



**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS
KOBALT(II) DENGAN LIGAN (6E)-N²-((E)-
2-(6-AMINOPIRIDIN-2-ILIMINO)-1,2-
DIFENILETILIDIN)PIRIDIN-2,6-DIAMINA**

Oleh :

ANDIKA PUTRI NINGTYAS

1412100017

Dosen Pembimbing :

Dr. Fahimah Martak, M.Si

Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2016

OUTLINE



1

PENDAHULUAN

2

METODOLOGI PENELITIAN

3

HASIL DAN PEMBAHASAN

4

KESIMPULAN

PENDAHULUAN

Latar Belakang



Basa Schiff



Kimia
koordinasi

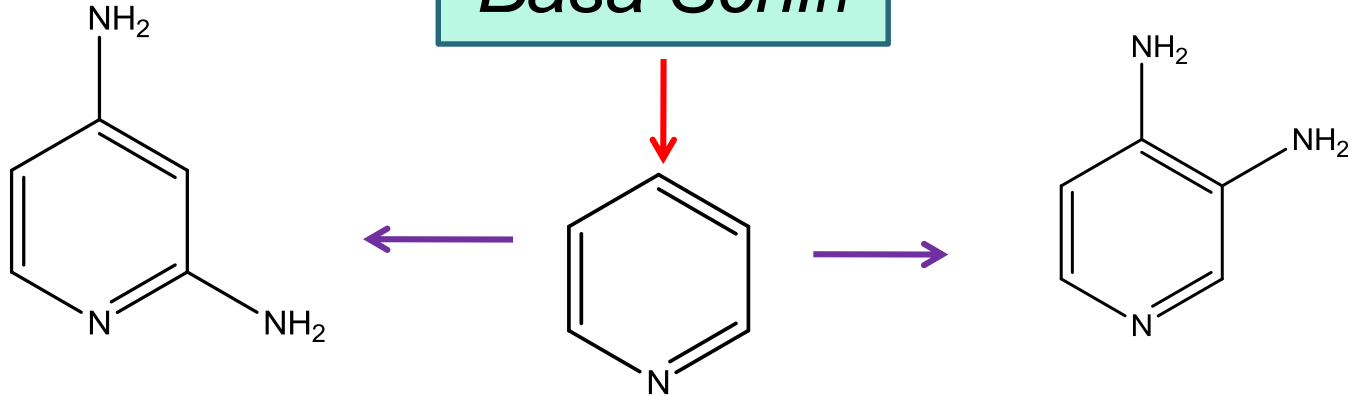


Antibakteri (Ren *et al.*, 2002)
Antijamur
Penghambat tumor
(Dospil, 2001)

Latar Belakang



Basa Schiff

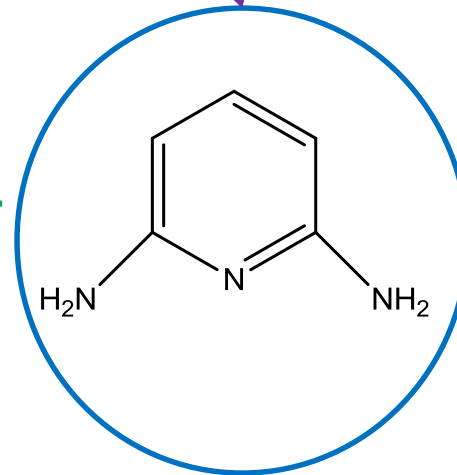


Salmonella
typhimurium

TA98

200 $\mu\text{g/L}$

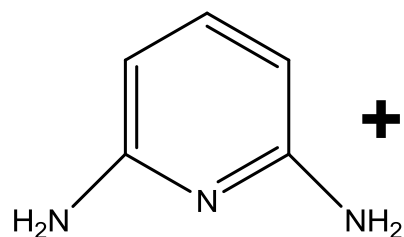
(Sugimura, et al., 1982)



bakteri
Escherichia
coli

(JETOX, 1997)

