingga lebih efektif dari pada UPAR-183 (**7**) (15,6 μ M) dan UPAR-189 (**8**) (13,0 μ M).

Berkaitan dengan hal tersebut, Yar dkk. (2015), meneliti kemampuan inhibisi beberapa senyawa turunan imidazol terhadap enzim α -glukosidase untuk mengobati diabetes mellitus yang melaporkan 3 senyawa turunan imidazol dengan % inhibisi diatas 96% dalam 0,5 mM yakni 2-(4,5-difenil-1H-imidazol-2-il)fenol (**9**), 4-(4,5-difenil-1H-imidazol-2-il)fenol (**10**) dan 2-(4,5-difenil-1H-imidazol-2-il)-6-metoksifenol (**11**).



Soayed dkk. (2013) melaporkan penelitian tentang kompleks ligan imidazol dengan ion logam Mn(II). Ligan turunan imidazol keaktifannya meningkat ketika dikomplekskan. Kompleks Mn(II) memiliki sifat anti terhadap bakteri *Escherichia coli* (*E. coli*) dan *Staphylococcus aureus* (*S. aeureus*) yang lebih efektif dengan zona hambat pertumbuhan bakteri sebesar 31 mm dan 42 mm sedangkan ligan bebas sebesar 22 mm dan 40 mm.



Saat ini, ketertarikan terhadap kimia koordinasi dalam hal modifikasi struktur bio-ligan sangat signifikan. Kompleks logam transisi dengan ligan yang memiliki aktivitas biologis banyak diteliti. Pengaruh ion logam pada kompleks terhadap aktivitas antikanker sel leukemia MV-4-11 telah dilaporkan. Aktivitas antikanker dari 5-metoksiindol-2-asam karboksilat (5-MeO12CAH) yang dikomplekskan dengan Mn(II) dan Zn(II) menunjukkan hasil yang berbeda. Nilai IC₅₀ dari 5-MeO12CAH sebesar 56,9 µg/mL sedangkan, pada kompleks Mn(II) 3,1 µg/mL dan pada kompleks Zn(II) 48,2 µg/mL. Kompleks Mn(II) menunjukkan aktivitas yang paling baik dibandingkan ligan bebas dan kompleks Zn(II) (Morzyk-Ociepa dkk., 2014).

Kompleks dengan ion pusat Mn(II) memiliki aktivitas biologis yang baik tidak lain karena mangan merupakan salah satu biometal yang sangat penting. Tubuh manusia mengandung kira-kira 10 mg mangan yang banyak ditemui di hati, tulang dan ginjal.

Di dalam tubuh mangan berperan sebagai kofaktor beberapa enzim penting seperti arginase, fosfoglukomutase, piruvat karboksilase dan mitokondrial superoksida dismutase (Deghan dkk., 2016).

Berdasarkan uraian tersebut, untuk mendapatkan senyawa yang memiliki sifat bioaktivitas, dilakukan sintesis ligan turunan imidazol 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol. Ligan yang dihasilkan direaksikan dengan ion logam Mn(II) untuk membentuk kompleks. Kompleks yang terbentuk dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, Spektroskopi Serapan Atom, CHN *analyzer* dan *Thermogravimetric analyzer* untuk menentukan formula molekul serta diuji toksitasnya dengan menggunakan larva udang *Artemia salina L.*

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas, maka permasalahan yang diangkat dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. Bagaimana mensintesis ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol.
2. Bagaimana mensintesis kompleks mangan(II) yang disintesis dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol.
3. Berapa nilai LC₅₀ dari ligan dan kompleks hasil sintesis dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test*.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Untuk mensintesis ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol.
2. Untuk mensintesis dan mengetahui formula kompleks mangan(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol.
3. Untuk mengetahui nilai LC₅₀ dari ligan dan kompleks hasil sintesis dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test*.

1.4 Manfaat Penelitian

Diharapkan penelitian ini dapat bermanfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan khususnya pada bidang sintesis senyawa kompleks dan farmasi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

1.1 Senyawa Koordinasi

Senyawa molekular yang mengandung logam transisi blok *d* dan ligan disebut senyawa koordinasi. Senyawa ini umumnya terdiri atas ion kompleks dan ion ligan. Ion kompleks adalah ion yang mengandung kation logam pusat yang berikatan dengan satu atau lebih molekul (ligan). Atom dalam suatu ligan yang berikatan langsung dengan ion logam bertindak sebagai atom donor sedangkan ion logam bertindak sebagai akseptor pasangan elektron (Saito, 1996)

Senyawa koordinasi dapat diartikan sebagai senyawa kompleks dengan sejumlah ion-ion atau molekul yang terikat pada atom logam pusat dengan ikatan kovalen atau elektrokovalen. Ion-ion atau molekul berikatan dengan logam melalui ikatan koordinasi yang menghubungkan kelompok L (ligan) sebagai donor pasangan elektron bebas dan kelompok M (logam) sebagai akseptor pasangan elektron bebas ($M \leftarrow L$). Ligan dapat didefinisikan sebagai molekul atau ion yang tergolong dalam basa Lewis karena memiliki sedikitnya satu pasangan elektron bebas yang dapat disumbangkan untuk berikatan dengan atom pusat (Singh, 2002).

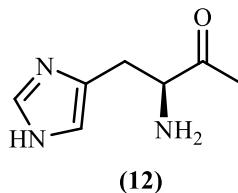
Ciri logam transisi adalah memiliki subkulit *d* yang tidak terisi penuh. Ciri ini menyebabkan beberapa sifat khas, meliputi warna yang unik, pembentukan senyawa paramagnetik, aktivitas katalitik dan terutama kecenderungan besar untuk membentuk ion kompleks (Chang, 2005). Atom pusat pada senyawa kompleks merupakan logam yang memiliki orbital kosong yang nantinya akan diisi oleh pasangan elektron dari ligan untuk membentuk ikatan kovalen koordinasi dalam senyawa kompleks (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Ligan adalah suatu ion atau molekul yang memiliki sekurang-kurangnya sapasang elektron bebas yang digunakan untuk berikatan dengan logam atom pusat membentuk senyawa kompleks. Sifat umum semua ligan ditentukan oleh adanya pasangan elektron bebas. Ligan dengan satu atom pengikat disebut ligan monodentat sedangkan ligan dengan lebih dari satu atom

pengikat disebut ligan polidentat yang juga disebut ligan khelat. Jumlah atom ligan yang berikatan dengan atom pusat disebut dengan bilangan koordinasi (Rivai, 1995).

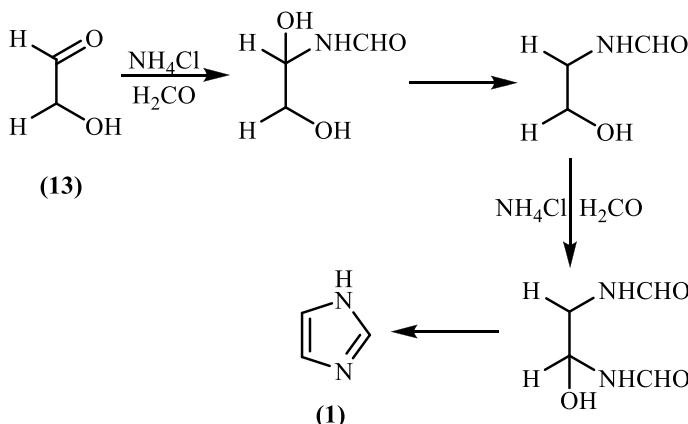
1.2 Imidazol

Imidazol (**1**) adalah senyawa organik dengan rumus molekul $C_3H_4N_2$. Imidazol memiliki sistem cincin 5 planar dengan atom N di posisi 1 dan 3. Nama IUPAC-nya adalah 1,3-diazol, dimana N(1) adalah pirolitik dan N(3) adalah nitrogen piridinik. Protonasi dari nitrogen piridinik dapat membentuk ion imidazolium aromatik. Dalam larutan protik, kecepatan pergantian proton diantara atom nitrogen terjadi, imidazol adalah basa kuat dengan pK_a 7,1. Karakter basa kuat merupakan akibat dari delokalisasi muatan pada bentuk terprotonasi. Piridinik N(3) dapat mendonorkan pasangan elektronnya untuk membentuk ikatan hidrogen. Nitrogen pirolitik N(1) memiliki kemampuan berperan sebagai aseptor. Fungsi tertentu ini berguna dalam beberapa mekanisme enzim melalui cincin imidazol dari asam amino histidin (**12**) (Jawaharmal dkk., 2012).



(12)

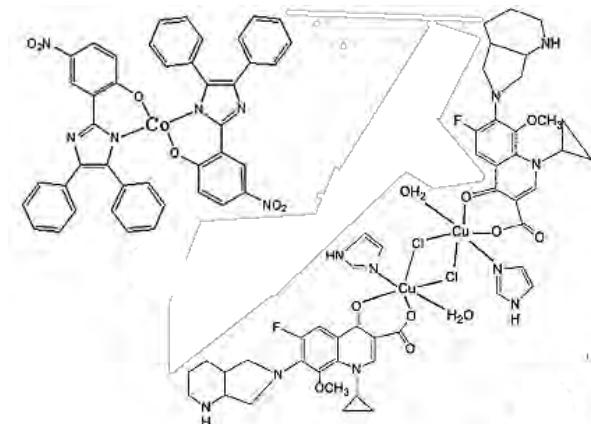
Imidazol adalah cincin heterosiklik yang disusun oleh atom karbon dan nitrogen yang memiliki sifat biologis dan farmasi yang penting. Senyawa imidazol bebas dapat disintesis dari formaldehida, 2-hidroksiasetaldehida (**13**) dan ammonium klorida pada pH 0-1, Gambar 2.1 (Gilchrist, 1997).



Gambar 2.1 Sintesis imidazol (1) (Gilchrist, 1997).

Senyawa imidazol menjadi sumber penelitian yang sangat penting diabad ini. Long dkk. (2013) melaporkan bahwa 4-(fenilkarbamoil)-1H-imidazol-5-asam karboksilat merupakan inhibitor yang selektif dan kuat terhadap interaksi *in vitro* dari HIV-1 IN dan LEDGF/p75.

Selain itu, turunan imidazol telah banyak digunakan sebagai kemosensor fluoresens dengan sensitifitas tinggi untuk sensor, representasi ion logam serta material yang memiliki sifat optoelektronik (Jayabharathi dkk., 2014). Imidazol dan turunannya dapat berikatan dengan logam-logam seperti mangan(II), kobalt(II), nikel(II), seng(II), kadmium(II), krom(II) dan merkuri(II). Molekul-molekul polifungsional tersebut mengandung atom-atom nitrogen sebagai sisi dasar untuk berikatan kovalen koordinasi. Ikatan terjadi melalui atom nitrogen dalam bentuk monodentat atau bidentat dan memberikan berbagai macam model koordinasi ligan-logam, Gambar 2.2. Keefektifan kelompok imidazol dalam perannya sebagai ligan pada kompleks logam berhubungan dengan fleksibilitasnya, yaitu kemampuannya pada pH 7 (Hinge dkk., 2010).

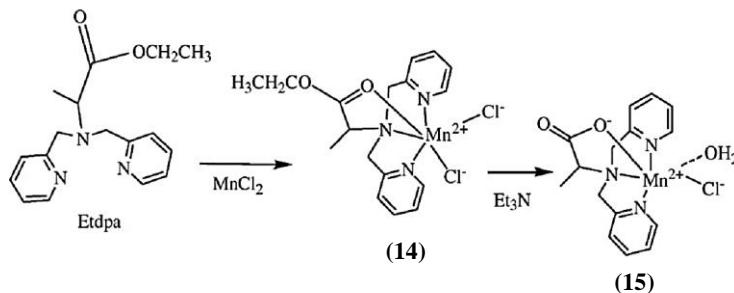


Gambar 2.2 Ikatan ligan imidazol dengan ion logam terjadi melalui atom N (Soayed dkk., 2013)

1.3 Kompleks Logam Mangan(II)

Bryliakov dkk. (2015) melaporkan bahwa kompleks mangan merupakan katalis yang baik jika dibandingkan dengan katalis logam besi dalam hal selektifitas oksidasi gugus alifatik.

Qiu-Yun dkk. (2010) mensintesis dua kompleks mangan baru, Gambar 2.3, yang memiliki aktivitas antikanker yang sangat baik terhadap sel kanker Eca-109, U251, Hela dan MCF-7 seperti yang ditampilkan pada Tabel 2.1.

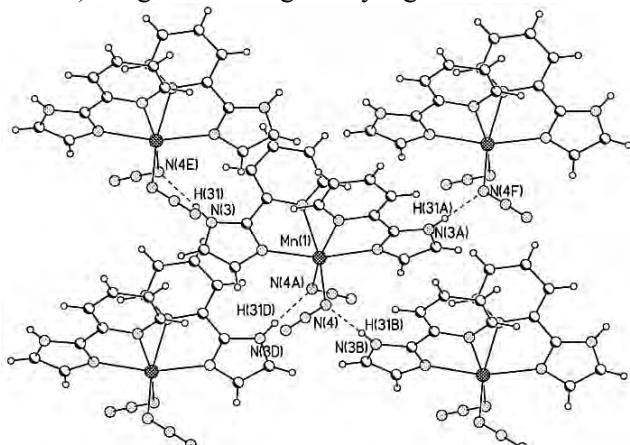


Gambar 2.3 Sintesis kompleks mangan(II) dengan ligan EtDPA (Qiu-Yun dkk., 2010).

Tabel 2.1 Aktivitas antikanker kompleks mangan(II)
(Qiu-Yun dkk., 2010).

Kompleks	Eca-109	U251	Hela	MCF-7
$[(\text{EtDpa})\text{MnCl}_2]$ (14)	32,4	28,6	54,3	39
$[(\text{Adpa})\text{Mn}(\text{H}_2\text{O})\text{Cl}]$ (15)	9,1	9,5	12,3	6,5

Kompleks imidazol dan logam transisi menjadi penelitian yang menarik saat ini karena memiliki sistem biologi yang berkaitan dengan residu histidin. Selain aktifitas biologinya, kompleks imidazol dengan ion logam mangan dapat membentuk *building blocks* yang menarik bagi penelitian mengenai ikatan hidrogen dalam rancangan dan teknikal kristal. 2-(2-pyridil)imidazol (pyim) dan pseudohalida dikomplekskan dengan logam mangan(II) membentuk *cis*-[Mn(pyim)₂(N₃)₂], *cis*-[Mn(pyim)₂(NCO)₂] dan *cis*-[Mn(pyim)₂(NCS)₂] ketiga kompleks merupakan kompleks monointi, netral dan berstruktur oktaedral. Ikatan hidrogen antara imidazol dan atom nitrogen dari pseudohalida dalam koordinasi logam kompleks membentuk struktur 2D, Gambar 2.4 (Carranza dkk., 2008). Selain itu, Qi dan Wang (2014) melaporkan 5 kompleks mangan(II) dengan ligan bis(imidazol) dengan sifat magnetik yang baik.



Gambar 2.4 Struktur dua dimensi (2D) kompleks Mn(II)
(Carranza dkk., 2008).

1.4 Karakterisasi

1.4.1 CHN Analyzer

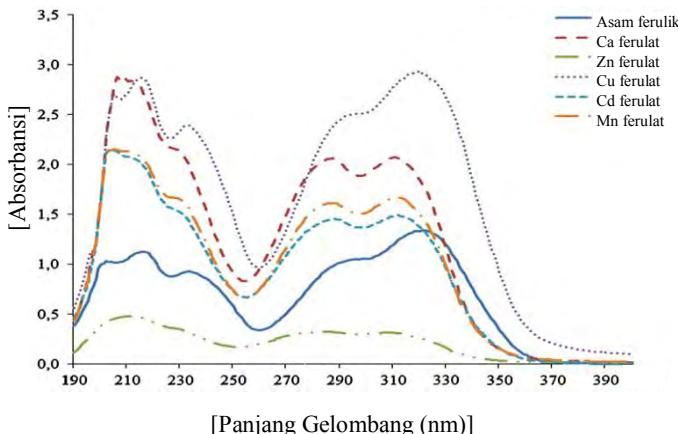
Analisis mikro unsur digunakan untuk penentuan rumus molekul senyawa. Instrumen ini memerlukan standarisasi dengan *L-Cistina Standard* ($C_6H_{12}N_2O_4S_2$), C = 29,99%, H = 5,03%, N = 11,66%, S = 26,69% dan O = 26,63%. Sampel yang telah ditempatkan pada aluminium foil, disempurnakan reaksi oksidasinya dengan ditambahkan Vanadium(V) oksida, kemudian dimasukkan kedalam plat berlubang untuk pembakaran dengan gas oksigen. Pada layar akan terbaca komposisi unsur yang terkandung dalam senyawa (Martak dkk., 2016).