Latar Belakang



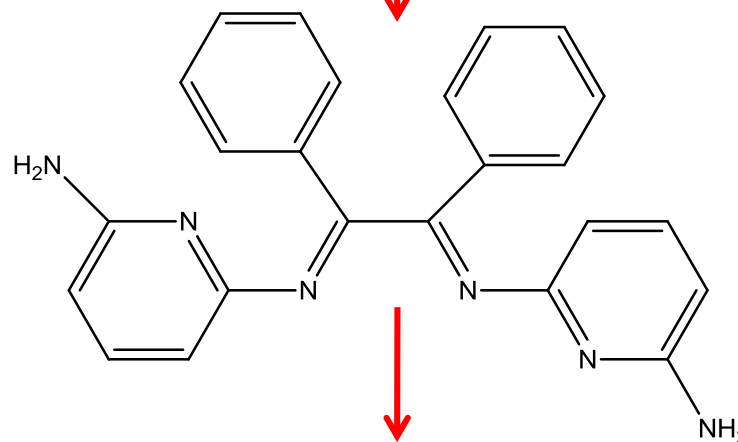
+

Senyawa
Aromatik



< IC₅₀

(Goswami dan Arvind,
2012)



(1)

Bakteri *Basilus subtilis* IC₅₀ 5µg/mL
(Jayalakhsmi dan Rajavel, 2015)

Latar Belakang



2,6-Bis(2,6-dietilfeniliminometil)piridin
(Built *et al.*,2015)

Uji
toksisitas
→

HCT-15
IC₅₀ 65,1 μM

Kompleks Co(II) 2,6-Bis(2,6-dietilfeniliminometil)piridin
(Built *et al.*,2015)

↓
Uji
toksisitas

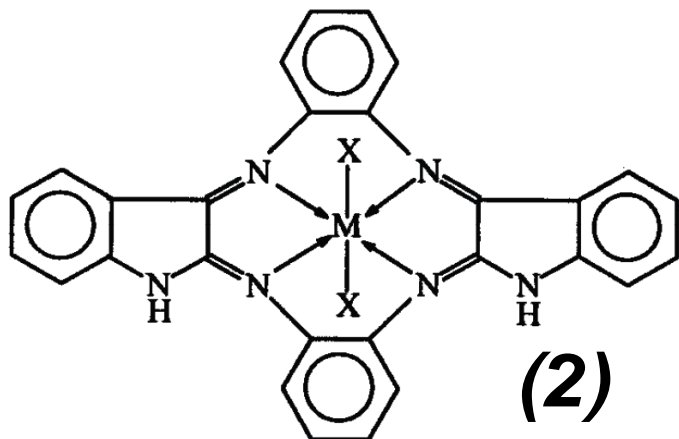
HCT-15 IC₅₀ 45,6 μM



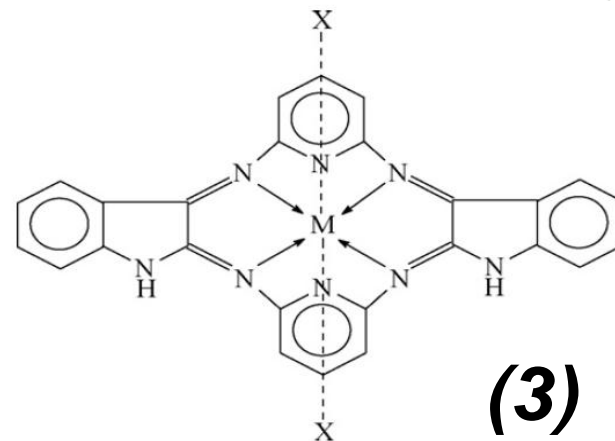
Logam Co

- membran transport dalam sel darah manusia
(Lison and Lauwerys, 1994)
- menghambat pertumbuhan bakteri dan jamur
(Simonsen *et al.*, 1999)