1.4.2 Spektrofotometer UV-Visible

Spektroskopi UV-*Visible* merupakan metode analisis senyawa menggunakan radiasi sinar ultraviolet dan sinar tampak. Panjang gelombang (λ) yang digunakan adalah daerah panjang gelombang ultraviolet dekat (200-400 nm) dan sinar tampak (400-800 nm). Spektroskopi ini digunakan untuk mengetahui adanya gugus pengabsorpsi (kromofor) dalam suatu senyawa. Adanya kromofor memungkinkan terjadinya transisi elektronik, yaitu promosi elektron dari keadaan energi dasar ke tingkatan energi yang lebih tinggi (tereksitasi). Misalnya, eksitasi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$ terjadi pada λ_{maks} 210-270 nm yang mengindikasikan adanya gugus kromofor yang berkonjugasi ($-C=C-C=C-$) dan eksitasi elektron $n \rightarrow \pi^*$ terjadi pada λ_{maks} 280-400 nm yang mengindikasikan adanya gugus kromofor heteroatom terkonjugasi seperti gugus karbonil yang tersubstitusi pada suatu ena ($-C=C-C=O$) (Supratman, 2010).

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. Interaksi logam-ligan menyebabkan terjadinya pembelahan orbital d (*splitting*) (Skoog dkk., 2013). Setiap unsur logam transisi memiliki energi yang berbeda, seperti yang dilaporkan oleh Kalinowska dkk. (2014) Gambar 2.5. Serapan pada

panjang gelombang 200, 210 dan 230 menunjukkan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ sedangkan serapan pada panjang gelombang yang lebih besar menunjukkan transisi $n \rightarrow \pi^*$.



Gambar 2.5 Spektra UV-Vis beberapa kompleks ferulat (Kalinowska dkk., 2014).

1.4.3 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merupakan salah satu metode dalam spektroskopi atom dengan prinsip penyerapan dan menggunakan nyala api sebagai metode atomisasinya. Dalam spektroskopi serapan atom, sumber radiasi akan mengenai uap analit. Jika sumber radiasi memiliki frekuensi (panjang gelombang) yang sesuai, akan diserap oleh atom analit dan mengeksitasinya. Atomisasi dengan nyala api akan melalui sebuah *nebulizer* angin yang akan mengubah larutan analit yang bercampur dengan bahan bakar dan oksida menjadi kabut atau aerosol yang kemudian disalurkan ke pembakaran. Pada pembakaran partikel analit akan menguap menjadi atom, ion sederhana atau molekul (Skoog dkk., 2013).

Analit yang telah teratomisasi dalam nyala api kemudian menyerap sinar yang berasal dari *Hollow Catode Lamp* (HCL) yang memiliki panjang gelombang tertentu sesuai dengan logam yang diuji. Selanjutnya sisa sinar yang tidak diserap ditangkap oleh monokromator yang berfungsi untuk mendisprskian sinar dengan

panjang gelombang tertentu dan meneruskannya ke detektor untuk diukur intensitas sinar yang tidak diserap. Intensitas penyerapan berbanding lurus dengan jumlah (konsentrasi) analit (Day dan Underwood, 1986).

1.4.4 Spektrofotometer Fourier Transform-Infrared

Spektrofotometer *Fourier Transform-Infrared* (FTIR) dalam penerapannya digunakan untuk menentukan jenis ikatan yang terdapat dalam suatu molekul. Energi dari frekuensi inframerah dapat menyebabkan ikatan kovalen mengalami *stretching* ataupun *bending*. Vibrasi yang berbeda ini diakibatkan oleh perbedaan energi dan frekuensinya. Ikatan yang berbeda akan mengalami vibrasi dengan frekuensi yang berbeda pula, Tabel 2.2. Saat molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diabsorb menyebabkan kenaikan *amplitude* getaran atom-atom yang terikat sehingga molekul dalam keadaan vibrasi terekstasi. Energi yang diserap tersebut akan dilepaskan dalam bentuk panas ketika molekul kembali kekeadaan dasar (Hart dkk., 2012).

Spektrofotometer FTIR merupakan spektrofotometer inframerah yang dilengkapi dengan transformasi Fourier untuk mendekripsi dan menganalisis hasil spektrumnya. Inti dari spektrofotometer FTIR adalah interferometer Michelson yaitu alat untuk menganalisis frekuensi dalam sinyal gabungan. Analisis gugus fungsi suatu sampel dilakukan dengan membandingkan pita absorbansi yang terbentuk pada spektrum inframerah menggunakan tabel korelasi dan spektrum senyawa pembanding yang sudah diketahui (Choirul dkk., 2007). Keunggulan spektrofotometer FT-IR dibandingkan dengan spektrofotometer inframerah konvensional diantaranya radiasi sumber sinar yang lebih tinggi, perbandingan sinyal atau *noise* ditingkatkan, mengurangi waktu pengukuran dan akurasi pengukuran yang lebih tinggi (Sibilia, 1996).

Karakterisasi FTIR suatu kompleks lebih banyak menggunakan FT-IR medium dengan bilangan gelombang 4.000-300 cm⁻¹, pada daerah *finger print* (1.400-300) akan terlihat spektra ikatan antar logam-ligan, seperti pada vibrasi ikatan logam dengan atom N dari ligan akan muncul pada daerah 300-400 cm⁻¹

(Nakamoto, 1978). Seperti yang dilaporkan Soayed dkk. (2013), vibrasi antara logan mangan dan ligan imidazol (Mn-N) ditunjukkan dengan pita serapan pada 501 cm^{-1} , interaksi Mn-O pada 468 cm^{-1} dan Mn-Cl pada 398 cm^{-1} .

Tabel 2.2 Bilangan gelombang serapan inframerah
(Pavia dkk., 2009)

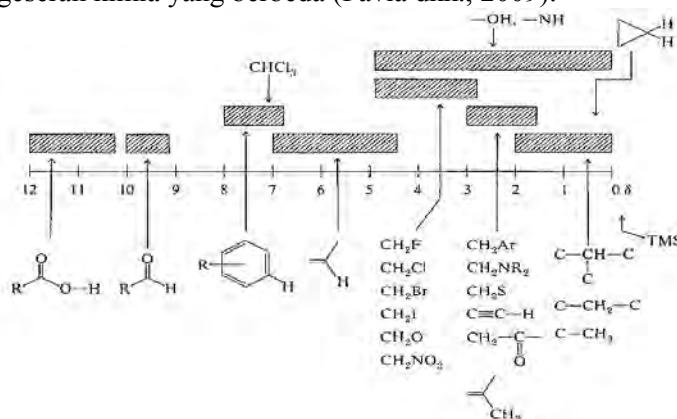
Gugus	Jenis Senyawa	Daerah Serapan (cm^{-1})
C-H	Alkana	2850-2960, 1350-1470
C-H	Alkena	3020-3080, 675-870
C-H	Aromatik	3000-3100, 675-870
C-H	Alkuna	3300
C=C	Alkena	1640-1680
C=C	aromatik (cincin)	1500-1600
C-O	alkohol, eter, ester, asam karboksilat	1080-1300
C=O	aldehida, keton, ester, asam karboksilat	1690-1760
O-H	alkohol, fenol (monomer)	3610-3640
O-H	alkohol, fenol (ikatan H)	2000-3600 (lebar)
O-H	asam karboksilat	3000-3600 (lebar)
N-H	Mina	3310-3500
C-N	Mina	1180-1360
C=N	Imina	1640-1690

1.4.5 ^1H dan ^{13}C Nuclear Magnetic Resonance

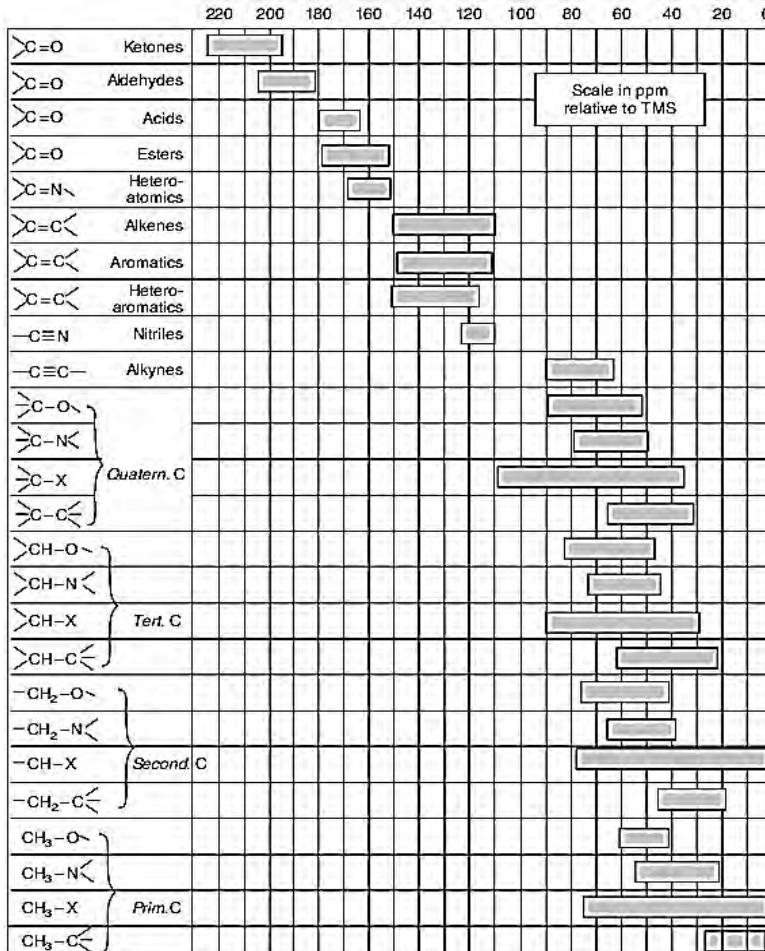
Dalam spektroskopi resonansi magnetik nuklir (*Nuclear Magnetic Resonance*), gelombang radio berenergi rendah mengenai nuclei di dalam suatu molekul. Beberapa nuclei akan memiliki spin yang berbeda yang dipisahkan oleh medan magnet dalam NMR. Contohnya yang banyak digunakan adalah ^1H NMR, karena nuclei hidrogen memiliki keadaan spin keatas atau kebawah. Cuplikan diradiasi pada frekuensi (v) tetap sementara medan magnet disapukan melalui kisaran nilai tertentu. Daya rf

(radio frequency) yang diabsorbsi oleh cuplikan direkam pada setiap nilai H dan C. Bila nilai H dan C memenuhi persyaratan resonansi, akan muncul sebuah puncak pada spektrum. Spin nukleus peka terhadap lingkungan sebab elektron-elektron yang bergerak didekat nukleus tersebut menyebabkan munculnya medan magnetik internal yang memodifikasi medan efektif yang dirasakan oleh proton dan karbon dengan suatu nilai yang berbeda dari medan yang diberikan secara eksternal. Pergeseran kimia (*chemical shift*) yang dihasilkan menyebabkan proton-proton dan karbon-karbon dalam satuan struktural molekul yang berbeda dapat menunjukkan puncak NMR pada nilai medan magnetik yang berbeda (Oxtoby dkk., 2003).

Tidak hanya berbagai jenis proton memiliki pergeseran kimia yang berbeda, namun masing-masing juga memiliki nilai karakteristik pergeseran kimia. Setiap jenis proton hanya memiliki rentang nilai δ yang spesifik dari resonansi yang dimiliki. Oleh karena itu, nilai yang diberikan (dalam satuan ppm) dari pergeseran kimianya untuk proton dapat memberikan petunjuk mengenai jenis proton, Gambar 2.6. Begitu pula dengan karbon, yang membedakan yaitu pergeseran kimia ^{13}C NMR muncul pada rentang 0-200 ppm, Tabel 2.3, yang jauh lebih besar daripada ^1H NMR yang hanya 0-12 ppm. Karena rentang yang cukup besar, hampir setiap karbon dalam molekul organik muncul pada pergeseran kimia yang berbeda (Pavia dkk., 2009).

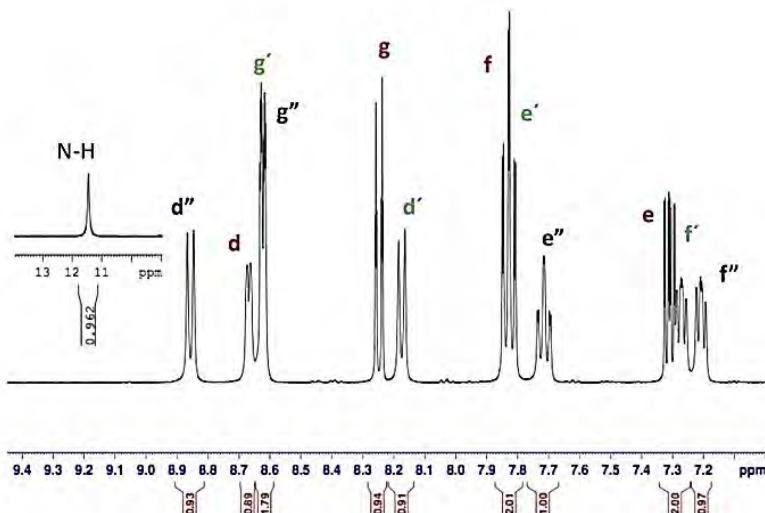
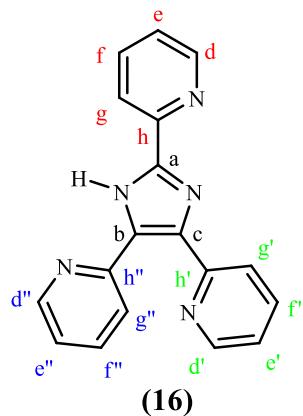


Gambar 2.6 Pergeseran kimia ^1H NMR (Pavia dkk., 2009)

Tabel 2.3 Pergeseran kimia ^{13}C NMR (Rouessac dan Rouessac, 2007)

Campos-Gaxiola dkk. (2015) melakukan analisis ^1H NMR terhadap senyawa 2,4,5-tris(2-piridil)imidazol (**16**) yang memberikan spektum pada Gambar 2.7. Proton N-H imidazol muncul pada pergeseran kimia 11,48 ppm dengan signal singlet karena tidak memiliki tetangga yang berproton. Sedangkan 12

proton aromatik dari 3 cincin piridil muncul pada pergeseran kimia 7-9 ppm

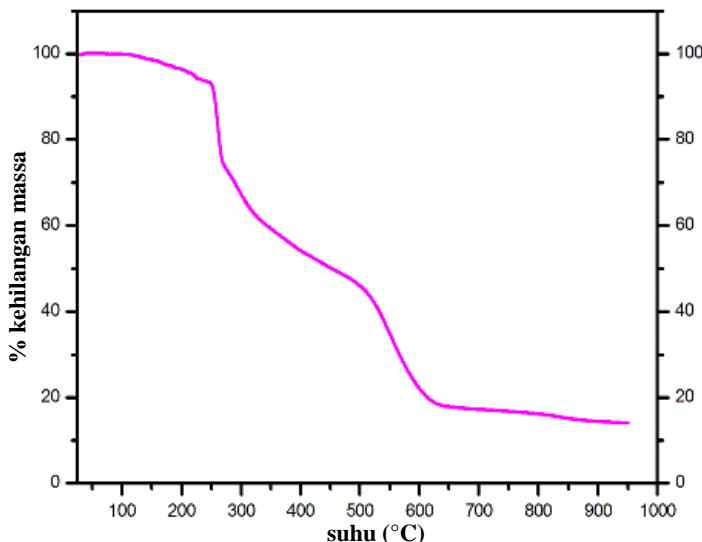


Gambar 2.7 Spektrum NMR 2,4,5-tris(2-piridil)imidazol (Campos-Gaxiola dkk., 2015).

1.4.6 Thermogravimetric Analyzer (TGA)

Prinsip penggunaan TGA ialah mengukur kecepatan rata-rata perubahan massa suatu bahan atau cuplikan sebagai fungsi dari suhu atau waktu pada atmosfir yang terkontrol. Pengukuran

digunakan khususnya untuk menentukan komposisi dari suatu bahan atau cuplikan dan untuk memperkirakan stabilitas termal pada suhu diatas 1.000 °C. Metode ini dapat mengkarakterisasi suatu bahan atau cuplikan yang dilihat dari kehilangan massa atau terjadinya dekomposisi, oksidasi atau dehidrasi. Mekanisme perubahan massa pada TGA ialah bahan akan mengalami kehilangan maupun kenaikan massa. Proses kehilangan massa terjadi karena adanya proses dekomposisi yaitu pemutusan ikatan kimia, evaporasi yaitu kehilangan atsiri pada peningkatan suhu, reduksi yaitu interaksi bahan dengan pereduksi dan desorpsi. Sedangkan kenaikan massa disebabkan oleh proses oksidasi yaitu interaksi bahan dengan suasana pengoksidasi dan absorpsi (Khopkar, 1990).



Gambar 2.8 Kurva TGA kompleks $[\text{Mn}(\text{ttfa})(\mu\text{-pchcm})]_n$ (Bharty dkk., 2016).

Gambar 2.8 menunjukkan hasil analisis TGA kompleks $[\text{Mn}(\text{ttfa})(\mu\text{-pchcm})]_n$ yang dilakukan oleh Bharty dkk. (2016). Menunjukkan kompleks terdekomposisi dalam 2 tahap pada suhu 248-650 °C. Pada tahap yang pertama kompleks kehilangan berat sebanyak 44,00% pada rentang 248-480 °C, kompleks kehilangan

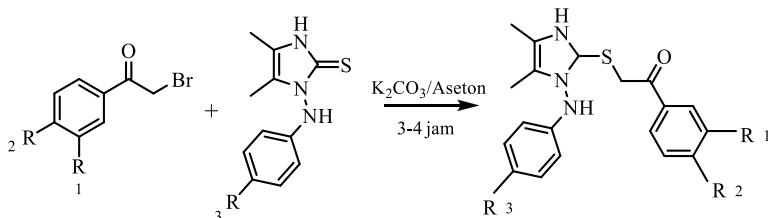
molekul ligan pchcm (perhitungan 43,98%). Tahapan yang kedua kehilangan berat sebesar 42,97% pada suhu 480-650 °C menunjukkan kehilangan molekul ligan tffa (perhitungan 42,86%). Pada akhirnya kompleks terdekomposisi diatas suhu 650 °C untuk memberikan residu MnO 13,45% (perhitungan 13,16%).

2.5 Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)

Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) adalah salah satu metode uji bioaktivitas yang digunakan sebagai skrining awal untuk senyawa-senyawa yang diduga memiliki aktivitas farmakologi seperti antikanker, antitumor dan sebagainya yang diujikan pada larva udang *Artemia salina Leach*. Sifat bioaktivitas senyawa dapat diketahui dari nilai *Lethal Concentration 50%* (LC_{50}), yaitu nilai yang menunjukkan konsentrasi zat toksik yang menyebabkan kematian 50% hewan uji. Data mortalitas yang diperoleh diolah dengan analisis probit yang dirumuskan oleh Finney untuk menentukan nilai LC_{50} pada derajat kepercayaan 95% (Juniarti dkk., 2009).

Sifat toksis diketahui berdasarkan jumlah kematian larva. Kematian larva diamati secara visual. Data kematian larva merupakan acuan untuk menghitung *lethal concentration* dengan analisa probit. Jumlah larva yang mati dihitung rata-rata dengan tiga kali pengulangan. Selanjutnya dihitung persentase kematian dan log konsentrasi. Hubungan nilai logaritma dari konsentrasi bahan uji dengan nilai probit dari persentase kematian larva merupakan fungsi linier dari $y = ax + b$. Nilai LC_{50} diperoleh dari hasil antilog nilai uji x . Nilai y pada persamaan merupakan probit mortalitas sebesar 50% ($y = 50$) (Hendri dkk., 2010). Suatu zat bersifat toksik jika nilai $LC_{50} < 1000 \mu\text{g/mL}$ untuk senyawa hasil ekstrak dan $LC_{50} < 200 \mu\text{g/mL}$ untuk senyawa murni (McLaughlin dkk., 1991).

Yurttas dkk. (2013) melaporkan nilai LC_{50} beberapa turunan dari kerangka imidazol Gambar 2.10, dengan uji BSLT seperti yang tertera pada Tabel 2.4. Dimana senyawa 7, 13 dan 37 memiliki nilai LC_{50} diantara 100–500 $\mu\text{g/mL}$ yang tergolong cukup toksik sedangkan senyawa 1 dan 14 tergolong tidak toksik karena nilai LC_{50} diatas 1000 $\mu\text{g/mL}$.



Gambar 2.9 Kerangka senyawa turunan imidazol
(Yurttas dkk., 2013).

Tabel 2.4 Nilai LC₅₀ senyawa turunan imidazol yang dilaporkan oleh Yurttas dkk., (2013).

Kode Senyawa	R ₁	R ₂	R ₃	LC ₅₀ (µg/mL)
1	H	H	H	> 1.600
7	H	F	F	465,05
13	CH ₃	OCH ₃	H	152,74
14	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	1.307,13
37	Cl	F	F	359,21

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain neraca analitik Pioneer, peralatan gelas, mikropipet Socorex, plat Kromatografi Lapis Tipis *Silica Gel 60 F₂₅₄*, kertas saring, *hot plate stirrer* Cimarex, seperangkat alat refluks, lampu UV ($\lambda = 254$ dan 365 nm). Dalam penelitian ini digunakan pula alat ukur titik leleh Fisher John di Jurusan Kimia ITS, FTIR – 8400S Shimadzu di Jurusan Kimia ITS, spektrofotometer Uv-Vis Shimadzu UV-1100 di Jurusan Kimia ITS, ¹H NMR dan ¹³C NMR Aligent 500 MHz di Jurusan Kimia ITB, spektrofotometer serapan atom (SSA) ZEEnit 700 di Jurusan Kimia ITS, *elemental analyzer* Thermo Finningan di Universiti Kebangsaan Malaysia, serta analisis termal TGA STAR SW 10.00 di Lab Energi LPPM ITS.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain benzil (Sigma Aldrich), ammonium asetat (Merck), asetaldehida (Merck), ammonium hidroksida (Merck), etanol (Merck), metanol (Merck), asam asetat glasial (Fluka), n-heksana (Fulltime), etil asetat (Merck), mangan klorida tetrahidrat (Merck), diklorometana (Merck), asam klorida (GT Baker), natrium hidroksida (Merck) dan aqua demineralisasi.

3.2 Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Senyawa benzil (5 mmol) dan ammonium asetat (NH₄OAc) (10 mmol) dilarutkan dalam asam asetat glasial (30 mL) di dalam labu leher tiga 100 mL. Asetaldehid ditambahkan ke dalam larutan tetes demi tetes (5 mmol). Larutan direfluks pada suhu 118 – 120 °C selama 5 jam. Reaksi dipantau dengan KLT dalam eluen n-heksana:etil asetat = 7:3 (v/v) setiap 15 menit. Setelah reaksi selesai, larutan didiamkan pada suhu kamar. 200 mL aqua demineralisasi ditambahkan ke dalam larutan. Larutan

dinetralkan dengan ammonium hidroksida. Endapan cokelat yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aqua demineralisasi, lalu dikeringkan dalam desikator. Produk tak murni yang diperoleh direkristalisasi dengan etilasetat. Produk hasil rekristalisasi disaring dan dicuci dengan etilasetat dan dikeringkan dalam keadaan vakum (Dutta, 2010).

3.3 Sintesis Kompleks Logam(II) dengan Ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol

Kompleks disintesis menggunakan metode yang dilakukan oleh Soayed dkk. (2013) dengan sedikit penyesuaian. Disiapkan 0,1428 gram (0,6 mmol) ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol dengan 0,024 gram (0,6 mmol) NaOH (1:1) yang dilarutkan dalam etanol. Kemudian larutan ligan ditambahkan ke dalam larutan sumber ion logam yang dibuat dari 0,0394 gram (0,2 mmol) MnCl₂.4H₂O dalam pelarut etanol dalam labu refluks 50 mL. Larutan direfluks selama 4 jam pada suhu 78 - 80 °C. Larutan hasil refluks didinginkan pada suhu kamar. Endapan yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator.

3.4 Karakterisasi Senyawa

3.4.1 Analisis Spektrofotometer Uv-Vis

Analisis spektrofotometer UV-Vis dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum kompleks. Logam MnCl₂.4H₂O dan kompleks hasil sintesis dilarutkan dalam etanol. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 200-800 nm.

3.4.2 Analisis ¹H dan ¹³C NMR

Analisis ¹H dan ¹³C NMR dilakukan dengan spektrofotometer NMR di Institut Teknologi Bandung. Ditimbang 10 mg sampel kemudian dilarutkan dengan DMSO dan dimasukkan ke dalam *sample tube*. Tabung sampel dimasukkan ke dalam alat. Untuk ¹H NMR dilakukan pengukuran pada pergeseran kimia 0-14 ppm sedangkan untuk ¹³C NMR dilakukan pengukuran pada pergeseran kimia 0-200 ppm.

3.4.3 Analisis Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Pada analisis ini dibagi menjadi dua tahap yaitu persiapan larutan standar dan persiapan larutan sampel. Analisis dilakukan untuk mengetahui kadar mangan pada senyawa kompleks yang telah disintesis. Analisis SSA menggunakan larutan standar $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan 5 konsentrasi, yakni 1 ppm, 2 ppm, 5 ppm, 6 ppm dan 8 ppm. Larutan standar ion logam mangan dibuat dengan melarutkan 0,035 gram $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ditambah 1 mL HCl pekat dalam aquademin pada labu ukur 100 mL untuk mendapatkan larutan stok 100 ppm. Kemudian diencerkan menjadi 50 ppm dengan mengambil 25 mL larutan stok 100 ppm ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan aquademin hingga tanda batas. Selanjutnya dibuat larutan standar mangan dengan konsentrasi 1, 2, 5, 6 dan 8 ppm dengan cara mengambil 10, 8, 6, 4 dan 2 mL larutan standar 50 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan dengan aquademin yang telah ditambah dengan 1 mL HCl pekat sampai tanda batas.

Larutan cuplikan 100 ppm disiapkan dengan menimbang 0,0050 gram cuplikan. Cuplikan selanjutnya dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 pekat dan ditambahkan aqua aquademin hingga tanda batas labu ukur 100 mL. Kemudian diambil 5 mL larutan cuplikan 100 ppm dan diencerkan dengan aquademin hingga 50 mL.

3.4.4 Analisis Elemental Analyzer

Alat yang digunakan untuk analisis mikrounsur C, H, N distandardisasi menggunakan *L-Cistein Standar* ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$, C = 29,99%, H = 5,03%, N = 11,66%, S = 26,69% dan O = 26,63%) sebelum digunakan. Sebanyak 10 mg cuplikan ditempatkan dalam alumunium foil, kemudian dimasukkan dalam pelat berlubang untuk dilakukan pembakaran dengan gas oksigen. Kemudian alat mikrounsur dijalankan dan komposisi C, H, N yang terkandung dalam senyawa akan terbaca pada layar komputer.

3.4.5 Analisis Spektrofotometer FTIR

Analisis spektrofotometer inframerah dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam senyawa. Langkah awal yang dilakukan adalah pembuatan *pellet*. Sampel

ditambahkan KBr dengan perbandingan sampel dan KBr yaitu 1:10. Kedua senyawa tersebut kemudian digerus secara bersamaan pada cawan agat hingga tercampur sempurna. Setelah itu, dimasukkan serbuk campuran dalam *press holder*, ditekan perlahan hingga terbentuk *pellet*. Selanjutnya *pellet* tersebut diukur spektrumnya pada bilangan gelombang 375–4000 cm⁻¹.

3.4.6 Analisis *Thermogravimetric Analyzer* (TGA)

Analisis termogravimetri (TGA) dilakukan dengan menyiapkan cuplikan sebanyak 5–10 mg yang diletakkan pada cawan alumina kemudian ditimbang massanya selama pemanasan. Analisis cuplikan dilakukan pada rentang suhu 20–600 °C dengan laju pemanasan 10 °C/menit.

3.5 Uji Toksisitas Brine Shrimp Lethality (BSLT)

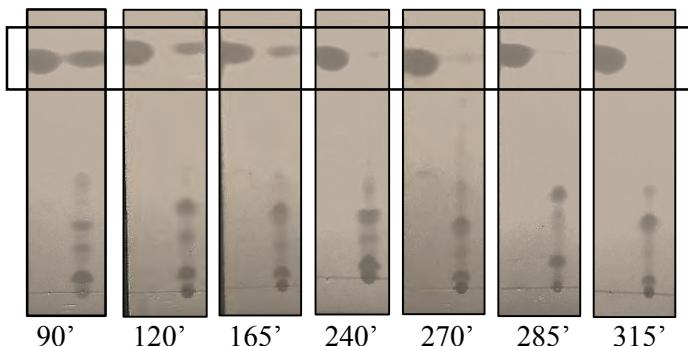
Pengujian dilakukan untuk menentukan nilai LC₅₀ (*Lethal Concentration* 50%, konsentrasi yang menyebabkan kematian 50% pada hewan uji) dari ligan dan kompleks hasil sintesis. Hewan uji yang digunakan adalah larva *Artemia salina*. Uji ini diawali dengan menetasan telur *Artemia salina* dalam air laut selama 48 jam. Media penetasan telur dibuat dengan merangkai botol plastik yang telah diisi dengan air laut dan diberi aliran oksigen dengan aerator serta disinari lampu. Setelah 48 jam diperoleh larva yang sudah aktif bergerak. Larva yang dihasilkan langsung diujikan dalam larutan senyawa kompleks.

Larutan uji dari ligan dan kompleks hasil sintesis dibuat dengan konsentrasi 500 ppm, 250 ppm, 100 ppm, 50 ppm, dan 10 ppm. Selanjutnya diambil masing-masing sebanyak 50 µL dan dimasukkan ke dalam tabung berkapasitas 250 µL. Air laut sebanyak 150 µL yang sudah berisi dengan 6 ekor larva udang ditambahkan ke dalam masing-masing tabung yang sudah berisi larutan uji. Tabung didiamkan selama 24 jam dan diamati jumlah anak udang yang mati secara visual. Pengujian dilakukan tiga kali untuk masing-masing konsentrasi.

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Sintesis 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**) dilakukan menggunakan metode yang dilakukan oleh Dutta (2010) dengan mereaksi benzil (**18**), ammonium asetat (**19**) dan asetaldehida (**20**) dalam pelarut asam asetat glasial (**21**) yang direfluks pada suhu 118-120 °C selama 5 jam. Reaksi dipantau dengan kromatografi lapis tipis menggunakan benzil sebagai kontrol reaksi Gambar 4.1.