Latar Belakang



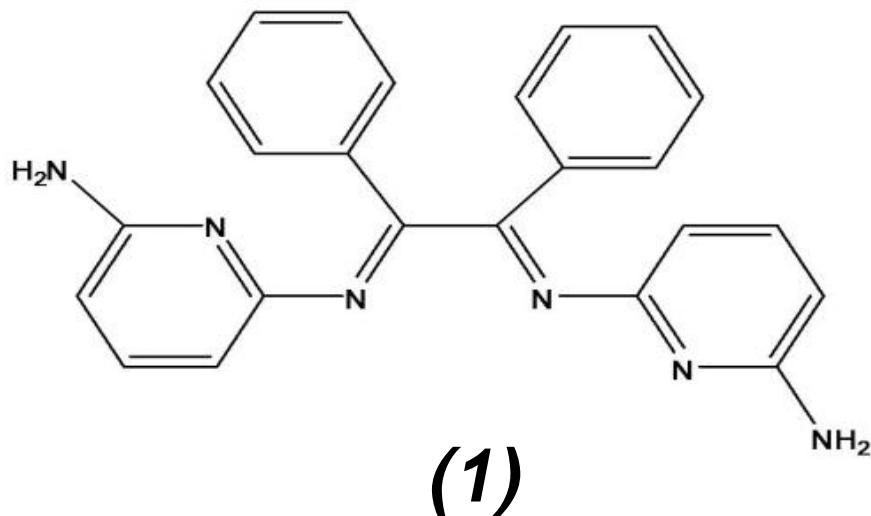
B. megaterium
 IC_{50} 64 $\mu\text{g/mL}$
(Singh *et al.*, 2011)



Bacillus subtilis MIC
>128 $\mu\text{g/mL}$ (Singh *et al.*, 2010)

Kompleks Co(II) albendazol IC_{50}
36 $\mu\text{g/mL}$
kompleks Zn(II) IC_{50} 100 $\mu\text{g/mL}$
(Sandoval *et al.*, 2008).

Latar Belakang



+



Kompleks Co(II)
dengan Ligan (1) (*)

(*) Diuji Toksisitas dengan Metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

Permasalahan



1. Bagaimana cara sintesis senyawa kompleks Co(II) dengan ligan **(1)** ?

2. Bagaimana formula kompleks hasil sintesis ?

3. Berapa nilai LC_{50} senyawa kompleks Co(II) ?

Tujuan Penelitian



1. Untuk mendapatkan senyawa kompleks logam Co(II) dengan ligan **(1)**
2. Untuk mendapatkan formula kompleks hasil sintesis
3. Untuk mendapatkan nilai LC_{50} dengan metode BSLT



Alat dan Bahan

Alat :

Peralatan refluks

Peralatan gelas

Pipet Tetes

Pipet Ukur

Plat KLT

Hotplate

Magnetic Stirrer

Desikator

Neraca Digital

Alat Instrumen

Bahan :

Benzil

2,6-diaminopiridin

Garam Kobalt(II) Diasetat

Tetrahidrat

Etanol

Metanol

Kloroform

N-Heksana

Etil Asetat

Metilen klorida

Asam Sulfat Pekat

Asam Nitrat Pekat

Asam Klorida 5 M

Air Laut

Benur Udang *Artemia*

Salina

Sintesis Ligan (1)



0,21 g (1 mmol) 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil)

— dilarutkan dalam 20 mL etanol

— ditambahkan asam sulfat 3 tetes

— ditambahkan tetes per tetes 2,6-diaminopiridin (0,22 g; 2 mmol dalam 20 mL etanol)

— diferluks suhu 78 °C selama 180 menit (reaksi dipantau dengan KLT)

Larutan berwarna coklat tua

— diuapkan pelarutnya pada suhu ruang selama 5 hari

Kristal berwarna coklat tua

— dikeringkan dalam desikator selama 24 jam

Ligan (1)*

(*) = diuji kemurnian dengan KLT 2D dan titik leleh, karakterisasi dan Analisis FTIR, ¹H dan ¹³C NMR serta MS

Sintesis Kompleks Co(II) Dengan Ligan (1)



0,392 g (1mmol) Ligan (1)