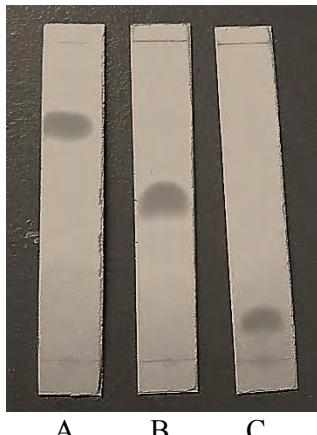


Gambar 4.1 Pemantauan reaksi dengan KLT

Pemantauan dengan KLT dilakukan setiap 15 menit menggunakan eluen n-heksana:etil asetat (7:3). Hasil pemantauan KLT menunjukkan adanya noda pada R_f yang sama dengan benzil (**18**) menandakan masih adanya reagen benzil (**18**) yang belum bereaksi dalam produk. Reagen ammonium asetat (**19**) dan asetaldehida (**20**) ditambahkan setiap 15 menit hingga noda pada R_f benzil (**18**) hilang yang menandakan benzil (**18**) telah habis bereaksi. Harus dilakukan penambahan reagen ammonium asetat (**19**) dan asetaldehida (**20**) karena reaksi berlangsung diatas titik didih kedua reagen tersebut.

Hasil reaksi dibiarkan selama 12 jam pada suhu ruang lalu ditambahkan 200 mL air demineralisasi kemudian dinetralkan dengan ammonium hidroksida. Padatan yang terbentuk disaring

dan dicuci dengan air demineralisasi kemudian dikeringkan dalam desikator untuk menghilangkan kandungan air. Padatan tak murni, dimurnikan dengan metode rekristalisasi menggunakan pelarut etil asetat. Produk yang diperoleh berwarna coklat pucat. Produk yang terbentuk diuji kemurniannya dengan KLT.



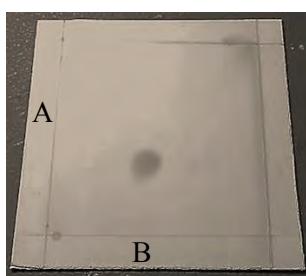
Keterangan eluen :

A = etil asetat (100%)

B = etil asetat:diklorometana (1:1)

C = etil asetat:n-heksana (3:7)

Gambar 4.2 Uji kemurnian senyawa dengan KLT 3 eluen



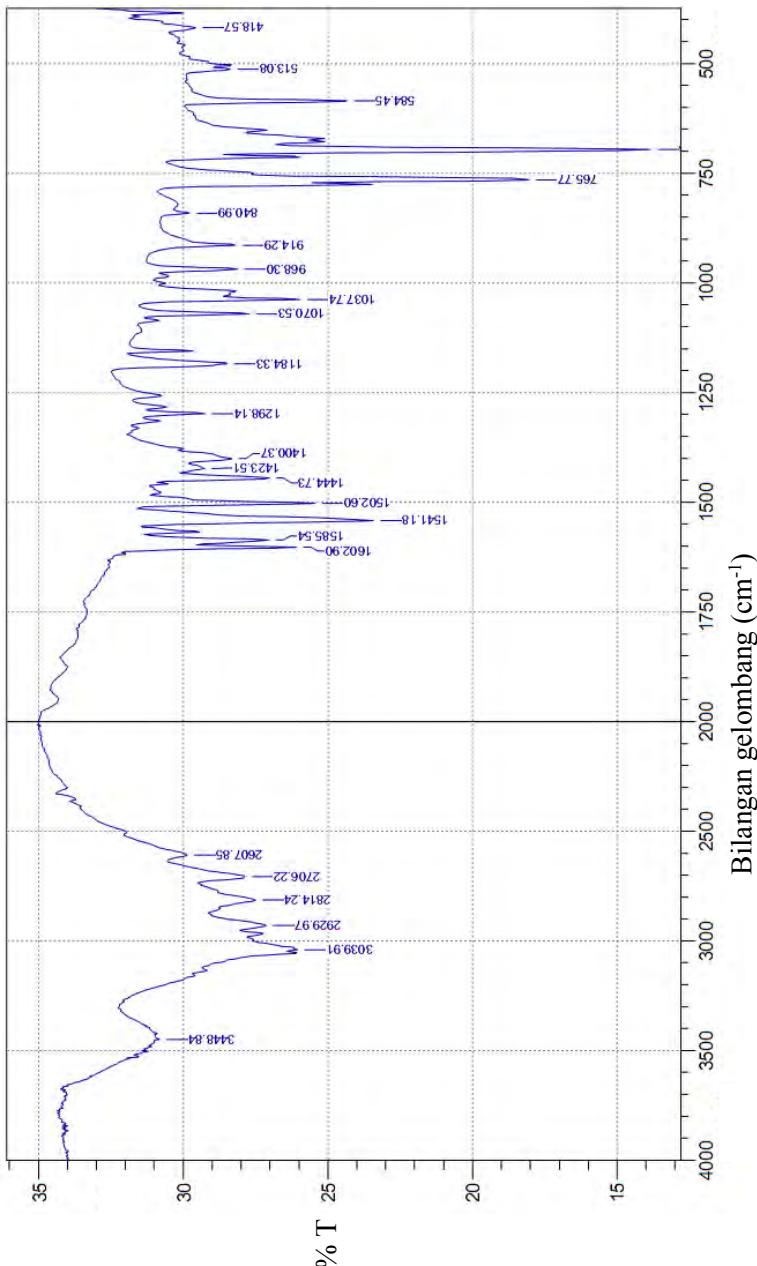
Keterangan eluen :

A = etil asetat : diklorometana (1:1)

B = etil asetat : n-heksana (6:4)

Gambar 4.3 Uji kemurnian senyawa dengan KLT 2D

Hasil uji kemurnian dengan KLT tiga eluen pada Gambar 4.2 dan dua dimensi pada Gambar 4.3 menunjukkan produk yang diperoleh telah murni yaitu ditandai dengan munculnya noda tunggal. Selanjutnya gugus fungsi yang dimiliki senyawa produk dianalisis menggunakan instrument FT-IR Gambar 4.4.

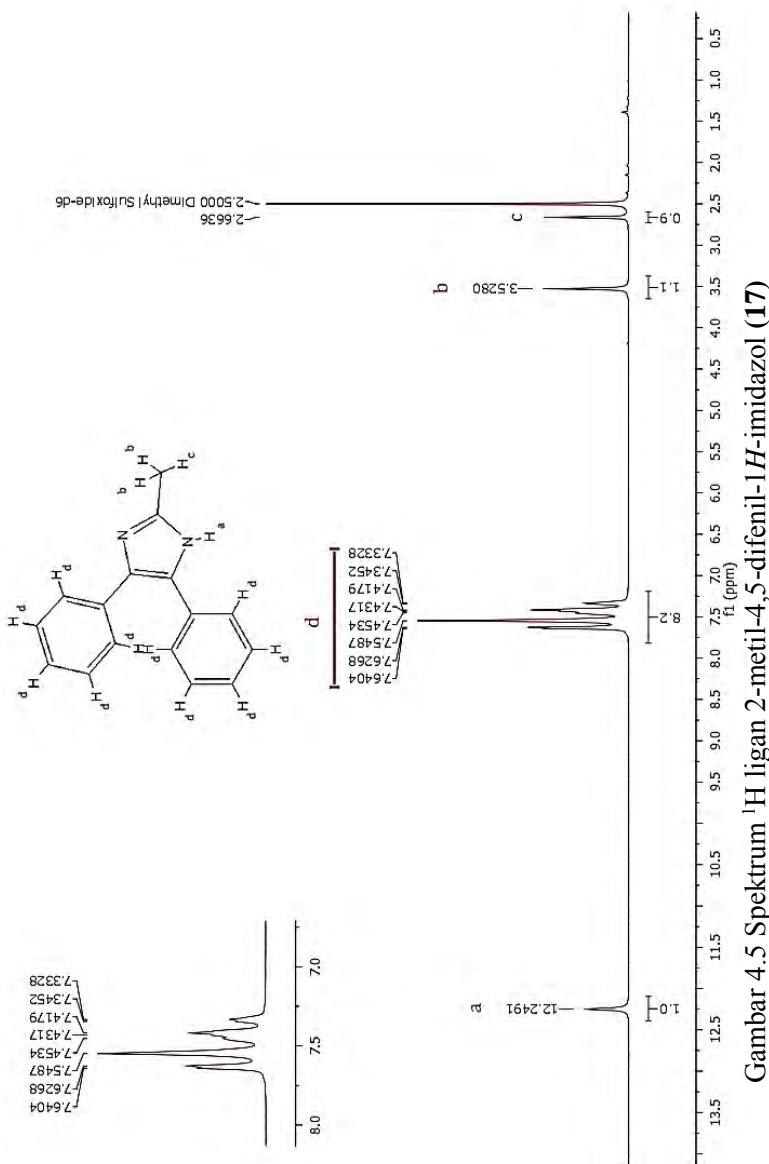


Gambar 4.4 Spektrum FTIR ligan 2-metil-4,5-dienil-1*H*-imidazol (17)

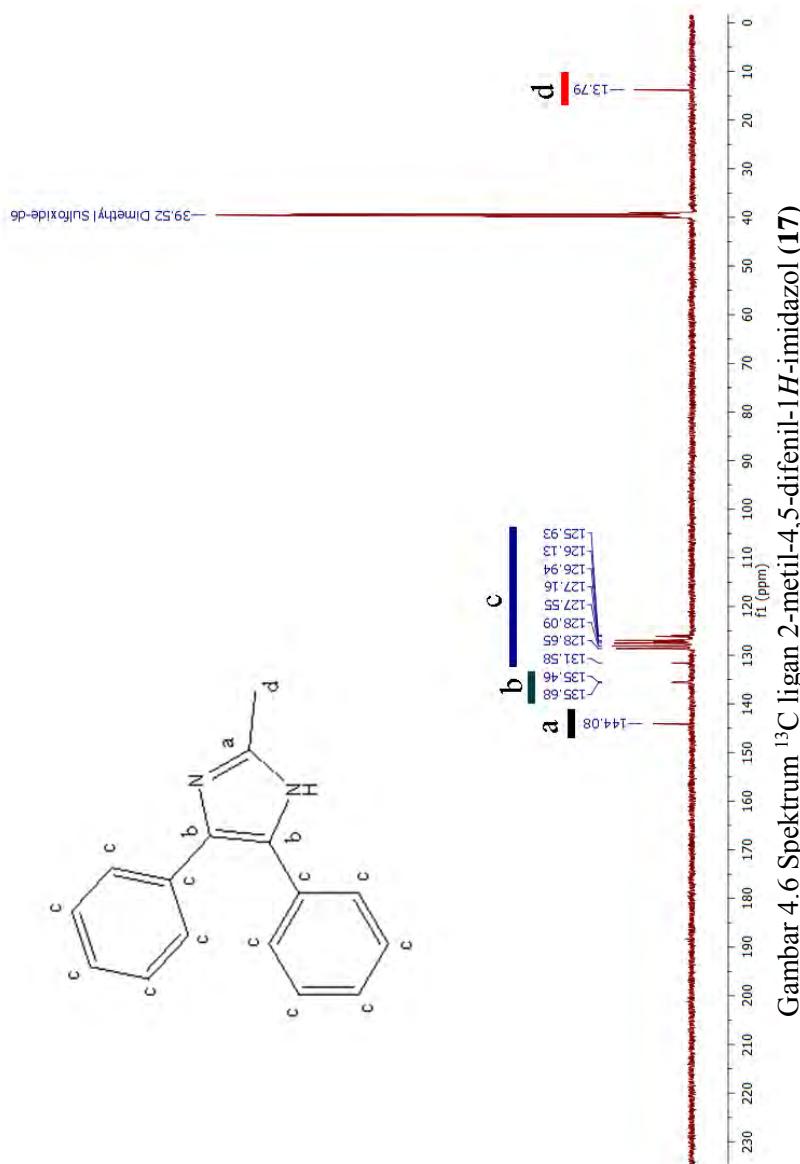
Spektrum FT-IR produk menunjukkan adanya gugus N-H sekunder dari cincin imidazol pada bilangan gelombang 3448,84 cm⁻¹ (Dutta, 2010). Begitupun bilangan gelombang 1602,9 cm⁻¹ dan 1184,33 cm⁻¹ mendukung keberadaan atom N pada imidazol yaitu ikatan C=N dan C-N. Bilangan gelombang 3039,91 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan C-H aromatik yang diperkuat dengan dua puncak pada bilangan gelombang 765,77 cm⁻¹ yang menunjukkan C-H aromatik dari fenil monosubstitusi. Sedangkan vibrasi C=C aromatik muncul pada bilangan gelombang 1444,73 cm⁻¹. Keberadaan substituen metil ditunjukkan dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 2929,97 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya ikatan C-H alifatik. Tidak adanya puncak disekitar bilangan gelombang 1700 cm⁻¹ yang merupakan pita serapan gugus C=O menunjukkan tidak ada lagi reagen benzil (**18**) dalam produk.

Identifikasi produk dalam DMSO dengan spektrometer NMR memberikan spektrum ¹H NMR seperti pada Gambar 4.5 yang sesuai dengan struktur 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**). Sinyal singlet pada pergeseran kimia 12,24 ppm merupakan sinyal dari proton N-H (Puratchikody dan Doble, 2009). Sinyal multiplet pada pergeseran kimia 7,32-7,60 merupakan sinyal proton dari substituen 4- dan 5-difenil. Sedangkan sinyal proton dari substituen metil muncul pada pergeseran kimia 3,52 ppm dan 2,66 ppm, hal ini dikarenakan lingkungan proton yang dipengaruhi oleh keberadaan atom N. Proton yang dipengaruhi C=N akan muncul pada pergeseran kimia yang lebih besar (*downfield*) dibandingkan dengan proton yang dipengaruhi C-NH.

Begitu pula dengan spektrum ¹³C NMR, Gambar 4.6, yang menampilkan 12 sinyal karbon seperti yang dilaporkan Puratchikody dan Doble (2009) δ: 147,86; 140,94; 134,86; 132,23; 130,88; 129,93; 129,40; 129,23; 129,05; 128,70; 127,86 dan 22,86 ppm.



Gambar 4.5 Spektrum ^1H ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (17)



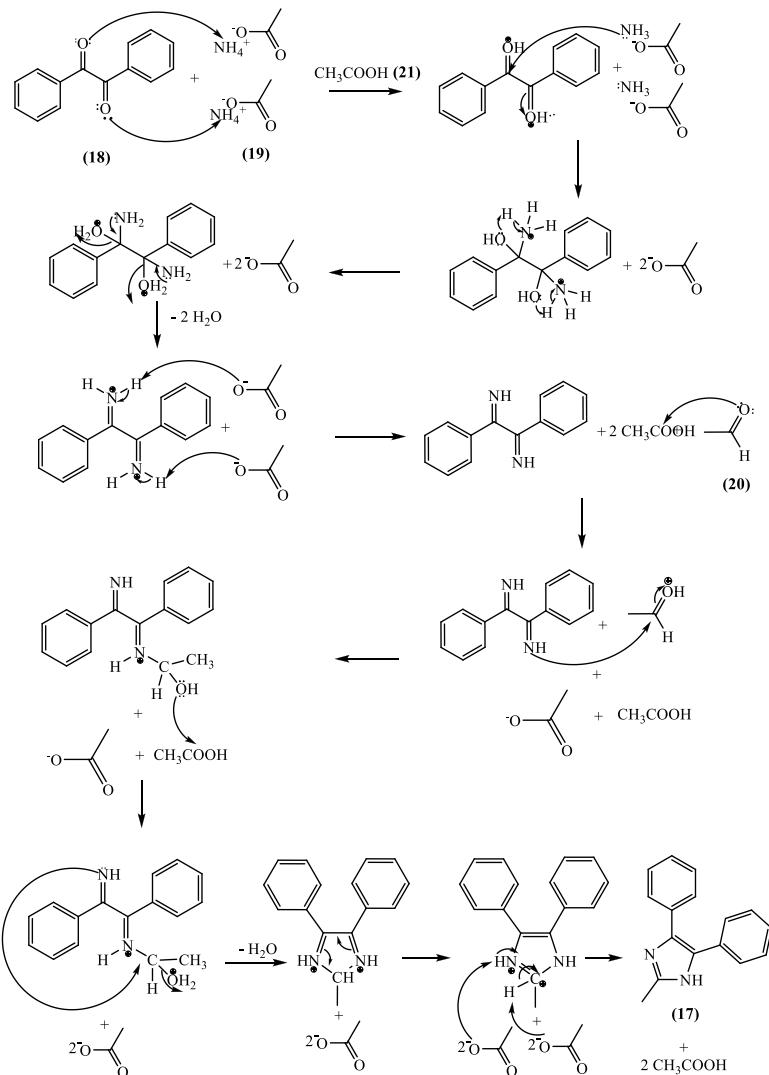
Gambar 4.6 Spektrum ^{13}C ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (17)



Gambar 4.7 Produk ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**)

Berdasarkan hasil analisis gugus fungsi dengan FT-IR serta analisis lingkungan proton dan karbon dengan spektrometer NMR dapat disimpulkan bahwa produk yang terbentuk adalah senyawa 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**) berupa padatan berwarna kuning pucat kecoklatan, Gambar 4.7, sebesar 0,6362 gram dengan rendemen 54,37% seperti yang diharapkan. Perhitungan selengkapnya terlampir pada Lampiran A. Adapun dugaan mekanisme reaksi yang terjadi disajikan pada Gambar 4.8.

Reaksi terjadi dalam dua tahap yakni tahap reaksi adisi nukleofilik dan tahap siklisasi intramolekuler. Reaksi adisi nukleofilik terjadi pada senyawa yang memiliki C ikatan rangkap dengan atom lain, misalnya karbonil. Pada reaksi ini terjadi pembentukan diimina sebagai produk reaksi adisi nukleofilik basa Lewis ammonia dari ammonium asetat terhadap gugus karbonil pada benzil. Selanjutnya terjadi serangan nukleofilik elektron bebas dari atom nitrogen diimina turunan benzil terhadap C tersier pada aldehid. Reaksi ini dilanjutkan dengan siklisasi intramolekuler oleh adanya serangan elektron bebas dari atom nitrogen diimina turunan benzil yang kedua terhadap C tersier pada aldehid yang diikuti pelepasan molekul air sebagai gugus lepas yang baik. Proses aromatisasi terjadi akibat adanya reaksi kesetimbangan oleh serangan spesi asetat terhadap proton pada gugus diimina sehingga membentuk cincin imidazol.



Gambar 4.8 Dugaan mekanisme reaksi sintesis ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (17)

4.2 Sintesis Kompleks Mangan(II)

Sintesis kompleks mangan(II) dengan ligand 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**) menggunakan metode yang dilakukan Soayed dkk. (2013) dengan beberapa penyesuaian. Larutan $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ sebagai sumber ion logam pusat dilarutkan dalam etanol dan ditambahkan ke dalam larutan ligand dan NaOH (1:1). Larutan $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ berwarna pink muda (cenderung tidak berwarna), ligand 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**) berwarna kuning kecoklatan. Pelarut etanol digunakan karena dapat melarutkan semua reagen sehingga dapat menciptakan suasana homogen, selain itu karena sifat etanol yang mudah menguap sehingga akan mudah mendapatkan kristal kompleks.

Larutan direfluks selama 5 jam pada suhu 78-80 °C, padatan coklat yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator. Filtrat disimpan dalam gelas beker dan ditutup dengan aluminium foil serta disimpan dalam desikator. Padatan kristal yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, Spektroskopi Serapan Atom (SSA), *Elemental Analyzer*, spektrofotometer FTIR, *Thermogravimetric Analyzer* (TGA) dan diuji toksitasnya dengan metode BS LT (*Brine Shrimp Lethality Test*).

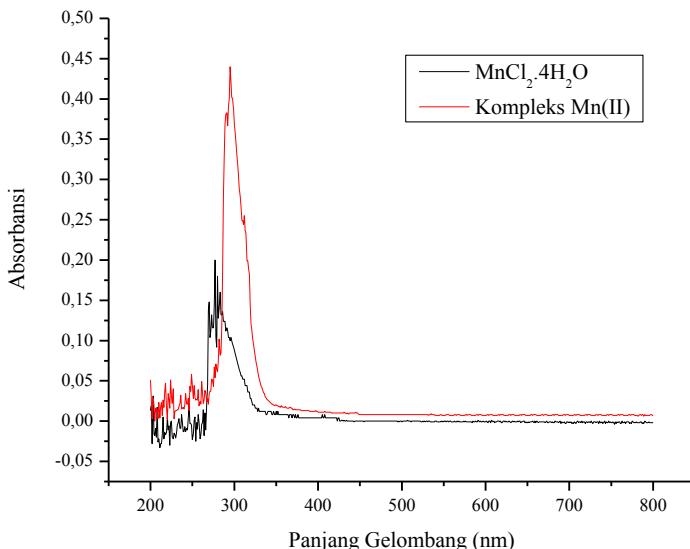


Gambar 4.9 Produk kompleks Mn(II) dengan ligand 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**)

Dari Gambar 4.9 terlihat bahwa kompleks berbentuk padatan polikristalin berwarna coklat kehitaman. Rendemen Kristal yang diperoleh sebesar 73,24%, perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran B.

4.2.1 Analisis Spektrofotometer UV-Vis

Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis berfungsi untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang maksimal (λ_{\max}) dari kompleks terhadap sumber ion logam. Senyawa kompleks dinyatakan terbentuk apabila panjang gelombang maksimal senyawa kompleks berbeda dari sumber ion logamnya. Pengukuran panjang gelombang maksimal dilakukan dengan molarutkan kompleks dan $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ dengan konsentrasi yang sama. Larutan kompleks berwarna cokelat terang dan larutan $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ berwarna pink muda. Pengukuran dilakukan pada daerah panjang gelombang 200-800 nm. Grafik hasil pengukuran panjang gelombang maksimal disajikan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Hasil pengukuran panjang gelombang maksimal $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ dan kompleks hasil sintesis

Berdasarkan grafik hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis diperoleh panjang gelombang maksimal kompleks sebesar 270 nm. Ini menunjukkan adanya pergeseran

panjang gelombang maksimal dibandingkan dengan sumber ion logam 295 nm. Hal tersebut membuktikan bahwa kompleks Mn(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**17**) sudah terbentuk.

4.2.2 Analisis Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Analisis kompleks dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) berfungsi untuk mengetahui kadar ion logam Mn(II) yang terkandung dalam kompleks yang disintesis. Kadar ion logam Mn(II) dalam kompleks disesuaikan dengan hasil analisis unsur C, H dan N dengan *elemental analyzer* untuk memperkuat perkiraan struktur yang terbentuk. Analisis AAS dimulai dengan membuat larutan standar Mn(II) dengan konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 5 ppm, 6 ppm, 8 ppm serta larutan sampel. Kurva kalibrasi dibuat dari larutan standar Mn(II) yang diukur absorbansinya dengan SSA, persamaan yang terbentuk digunakan untuk mencari kadar ion logam Mn(II) dalam sampel dengan memasukkan absorbansi sampel sebagai fungsi x. Kurva kalibrasi dan perhitungan analisis AAS disajikan pada Lampiran F.

Tabel 4.1 Perbandingan kadar Mn hasil eksperimen dan teori.

Rumus Molekul	% Mn
Sampel	13,63
[Mn(L)(H ₂ O) ₃ (Cl) ₂]·H ₂ O	12,73
[Mn(L)(H ₂ O) ₃ (Cl) ₂]· $\frac{1}{2}$ H ₂ O	13,00
[Mn(L)(H ₂ O) ₃ (Cl) ₂]·2H ₂ O	12,22
[Mn(L)(H ₂ O) ₂ (Cl) ₃]·H ₂ O	12,24
[Mn(L)(H ₂ O) ₅]	14,51

L = 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**17**)

Dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan regresi linier $y = 0,0493x + 0,0064$. Dengan memasukkan absorbansi sampel sebesar 0,0736 diperoleh konsentrasi logam Mn dalam sampel sebesar 1,36 ppm atau 13,63%. Perbandingan persentase kadar logam Mn dalam sampel dengan beberapa kemungkinan rumus molekul kompleks secara teori disajikan dalam Tabel 4.1. Dapat

dilihat bahwa kadar logam Mn secara eksperimen mendekati kadar logam Mn dari struktur $[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (**21**) yaitu 13,00%.

4.2.3 Analisis *Elemental Analyzer*

Analisis unsur CHN menggunakan alat *elemental analyzer* bertujuan untuk mengetahui kandungan relatif unsur karbon, hidrogen dan nitrogen dalam kompleks sehingga rumus molekul kompleks dapat diprediksi. Data hasil uji CHN dibandingkan dengan data hasil perhitungan teori beberapa kemungkinan rumus molekul kompleks. Data hasil eksperimen dan perhitungan teoritis ditampilkan pada Tabel 4.2 dan hasil perhitungan selengkapnya terlampir pada Lampiran G.

Tabel 4.2 Perbandingan kadar CHN hasil eksperimen dan teori.

Rumus Molekul	%C	%H	%N
Sampel	45,42	5,02	6,74
$[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$	44,44	5,09	6,48
$[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$	45,39	4,96	6,62
$[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	42,67	5,33	6,22
$[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_2(\text{Cl})_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$	42,71	4,45	6,23
$[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_5]$	50,66	6,33	7,39

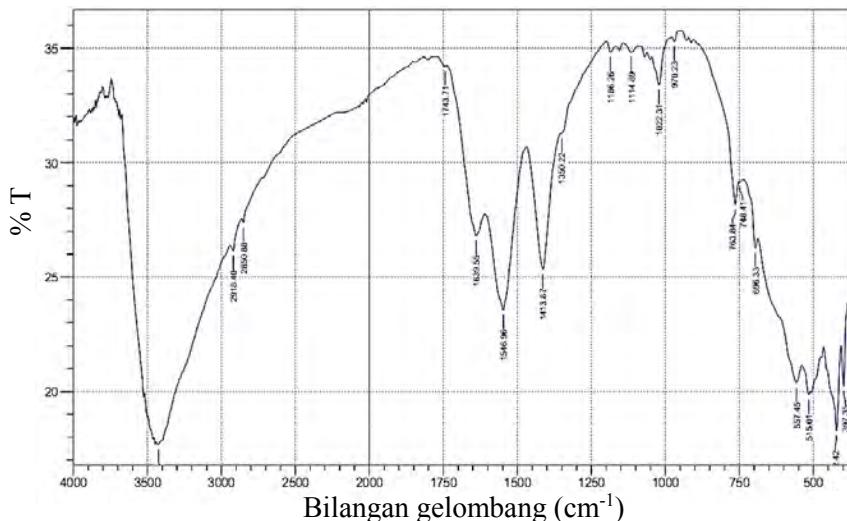
L = 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**7**)

Dari tabel diatas dapat diketahui rumus molekul yang memiliki kandungan unsur C, H dan N yang paling mendekati sampel adalah $[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (**21**). Hal ini sesuai dengan hasil yang diberikan dari analisis AAS serta hasil analisis TGA yang menunjukkan adanya molekul air kristal yang terikat pada kompleks.

4.2.4 Analisis Spektrofotometer FTIR

Hasil analisis gugus fungsi dengan FTIR ditampilkan pada Gambar 4.11 yang menunjukkan beberapa perbedaan puncak dibandingkan dengan hasil FTIR ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**17**). Diantaranya pita serapan baru dibanding spektrum

ligan pada bilangan gelombang sekitar 3700 cm^{-1} menunjukkan keberadaan molekul air bebas. Pita serapan C=N pada ligan muncul pada bilangan gelombang $1602,9\text{ cm}^{-1}$ sedangkan pada kompleks bergeser ke bilangan gelombang yang lebih besar ($1635,69\text{ cm}^{-1}$) yang menunjukkan koordinasi ion logam dan ligan terjadi antara atom nitrogen tersier dengan ion logam Mn. Data tersebut didukung dengan munculnya pita serapan baru pada $422,42\text{ cm}^{-1}$ merupakan pita serapan dari ikatan Mn-O (Radovanovic dkk., 2016). Juga tampak pita serapan baru pada bilangan gelombang $557,45$ dan $397,35\text{ cm}^{-1}$ yang berturut-turut merupakan ikatan dari Mn-N dan Mn-Cl (Soayed dkk., 2013).

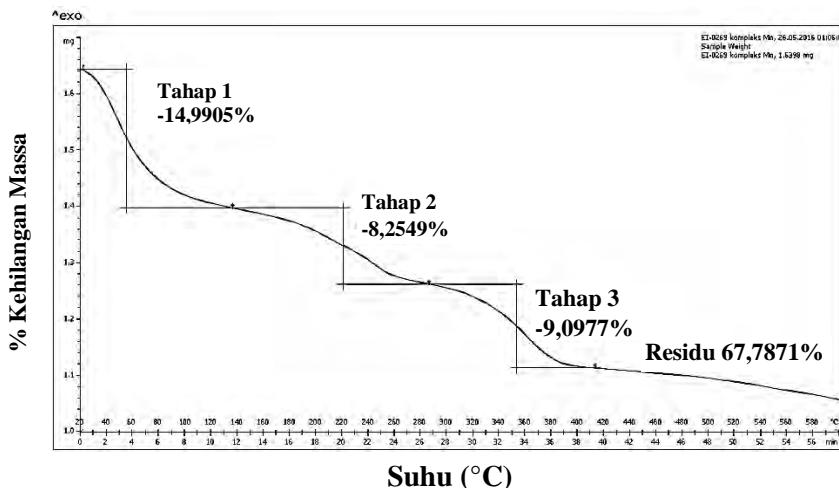


Gambar 4.11 Spektrum FTIR kompleks Mn(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**)

4.2.5 Analisis *Thermogravimetric Analyzer* (TGA)

Analisis termogravimetri dilakukan untuk mengetahui perubahan massa sampel yang terdekomposisi sebagai fungsi suhu. Perubahan massa yang diperoleh dibandingkan dengan massa awal sampel untuk mengetahui perkiraan molekul yang terdekomposisi. Hasil analisis TGA dapat digunakan untuk memperkuat perkiraan formula kompleks yang disintesis. Dalam penelitian ini analisis

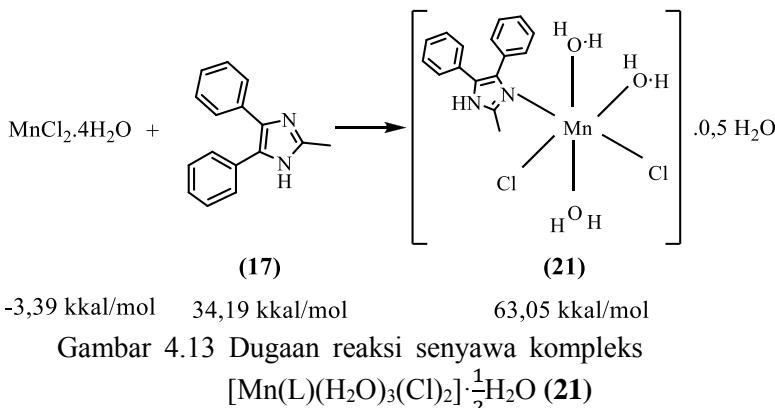
TGA dilakukan pada suhu 20-600 °C dengan kenaikan suhu sebesar 10 °C/menit. Kurva TGA kompleks Mn(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**17**) disajikan pada Gambar 4.12.



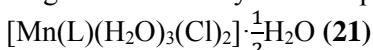
Gambar 4.12 Kurva TGA kompleks Mn(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**17**)

Dari kurva TGA diketahui kompleks terdekomposisi dalam 3 tahapan. Tahap pertama dengan kehilangan massa sebesar 14,9905% pada suhu 20-140 °C, kompleks kehilangan molekul air bebas. Tahap kedua dengan kehilangan massa sebesar 8,2549% pada suhu 140-290 °C, kompleks kehilangan 2 molekul air (secara teori 8,51%). Tahap yang ketiga dengan kehilangan massa sebesar 9,0977% pada suhu 290-420 °C kompleks kehilangan 1,5 molekul air dan dekomposisi ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**17**). Di atas suhu 420 °C kompleks menunjukkan stabilitas termal dimana tidak terjadi perubahan massa.

Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan AAS, CHN analyzer, FTIR dan TGA rumus molekul kompleks yang diperoleh adalah $[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (**21**) dengan L = 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (**17**). Struktur yang diprediksi berdasarkan rumus molekul yang diperoleh disajikan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Dugaan reaksi senyawa kompleks



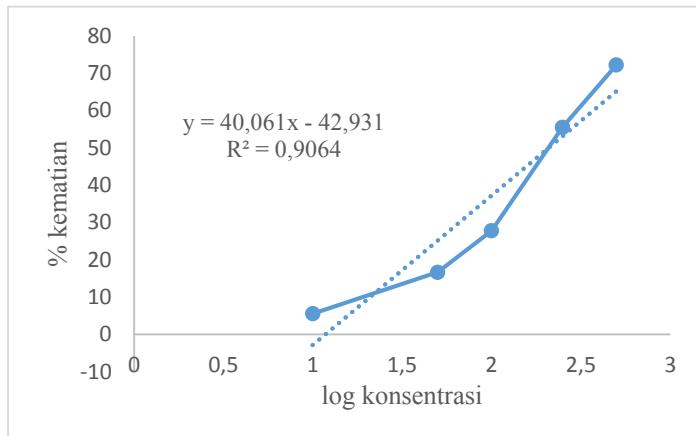
4.3 Uji Toksisitas BSLT

Uji toksisitas senyawa kompleks yang terbentuk dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT), uji ini menggunakan larva udang *Artemia salina L.* sebagai hewan uji. BSLT biasa digunakan sebagai seleksi pendahuluan untuk menentukan sifat toksisitas senyawa sebagai antibakteri dan antikanker (Yurttas dkk., 2013). Metode ini telah berhasil dibuktikan sebagai metode yang dapat dipercaya, tidak mahal dan hanya menggunakan sampel dalam jumlah yang sangat sedikit (Primahana dkk., 2015).

Telur *Artemia salina* ditetaskan pada wadah plastik berisi air laut yang dirangkai dengan lampu dan oksigen kontinu selama 48 jam hingga diperoleh larva yang aktif bergerak. Disiapkan larutan ligan dan kompleks stok 1000 ppm yang kemudian diencerkan menjadi konsentrasi 500 ppm, 250 ppm, 100 ppm, 50 ppm dan 10 ppm sebagai larutan uji. 150 μL air laut berisi 6 larva disiapkan dalam *microwell plate* dan ditambahkan 50 μL larutan uji, masing-masing konsentrasi direplikasi sebanyak 3 kali (*triplo*). Larutan kontrol sebagai blanko menggunakan 100% air laut. Pengujian dilakukan selama 24 jam. Data hasil uji BSLT disajikan dalam Tabel 4.3. Perhitungan nilai LC_{50} selengkapnya dilampirkan pada Lampiran J.

Tabel 4.3 Data hasil uji BSLT ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**).

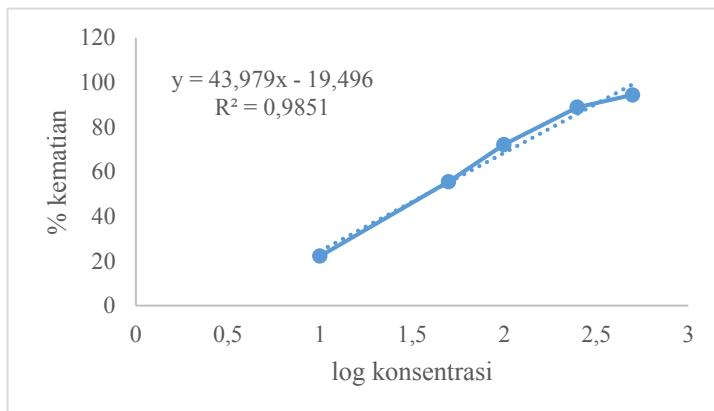
Konsentrasi	Log Konsentrasi	Larva mati	Larva hidup	Total	% Kematian
10	1	1 0 0	5 6 6	18	5,56
50	1,69	0 3 0	6 3 6	18	16,67
100	2	1 2 2	5 4 4	18	27,78
250	2,39	3 3 4	3 3 2	18	55,56
500	2,69	4 4 5	2 2 1	18	77,78



Gambar 4.14 Grafik hasil uji toksisitas BSLT ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**17**).

Tabel 4.4 Data hasil uji BSLT kompleks MnL(H₂O)₃Cl₂· $\frac{1}{2}$ H₂O (**21**)

Konsentrasi	Log Konsentrasi	Larva mati	Larva hidup	Total	% Kematian
10	1	1 1 2	5 5 4	18	22,22
50	1,69	5 2 3	1 4 3	18	55,55
100	2	4 5 4	2 1 2	18	72,22
250	2,39	5 5 6	1 1 0	18	88,88
500	2,69	6 5 6	0 1 0	18	94,44



Gambar 4.15 Grafik hasil uji toksisitas BSLT kompleks $[MnL(H_2O)_3Cl_2 \cdot \frac{1}{2}H_2O]$ (21)

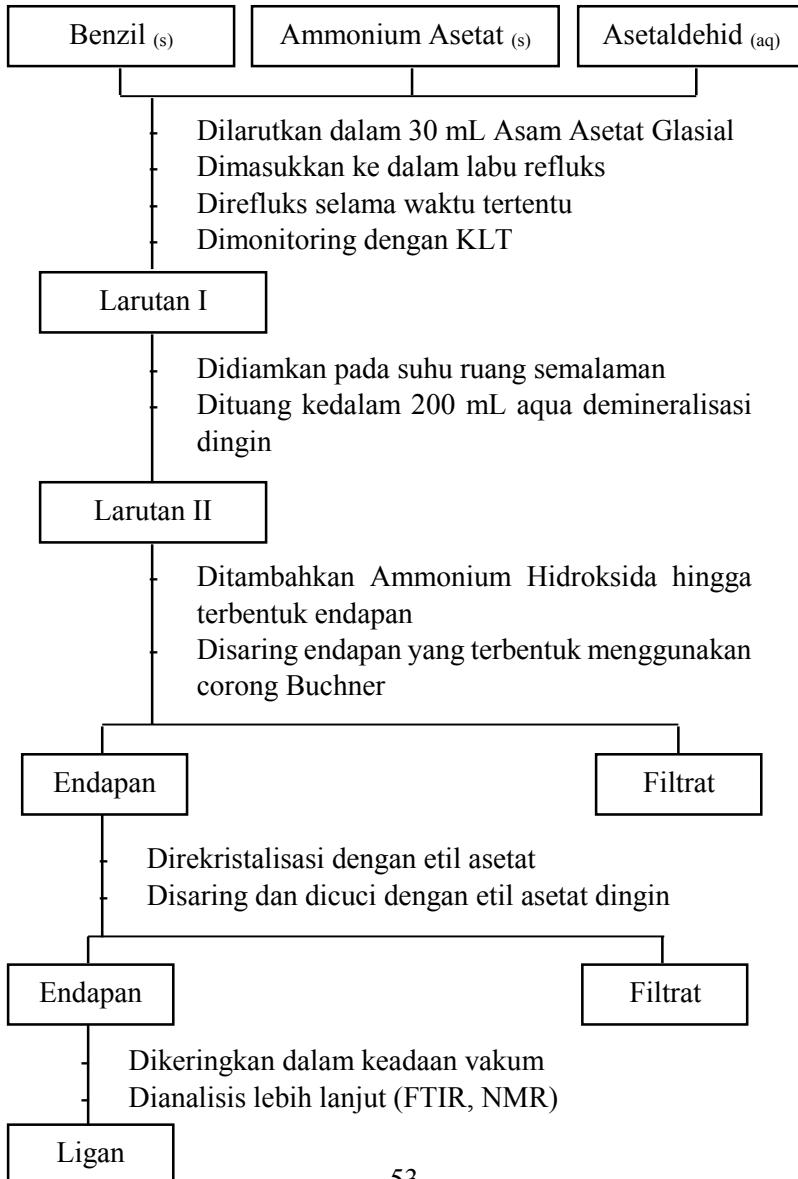
Dari Tabel 4.3 dan Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa konsentrasi berbanding lurus dengan % kematian larva udang. Dilakukan perhitungan nilai LC₅₀ seperti yang dilakukan Hendri dkk (2010). Diplotkan log konsentrasi dengan % kematian larva ke dalam grafik, Gambar 4.14 dan Gambar 4.15. Diperoleh persamaan garis $y = 40,061x - 42,931$ dari uji toksisitas BSLT ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (17). Dengan memasukkan nilai $y = 50$ untuk kematian 50% diperoleh nilai $x = 2,32$. Konsentrasi LC₅₀ sama dengan nilai antilog x yaitu 208,80 ppm. Sedangkan dari uji toksisitas kompleks $[MnL(H_2O)_3(Cl)_2] \cdot \frac{1}{2}H_2O$ (21) diperoleh persamaan garis $y = 43,979x - 19,496$. Dengan memasukkan nilai $y = 50$ untuk kematian 50% diperoleh nilai $x = 1,58$ dan nilai LC₅₀ sebesar 38,03 ppm.

Pada penelitian ini hasil uji BSLT terhadap kompleks $[MnL(H_2O)_3(Cl)_2] \cdot \frac{1}{2}H_2O$ (21) memiliki sifat bioaktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol (17) dan tergolong dalam senyawa yang toksik dengan nilai LC₅₀ < 200 ppm (McLaughlin dkk., 1991).

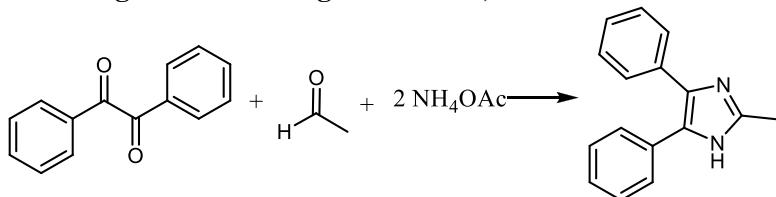
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN

Lampiran A Sintesis Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol



Perhitungan rendemen ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol



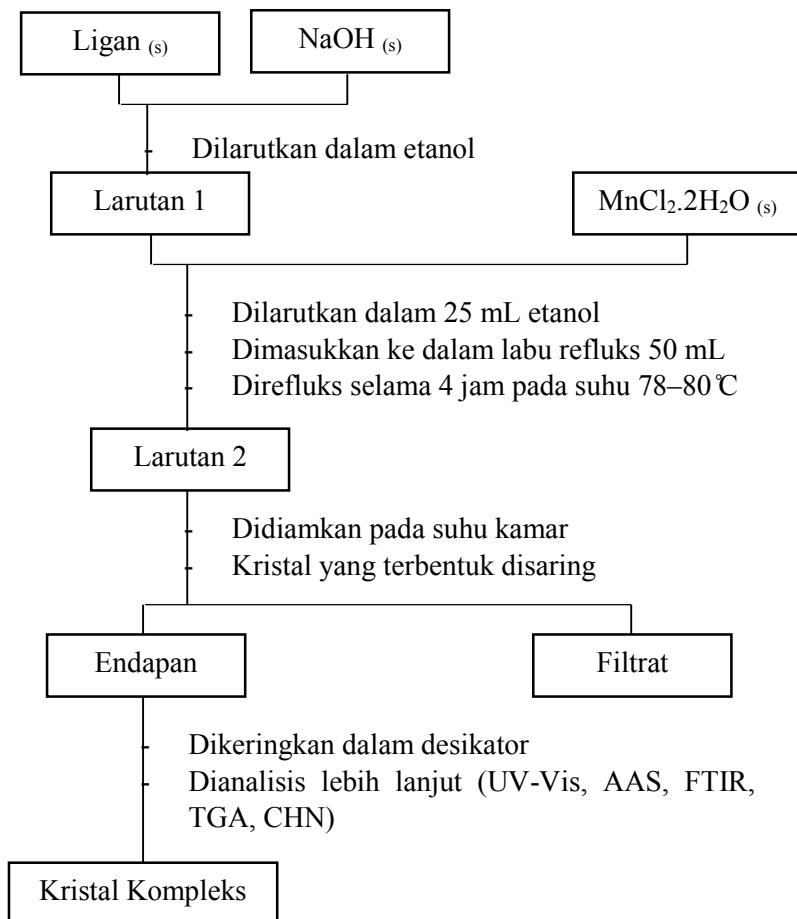
	(18)	(20)	(19)	(17)
m	C ₁₄ H ₁₀ O ₂ 5 mmol	C ₂ H ₄ O 5 mmol	2 NH ₄ OAc 10 mmol	C ₁₆ H ₁₄ N ₂ -
r	5 mmol	5 mmol	10 mmol	5 mmol
s	-	-	-	5 mmol
				10 mmol
				15 mmol

$$\begin{aligned}
 \text{Massa teoritis rendemen} &= \text{mol produk} \times \text{Mr produk} \\
 &= 0,005 \text{ mol} \times 234,12 \text{ g/mol} \\
 &= 1,1706 \text{ g}
 \end{aligned}$$

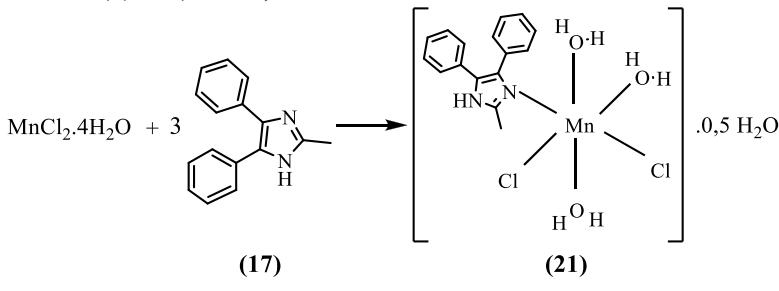
$$\text{Massa hasil percobaan} = 0,6362 \text{ g}$$

$$\begin{aligned}
 \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,6362}{1,1706} \times 100\% \\
 &= 54,34\%
 \end{aligned}$$

Lampiran B Sintesis Kompleks Mangan(II) dengan Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol



Perhitungan rendemen kompleks $[\text{Mn}(2\text{-metil-4,5-difenil-1H-imidazol})(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}_2 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}]$



-3,39 kkcal/mol 34,19 kkcal/mol

63,05 kkcal/mol

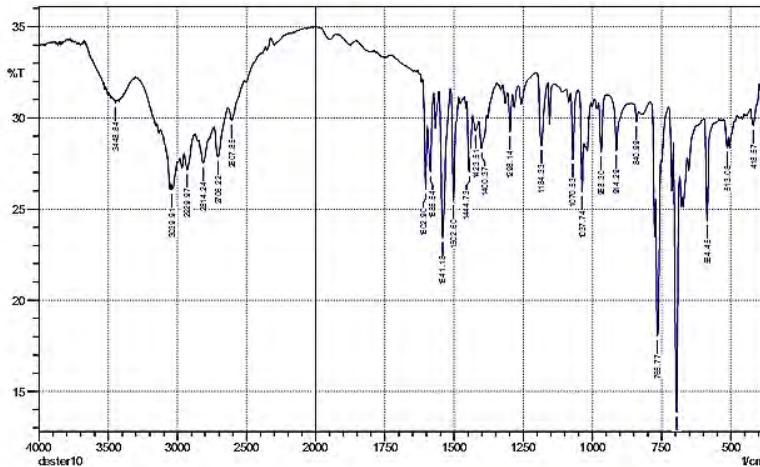
	$\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	3 L	\longrightarrow	$\text{MnL}(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}_2 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$	2 L	0,5 H_2O
m	0,2 mmol	0,6 mmol		-	-	-
r	0,2 mmol	0,6 mmol		0,2 mmol	0,4 mmol	0,1 mmol
s	-	-		0,2 mmol	0,4 mmol	0,1 mmol

$$\begin{aligned}\text{Massa teoritis rendemen} &= \text{mol produk} \times \text{Mr produk} \\ &= 0,0002 \text{ mol} \times 423 \text{ g/mol} \\ &= 0,0864 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\text{Massa hasil percobaan} = 0,0632 \text{ g}$$

$$\begin{aligned}\% \text{ rendemen} &= \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{0,0632}{0,0864} \times 100\% \\ &= 73,24\%\end{aligned}$$