- dilarutkan dalam 20 mL etanol
- diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 menit suhu ruang
- ditambahkan tetes per tetes $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (0,249 g, 1 mmol dalam 20 mL etanol)
- diferluks suhu $78\text{ }^\circ\text{C}$ selama 300 menit

Larutan berwarna oranye

- diuapkan pelarutnya pada suhu ruang selama 5 hari

Kristal berwarna oranye

- dikeringkan dalam desikator selama 24 jam

Kompleks Co(II) dengan ligan (1)(*)

(*) = Karakterisasi dan Analisis Spektrofotometer UV-VIS, FTIR, AAS, analisa C,H dan N unsur, TGA, serta uji toksisitas dengan metode BSLT

Uji Toksisitas



Larutan Uji (*)

— Dimasukkan Artemia Salina masing-masing 10 ekor

— Dilakukan 3x pengulangan

— Dibiarkan selama 24 jam

— Dihitung larva mati

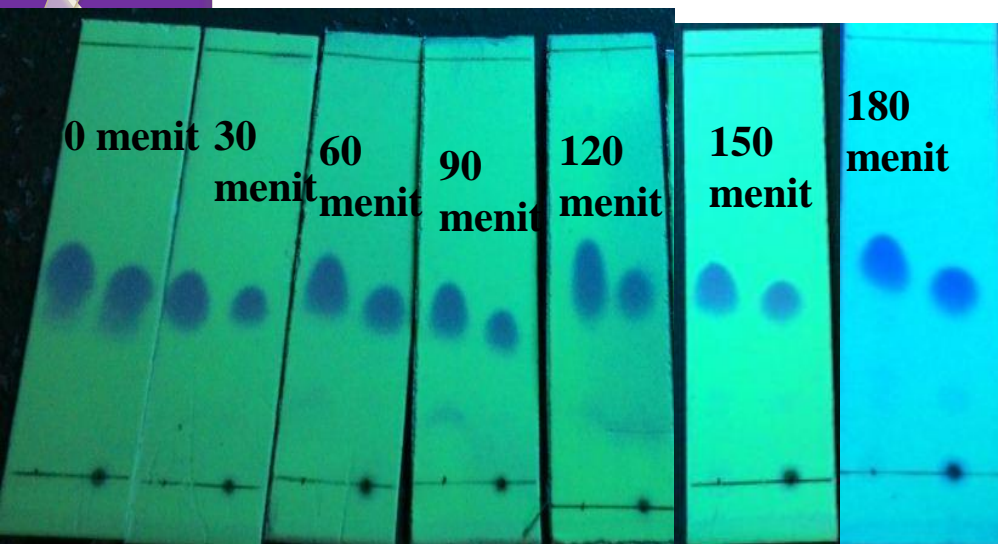
— Dibuat kurva BSLT dan dihitung LC_{50}

Hasil

HASIL DAN PEMBAHASAN



Sintesis Ligan, Uji KLT 2D dan Uji Titik Leleh



Eluen :
n-heksana : Kloroform
7 : 3

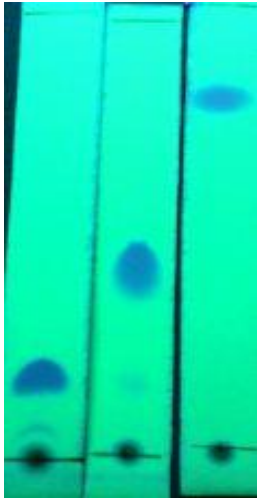


Massa : 0,58 g



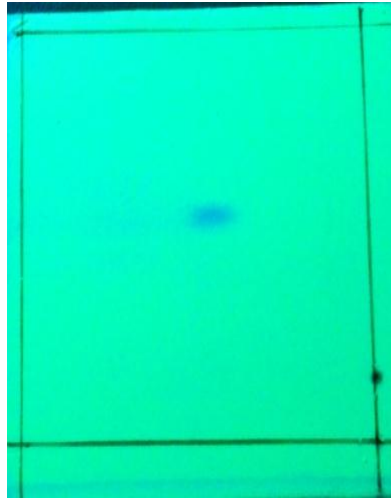
Perbesaran 40x

Uji KLT Tiga, Eluen KLT 2D dan Uji Titik Leleh



A

Eluen : *n*-heksana
100 % (bawah), *n*-
heksana:kloroform 7:3
(tengah) dan
n-heksana:etil asetat
9:1 (atas)

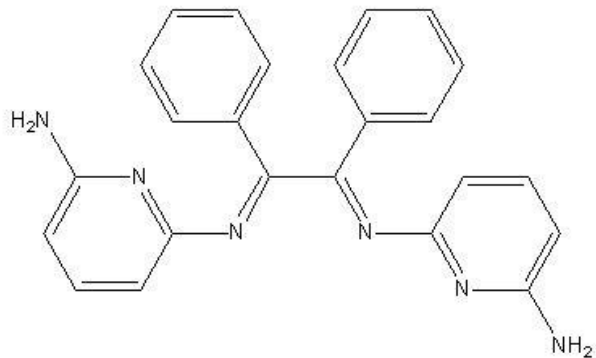


B

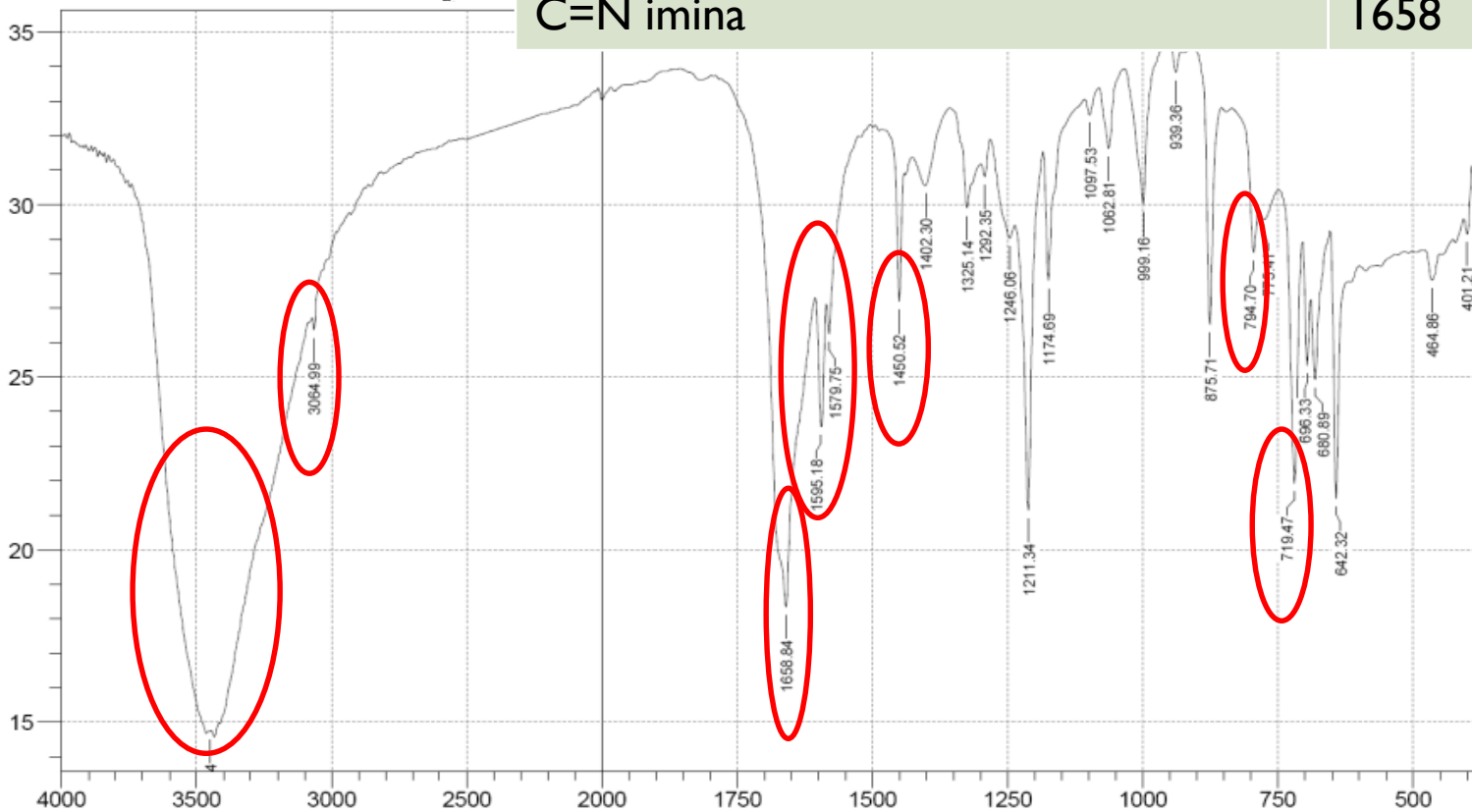
Titik Leleh
89 – 90 °C

Eluen :
n-heksana : Kloroform
7 : 3
dan
n-heksana : metilen
klorida
7 : 3

Hasil FTIR Ligan (1)



Gugus Fungsi	ν (cm ⁻¹)
Stretching N-H amina sekunder	3448,84
N-H pada daerah Finger Print	794,7; 719,47
Stretching C-H sekunder aromatik	3064,99
C=C aromatik	1595; 1579; 1540
C=N imina	1658