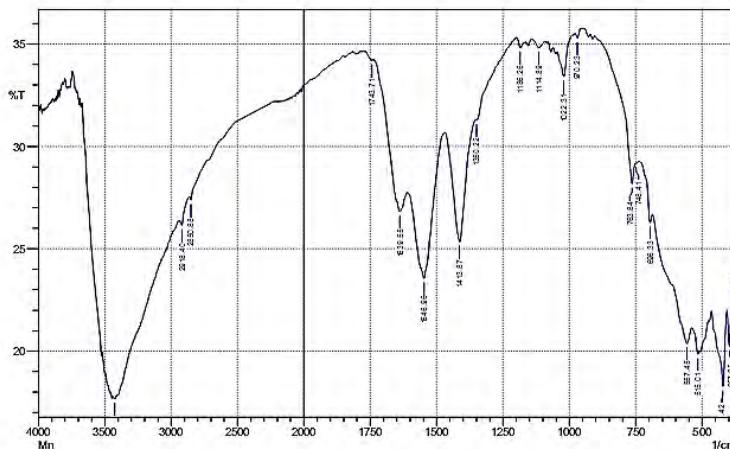
Lampiran C Spektrum FTIR Ligand 2-metil-4,5-dimetil-1*H*-imidazol



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	29.571	1.046	430.14	406.99	12.071	0.173
2	513.08	28.363	0.81	526.58	509.22	9.283	0.061
3	584.45	24.343	5.542	596.02	559.38	20.094	0.845
4	606.33	13.856	3.393	705.97	684.75	14.829	2.821
5	765.77	18.043	8.143	771.55	754.19	11.617	1.631
6	840.99	29.785	0.674	860.28	833.28	13.946	0.043
7	914.29	28.186	2.879	945.15	871.85	37.966	0.711
8	968.3	28.118	2.878	977.91	950.94	14.111	0.396
9	1037.74	25.955	3.624	1053.17	1030.02	12.363	0.29
10	1070.53	27.721	3.696	1080.17	1053.17	14.032	0.462
11	1184.33	28.479	3.75	1203.62	1161.19	21.781	0.899
12	1239.14	29.252	2.068	1307.78	1290.42	8.06	0.209
13	1400.37	28.336	1.619	1411.94	1381.08	16.531	0.393
14	1423.51	29.257	0.729	1433.16	1411.94	11.226	0.123
15	1444.73	27.028	3.529	1454.38	1433.16	11.511	0.574
16	1502.6	25.444	5.981	1514.17	1483.31	16.502	0.964
17	1541.18	23.433	8.058	1551.68	1514.17	22.403	2.09
18	1585.54	27.054	3.403	1597.11	1573.97	12.468	0.513
19	1602.9	26.091	4.331	1614.47	1597.11	9.31	0.437
20	2607.85	29.861	1.032	2636.78	2513.33	63.016	0.718
21	2706.22	27.861	1.94	2735.15	2636.78	52.728	1.31
22	2814.24	27.51	1.278	2847.03	2775.66	39.273	0.679
23	2929.97	27.134	1.242	2953.12	2883.68	38.485	0.67
24	3039.91	26.05	0.202	3047.63	3036.06	6.736	0.021
25	3448.84	30.819	0.153	3452.7	3443.05	4.921	0.011

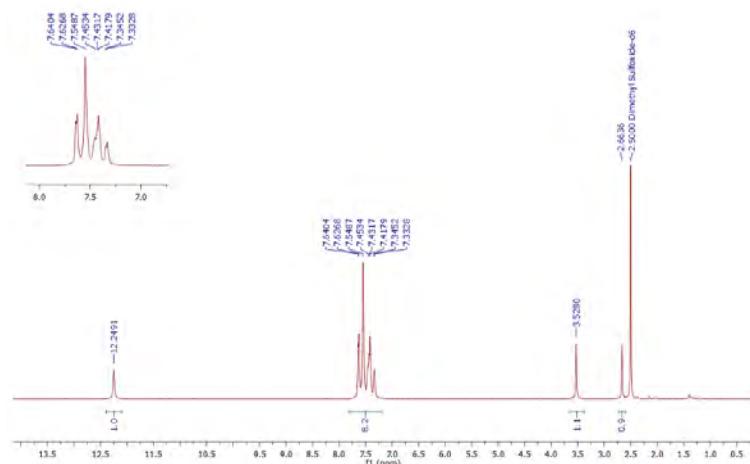
Gambar C1 Spektrum FTIR ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Lampiran D Spektra FTIR Kompleks Mangan(II) dengan Ligand 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

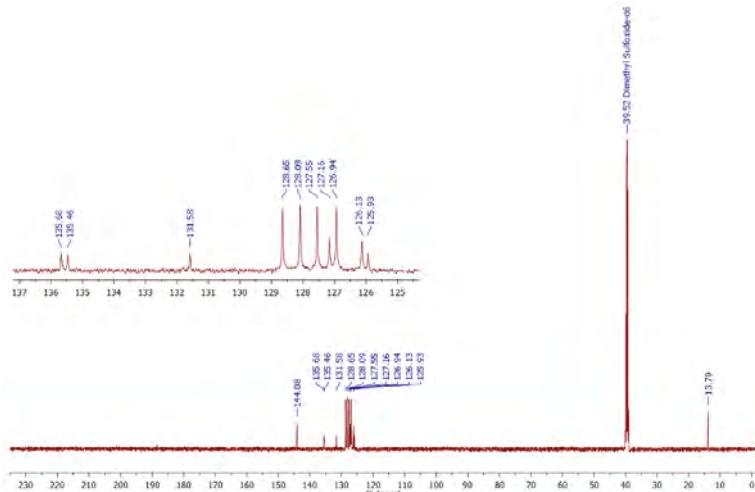


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	3973.35	20.237	2.403	405.06	383.85	13.97	0.418
2	422.42	18.28	3.722	464.86	406.99	21.23	2.173
3	515.01	19.855	0.376	540.09	509.22	21.23	0.035
4	557.45	20.373	1.415	686.68	540.09	93.788	2.164
5	696.33	26.273	0.821	736.83	688.61	26.67	0.122
6	748.41	29.175	0.019	750.33	738.76	6.184	0.003
7	763.84	28.17	1.48	904.64	752.26	73.972	0.319
8	970.23	35.296	0.317	979.87	954.8	11.273	0.038
9	1022.31	33.419	1.515	1045.45	979.87	30.274	0.425
10	1114.89	34.836	0.328	1141.9	1093.67	21.98	0.097
11	1166.26	34.831	0.302	1199.76	1165.04	15.819	0.077
12	1359.22	31.294	0.058	1352.14	1199.76	71.971	0.015
13	1413.87	25.344	5.625	1467.88	1354.07	62.167	4.264
14	1546.96	23.569	5.465	1608.69	1467.88	80.877	5.605
15	1639.55	26.813	2.443	1735.99	1610.61	65.97	1.892
16	1743.71	34.213	0.112	1768.78	1737.92	14.314	0.029
17	2850.88	27.382	0.3	2860.53	2729.37	71.571	-0.088
18	2918.4	26.151	0.537	2939.61	2860.53	45.15	0.124
19	3423.76	17.677	0.073	3429.55	3414.12	11.598	0.017

Gambar D1 Spektrum FTIR Kompleks $[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$

Lampiran E Spektrum ^1H dan ^{13}C NMR Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Gambar E1 Spektrum ^1H NMR ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol



Gambar E2 Spektrum ^{13}C NMR ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Lampiran F Perhitungan Kadar Ion Logam pada Kompleks Persiapan larutan

- a. Pembuatan larutan standar Mn(II)

- konsentrasi 100 ppm

$$\text{Mr MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 197,9 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Mn} = 55 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$$

$$= \frac{100 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 197,9 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}}{55 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

$$= 0,0358 \text{ g dalam } 100 \text{ mL pelarut}$$

- b. Pengenceran larutan standard konsentrasi 100 ppm menjadi 50

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 100 = 50 \cdot 50$$

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

- c. Pengenceran larutan standard konsentrasi 50 ppm menjadi 8 ppm, 6 ppm, 5 ppm, 2 ppm dan 1 ppm

- konsentrasi 8 ppm

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 50 = 50 \cdot 8$$

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

- konsentrasi 6 ppm

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 50 = 50 \cdot 6$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

- konsentrasi 5 ppm

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 50 = 50 \cdot 5$$

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

- konsentrasi 2 ppm

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 50 = 50 \cdot 2$$

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

- konsentrasi 1 ppm

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 50 = 50 \cdot 1$$

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

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

- d. Pembuatan larutan cuplikan konsentrasi 100 ppm :

$$100 \frac{mg}{L} = \frac{\text{massa senyawa kompleks}}{0,05 L}$$

$$\text{Massa senyawa kompleks} = 5 \text{ mg}$$

- e. Pengenceran larutan cuplikan konsentrasi 100 ppm menjadi 10 ppm

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 100 = 50 \cdot 10$$

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

Perhitungan kadar ion logam Mn(II)

Tabel F1 Data absorbansi larutan standar Mn

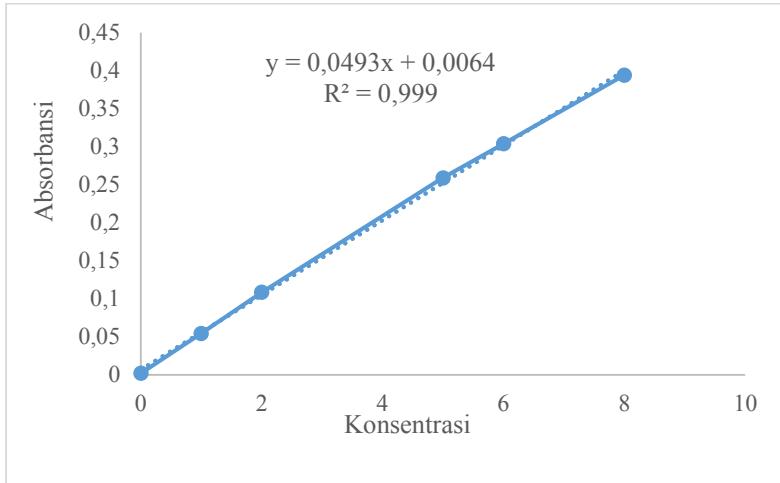
Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0,0019
1	0,0543
2	0,1085
5	0,2590
6	0,3040
8	0,3942
Sampel	0,0736

Data absorbansi pada Tabel F1 diplotkan pada grafik terhadap konsentrasi untuk membuat kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi larutan standar Mn ditampilkan pada Gambar F1. Kadar Mn dapat diketahui dengan memasukkan nilai absorbansi sampel sebagai nilai y dalam persamaan kurva kalibrasi.

$$y = 0,0493x + 0,0064$$

$$0,0736 = 0,0493x + 0,0064$$

$$x = 1,36$$



Gambar F1 Kurva standar Mn(II)

$$mg \text{ sampel} = 1,36 \frac{mg}{L} \times 0,05 L$$

$$mg \text{ sampel} = 0,068 mg \text{ (10 ppm)}$$

$$mg \text{ sampel} = 0,68 mg \text{ (100 ppm)}$$

$$\% Mn = \frac{0,68 mg}{5 mg} \times 100\%$$

$$\% Mn = 13,63\%$$

Lampiran G Perhitungan Kadar Unsur

Rumus molekul senyawa kompleks yang diperoleh ialah [Mn(2-metil-4,5-difenil-1H-imidazol)(H₂O)₃Cl₂]·0,5H₂O. Perhitungan persentase teoritis setiap unsur dilakukan dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Mr kompleks} = 423 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar C} = 12 \text{ g/mol}; \text{Ar H} = 1 \text{ g/mol};$$

$$\text{Ar N} = 14 \text{ g/mol}; \text{Ar Mn} = 55 \text{ g/mol}$$

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

Untuk atom C, H dan N :

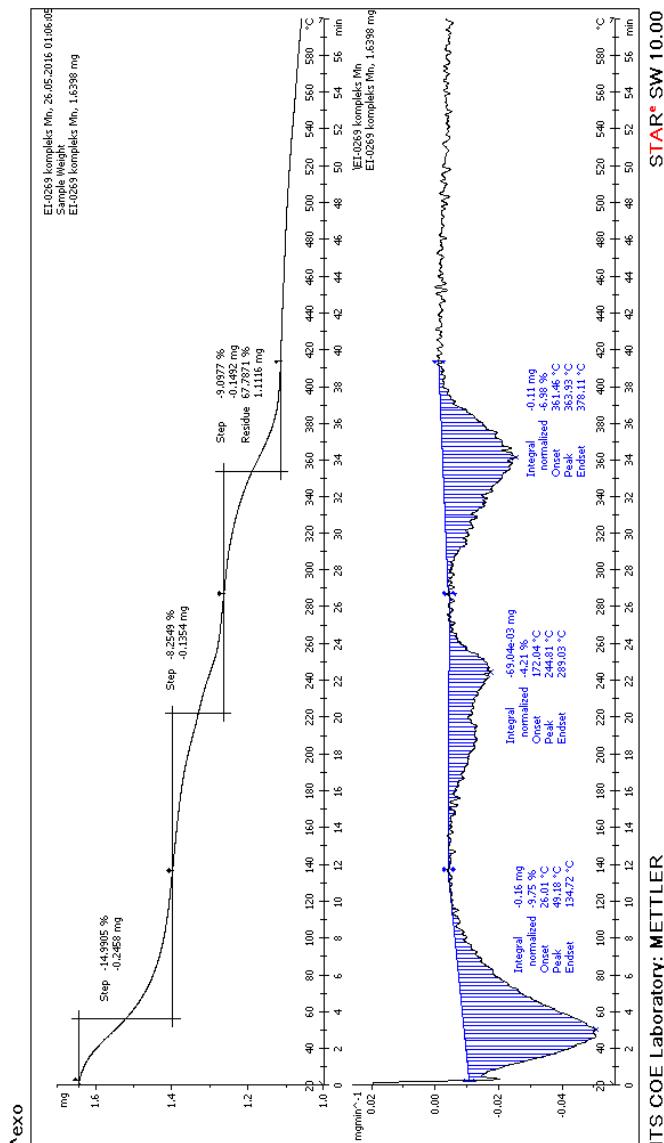
$$\% \text{ C} = \frac{16 \times 12}{423} \times 100\% = 45,39\%$$

$$\% \text{ H} = \frac{21 \times 1}{423} \times 100\% = 4,96\%$$

$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14}{423} \times 100\% = 6,62\%$$

$$\% \text{ Mn} = \frac{1 \times 55}{423} \times 100\% = 13,00\%$$

Lampiran H Kurva DTA/TGA Kompleks

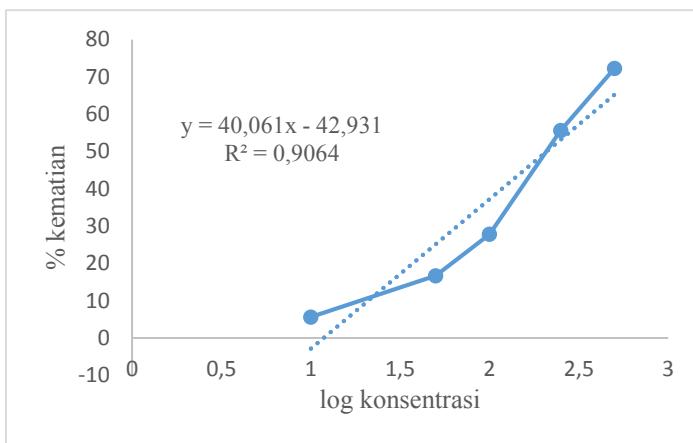


Gambar H1 Kurva diferensial berat senyawa kompleks

Lampiran I Perhitungan Nilai LC_{50} Metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

Tabel I1 Data hasil uji BSLT ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

Konsentrasi	Log Konsentrasi	Larva mati		Larva hidup		Total	% Kematian
10	1	1	0	0	5	6	18
50	1,69	0	3	0	6	3	18
100	2	1	2	2	5	4	18
250	2,39	3	3	4	3	2	18
500	2,69	4	4	5	2	1	18



Gambar I1 Grafik uji toksitas ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

- ❖ Dari Gambar I1 diperoleh persamaan:

$$y = 40,061x - 42,931$$

Untuk memperoleh nilai LC_{50} atau 50% kematian, dimasukkan nilai $y = 50$ ke dalam persamaan,

$$y = 40,061x - 42,931$$

$$50 = 40,061x - 42,931$$

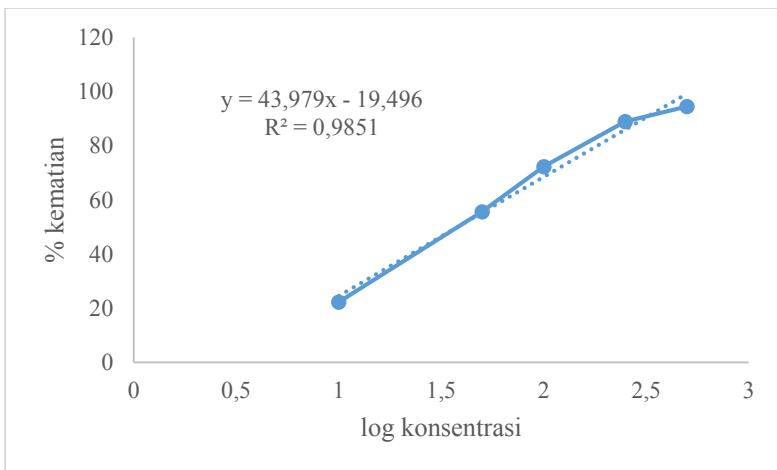
$$x = 2,31$$

$$\text{anti log } x = 208,8 \text{ ppm}$$

Sehingga diperoleh nilai LC₅₀ ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol sebesar 208,8 ppm.

Tabel I2 Data hasil uji BSLT kompleks $[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$

Konsentrasi	Log Konsentrasi	Larva mati		Larva hidup		Total	% Kematian
10	1	1	1	2	5	4	18
50	1,69	5	2	3	1	4	3
100	2	4	5	4	2	1	2
250	2,39	5	5	6	1	1	0
500	2,69	6	5	6	0	1	0



Gambar I2 Grafik uji toksisitas kompleks $[\text{Mn}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_3(\text{Cl})_2] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$

- Dari Gambar I2 diperoleh persamaan:

$$y = 43,979x - 19,496$$

Untuk memperoleh nilai LC₅₀ atau 50% kematian, dimasukkan nilai y = 50 ke dalam persamaan,

$$y = 43,979x - 19,496$$

$$50 = 43,979x - 19,496$$

$x = 1,58$
anti log x = 38,03 ppm
Sehingga diperoleh nilai LC₅₀ kompleks
 $[Mn(L)(H_2O)_3(Cl)_2] \cdot \frac{1}{2}H_2O$ sebesar 38,03 ppm.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**7**) telah berhasil disintesis. Struktur ligan hasil sintesis dibuktikan dengan ^1H dan ^{13}C NMR serta FTIR. Rendemen yang diperoleh sebesar 54,37%. Ligan yang didapatkan direaksikan dengan ion logam Mn(II) untuk membentuk kompleks. Kompleks yang dihasilkan berbentuk padatan polikristalin berwarna cokelat kehitaman. Formula kompleks yang dihasilkan berdasarkan karakterisasi menggunakan AAS, CHN *analyzer*, FTIR dan TGA adalah $\text{MnL}(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (**13**). Nilai LC₅₀ dari ligan dan kompleks hasil sintesis dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* sebesar 208,80 ppm dan 38,03 ppm. Nilai LC₅₀ kompleks lebih besar daripada ligan bebas menunjukkan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol (**7**) lebih aktif setelah dikomplekskan.

5.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya, perlu diupayakan mendapatkan metode pembentukan kristal tunggal dari kompleks tersebut agar dapat dikarakterisasi dengan XRD. Kristal tunggal. XRD kristal tunggal akan memberikan prediksi formula kompleks yang lebih tepat dan presisi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Bharty, M. K., Dani, R. K., Singh, N. K., Butcher, R. J. (2016). Polymeric, dimeric and monomeric Mn(II) complexes derived from [N'-pyridine-4-carbonyl)-hydrazine]-carbodithioic acid methyl ester and 1-isonicotinoyl-4-phenyl-3-thiosemicarbazide: Syntheses, crystal structure and thermal analysis. *Polyhedron*. **112**. 67-77.
- Bryliakov, K.P., Ottenbacher, R. V., Talsi, E. P. (2015). Bioinspired oxidations of aliphatic C-H groups with H₂O₂ in the presence of manganese complexes. *Journal of Organometallic Chemistry*. **793**. 102-107.
- Campoz-Gaxiola, J. J., Baez-Castro, A., Baldenebro-Lopez, J., Glossman-Mitnik, D., Hopfl, H., Cruz-Enriquez, A., Miranda-Soto, V., Parra-Hake, M. (2015). Novel synthesis, structural analysis, photophysical properties and theoretical study of 2,4,5-tris(2-pyridyl)imidazole. *Journal of Molecular Structure*. **1099**. 126-134.
- Carranza, J., Miguel J., Sletten, J. (2008). Hydrogen-bonded 2-(2-pyridyl)imidazole (pyim) manganese(II) complexes as building blocks for molecular assembling: Syntheses and structural characterization of cis-[Mn(pyim)₂X₂] compounds (X = N₃⁻, NCO⁻ and NCS⁻). *Inorganica Chimica Acta*. **361**. 2499–2507.
- Chang, R. (2005). *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti*, Edisi Ketiga, Jilid 2. Jakarta: Erlangga.
- Choirul A., Sirojudin, Firdausi, K. S. (2007). Analisis Gugus Fungsi pada Sampel Uji Bensin dan Spiritus Menggunakan Metode Spektoskopi FT-IR. *Berkala Fisika*. **10**. 79-85.
- Cotton, F. dan Wilkinson, G. (1989). *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta. Universitas Press.
- Day, R. A. dan Underwood, A. L. (1986). *Analisis Kimia Kuantitatif* Edisi Kelima. Jakarta: Erlangga.

- Deghan, G., Gorgannezhad, L., Ebrahimipour, S. Y., Naseri, A., Dolatabadi, J. E. N. (2016). Complex of manganese (II) with curcumin: Spectroscopic characterization, DFT study, model-based analysis and aniradical activity. *Journal of Molecular Structure*. **1109**. 139-145.
- Dutta, Satyajit (2010). Synthesis and anthelmintic activity of some novel 2-substituted-4,5-diphenyl imidazole. *Acta Pharm.* **60**. 229-235.
- Gilchrist, T. L. (1997). *Heterocyclic Chemistry*. England: Addison Wesley Longman Limited.
- Hart, D. J., Hadad, C. M., Craine, L. E., Hart, H. (2012). *Organic Chemistry A Short Course*, Thirteenth Edition. USA: Brooks/Cole.
- Hendri, M., Diansyah, G., Tampubolon, J. (2010). Konsentrasi Letal (LC₅₀-48 jam) Logam Tembaga (Cu) dan Logam Kadmium (Cd) Terhadap Tingkat Mortalitas Juwana Kuda Laut (*Hippocampus spp*). *Jurnal Penelitian Sains*. **13**. 26-30.
- Hinge, V.K., Joshi S.K., Shrivastava, B. D., Prasad, J., Srivastava, K. (2010). X-ray Absorption Studies of Copper(II) Mixed Ligand Complexes with Benzimidazol as One of the Ligand. *Indian Journal of Pure & Applied Physics*. **49**. 168-172.
- Jawaharmal, Lamba, H. S., Narwal, S., Singh, G., Saini, D. R., Kaur, A., Narwal, S. (2012). Synthesis of Novel Imidazol Compounds and Evaluation of Their Antimicrobial Activity. *Indo Global Journal of Pharmaceutical Science*. **2**. 147-156.
- Jayabharathi, J., Karunakaran, C., Kalaiarasi, V., Jayamoorthy, K. (2014). Characterization and electronic spectral studies of 2-(naphthalen-1-yl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole bound Fe₂O₃ nanoparticles. *Spectrochimica Acta Part A : Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **120**. 84-87.

- Juniarti, Osmeli, D., Yuhernita. (2009). Kandungan Senyawa Kimia, Uji Toksisitas (*Brine Shrimp Lethality Test*) dan Antioksidan (1,1-difenil-2-pikrilhydrazil) dari ekstrak daun saga (*Abrus precatorius L.*). *Makara Sains*. **13**. 50-54.
- Kalinowska, M., Piekut, J., Bruss, A., Follet, C., Sienkiewicz-Gromiuk, J., Swislocka, R., Rzaczynska, Z., Lewandowski, W. (2014). Spectroscopic (FT-IR, FT-Raman, ^1H , ^{13}C NMR, UV/VIS), thermogravimetric and antimicrobial studies of Ca(II), Mn(II), Cu(II), Zn(II) and Cd(II) complexes of ferulic acid. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. **122**. 631-638.
- Khopkar, S.M. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Long, Y., Serrao, E., Xu, Z., Debnath, B., Christ, F., Debysen, Z., Neamati, N. (2013). Discovery of a novel 5-carbonyl-1H-imidazole-4-carboxamide class of inhibitors of the HIV-1 integrase–LEDGF/p75 interaction. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*. **21**. 5963–5972.
- Martak, F., Utomo, W. P., Nugraheni, Z. V., Budi, P. (2016). Synthesis and Toxicity Test of M/Zn(II) Complexes [M = Mn(II), Co(II)] with Pyridine-2,6-dicarboxylic Acid Ligand. *Asian Journal of Chemistry*. **28**. 1-4.
- McLaughlin, J. L., Anderson J. E., Goetz C. M. (1991). A Blind Comparison of Simple Bench-top Bioassays and Human Tumour Cell Cytotoxicities as Antitumor Prescreens. *Phytochemical analysis*. **2**. 107-111.
- Meyer, B. N., Ferrighi N. R., Putnam, J. E., Jacobsen, L.B., Nichols, D. E., McLaughlin, J. L. (1982). Brine Shrimp: A Convenient General Bioassay for active Plant Constituents. *Planta Medica*. **45**. 31-34.
- Morzyk-Ociepa, B., Kokot, M., Rozycka-Sokolowska, E., Gielzak-Kocwin, K., Filip-Psurska, B., Wietrzyk, J., Michalska,

- D. (2014). Crystal structure, infrared and EPR spectra and anticancer activity in vitro of the novel manganese(II) complexes of indolecarboxylic acids. *Polyhedron*. **67**. 464-470.
- Nakamoto, K. (1978). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compound* Third Edition. New York: John Wiley and Sons Inc.
- Oxtoby, D.W., Gillis, H.P., Nachtrieb, N. H. (2003). *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*, Edisi keempat, Jilid II. Jakarta: Erlangga.
- Pavia, D., Lampman, G., Kriz, G., Vyvyan, J. (2009). *Introducton to Spectroscopy*, Third Edition. USA: Brooks/Cole Cengege Learning.
- Primahana, G., Ernawati, T., Dwiyatmi, I. D., Darmawan, A., Hanafi, M., Dewi, P. (2015). Synthesis of 2-Allylphenyl Cinnamate and Brine Shrimp Lethality Test Activity Evaluation. *Procedia Chemistry*. **16**. 694-699.
- Puratchikody, A., dan Doble, M. (2009). QSAR Studies on Antiepileptic and Locomotor in vivo Activities of 4,5-diphenyl-1H-imidazoles. *Chemistry Biologic Drug*. **74**. 173-182.
- Qi, Y. dan Wang, Y. (2014). Five new Mn(II) complexes based on flexible bis(imidazole) ligands: Synthesis, structure and magnetic properties. *Polyhedron*. **73**. 133–138.
- Qiu-Yun, C., Dong-Fang, Z., Juan, H., Wen-Jie, G., Jing, G. (2010). Synthesis, anticancer activities, interaction with DNA and mitochondria manganese complexes. *Journal of Inorganic Chemistry*. **104**. 1141-1147.
- Radovanovic, L., Rogan, J., Poleti, D., Rodic, M. V., Begovic, N. (2016). Structural diversity of manganese(II) complexes containing 2,2'-dipyridylamine and benzenedicarboxylates. Conformational analysis of tere-, iso- and phthalate ions: An experimental and quantum

- chemical approach. *Inorganica Chimica Acta*. **445**. 46-56.
- Rivai, H. (1995). *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta: UI-Press.
- Rivara, M., Pieroni, M., Wan, B., Zuliani, V., Franzblau, S. G., Costantino, G. (2015). Discovery of antitubercular 2,4-diphenyl-1H-imidazoles from chemical library repositioning and rational design. *European Journal of Medicinal Chemistry*. **100**. 44-49.
- Rouessac, F. dan Rouessac, A. (2007). *Chemical Analysis* Second Edition. London: John Wiley & Sons.
- Saito, T. (1996). *Inorganic chemistry*. Tokyo: Iwanami Shoten.
- Sibilia, P. (1996). *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*, Second Edition. New York: John Wiley-VCH.
- Singh, R. (2002). *Coordination Chemistry*. New Delhi: A mittal Publication.
- Skoog, D. A., Donald M. W., Holler, F. J. (2013). *Fundamentals of Analytical Chemistry*. USA: Brooks/Cole.
- Soayed, A. A., Refaat, H.M., El-din, D. A. N. (2013). Metal complexes of moxifloxacin-imidazole mixed ligands: Characterization and biological studies. *Inorganica Chimica Acta*. **406**. 230–240.
- Supratman, U. (2010). *Eludasi Struktur Senyawa Organik*. Bandung: Widya Padjajaran.
- Yar, M., Bajda, M., Shahzad, S., Ullah, N., Gilani, M. A., Ashraf, M., Rauf, A., Shaukat, A. (2015). Organocatalyzed solvent free an efficient novel synthesis of 2,4,5-trisubstituted imidazoles for α -glucosidase inhibition to treat diabetes. *Bioorganic Chemistry*. **58**. 65-71.
- Yurttas, L., Duran, M., Demirayak, S., Gencer, H. K., Tunali, Y. (2013). Synthesis and initial biological evaluation of substituted 1-phenylamino-2-thio-4,5-dimethyl-1H-

- imidazole derivatives. *Bioorganic & Medical Chemistry Letters*. **23**. 6764-6768.
- Ziarani, G.M., Dashtianeh, Z., Nahad, M. S., Badiei, A. (2013). One-pot synthesis of 1,2,4,5-tetra substituted imidazoles using sulfonic acid functionalized silica ($\text{SiO}_2\text{-Pr-SO}_3\text{H}$). *Arabian Journal of Chemistry*. **8**. 692–697.

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Desterlita Yosina Sualang, lahir di Bekasi pada tanggal 7 Desember 1993. Merupakan anak kelima dari lima bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Anugerah, SDN Mangun Jaya 05, SMP Negeri 7 Tambun Selatan dan SMA Negeri 1 Tambun Selatan. Pada tahun 2012, penulis diterima di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui jalur SNMPTN Undangan dan terdaftar dengan Nomor Regristasi Pokok 1412100016.

Penulis mengambil bidang minat Kimia Bahan Alam dan Sintesis dibawah bimbingan Dr. Fahimah Martak, M.Si. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif mengikuti kegiatan berorganisasi. Penulis pernah aktif dalam Himpunan Mahasiswa Kimia sebagai staff Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa bidang kaderisasi. Penulis juga aktif menjadi panitia diberbagai kegiatan. Penulis pernah melakukan kerja praktik di PT. Medco E&P Indonesia – Lematang Asset pada bulan Agustus 2015. Semoga hasil penelitian ini dapat memberikan manfaat dan inspirasi bagi pembaca untuk kemajuan ilmu pengetahuan, khususnya dalam bidang sintesis senyawa kompleks. Penulis dapat dihubungi melalui email: desterlitays@gmail.com.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”