Hasil FTIR Ligan (1) Secara Eksperimen dan Pemanding

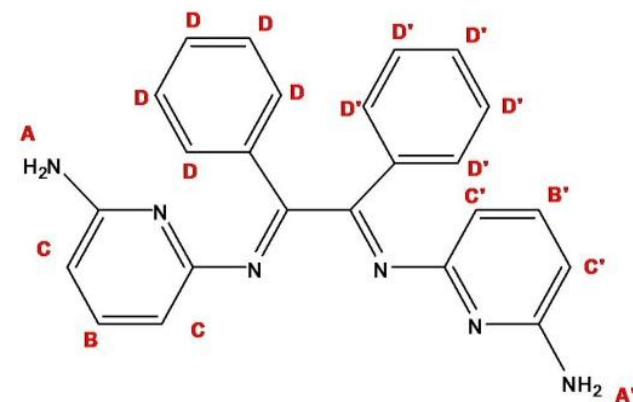
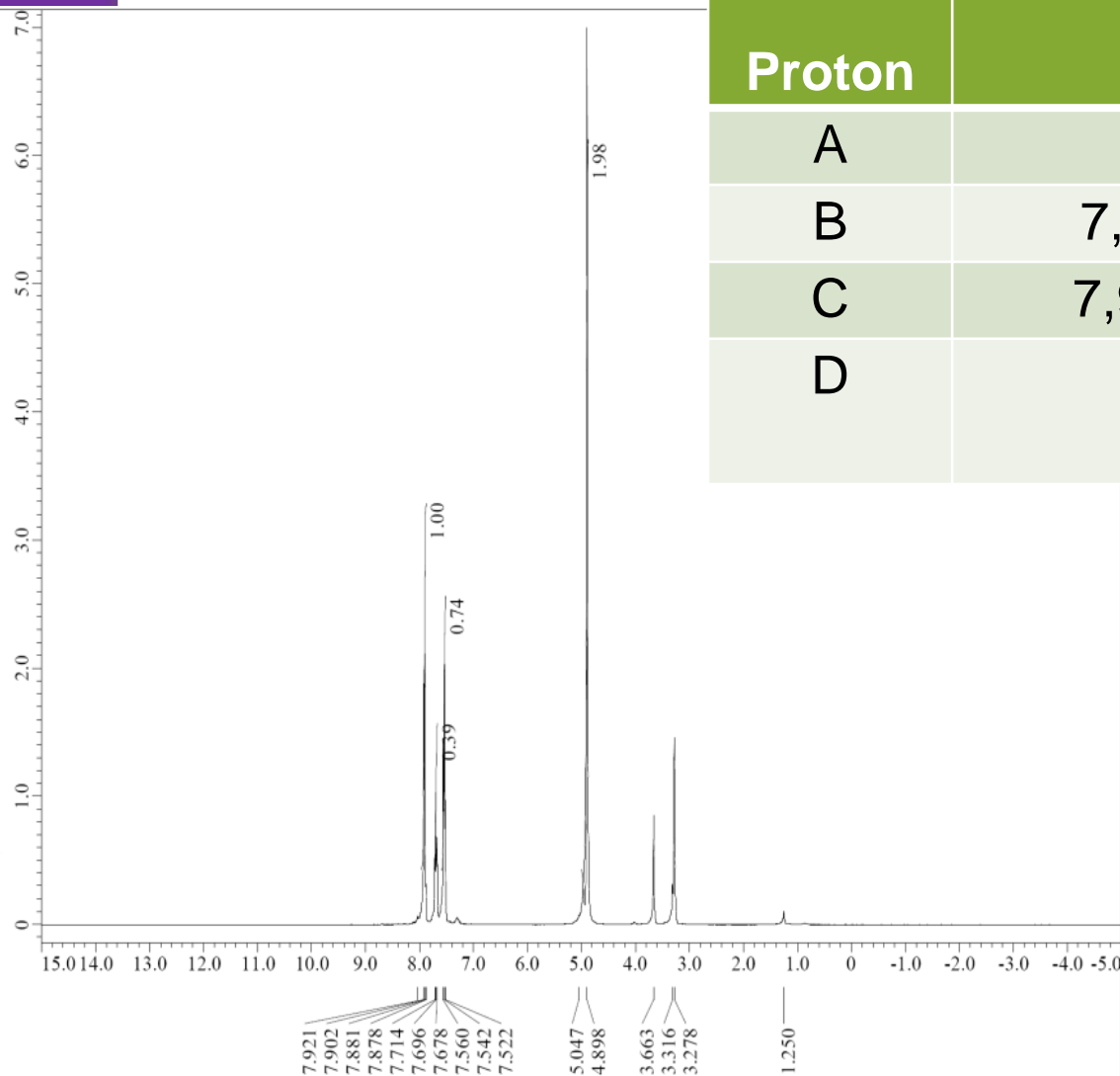


Gugus Fungsi	ν (cm ⁻¹) Hasil Eksperimen	ν (cm ⁻¹) (Jayalaksmi and Rajavel, 2015)
<i>Stretching</i> N-H amina sekunder	3448,84	3447
N-H pada daerah <i>finger print</i>	794,70; 719,47	797; 711
<i>Stretching</i> C=N	1658	1629

Analisis NMR ^1H Ligan



Proton	^1H NMR (metanol, $\delta(\text{ppm})$)
A	4,898 s (2H, NH_2)
B	7,560-7,522 t (1H, piridin)
C	7,921-7,878 d (2H, piridin)
D	7,714-7,678 t (5H, benzilidenimin)



Pergeseran Kimia (ppm)

Analisis NMR ^1H Ligan Secara Eksperimen dan Pembandingan

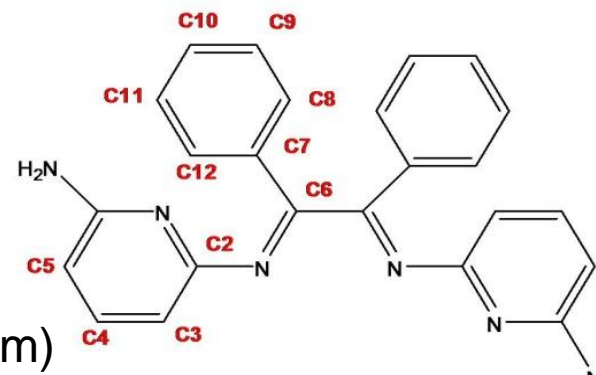
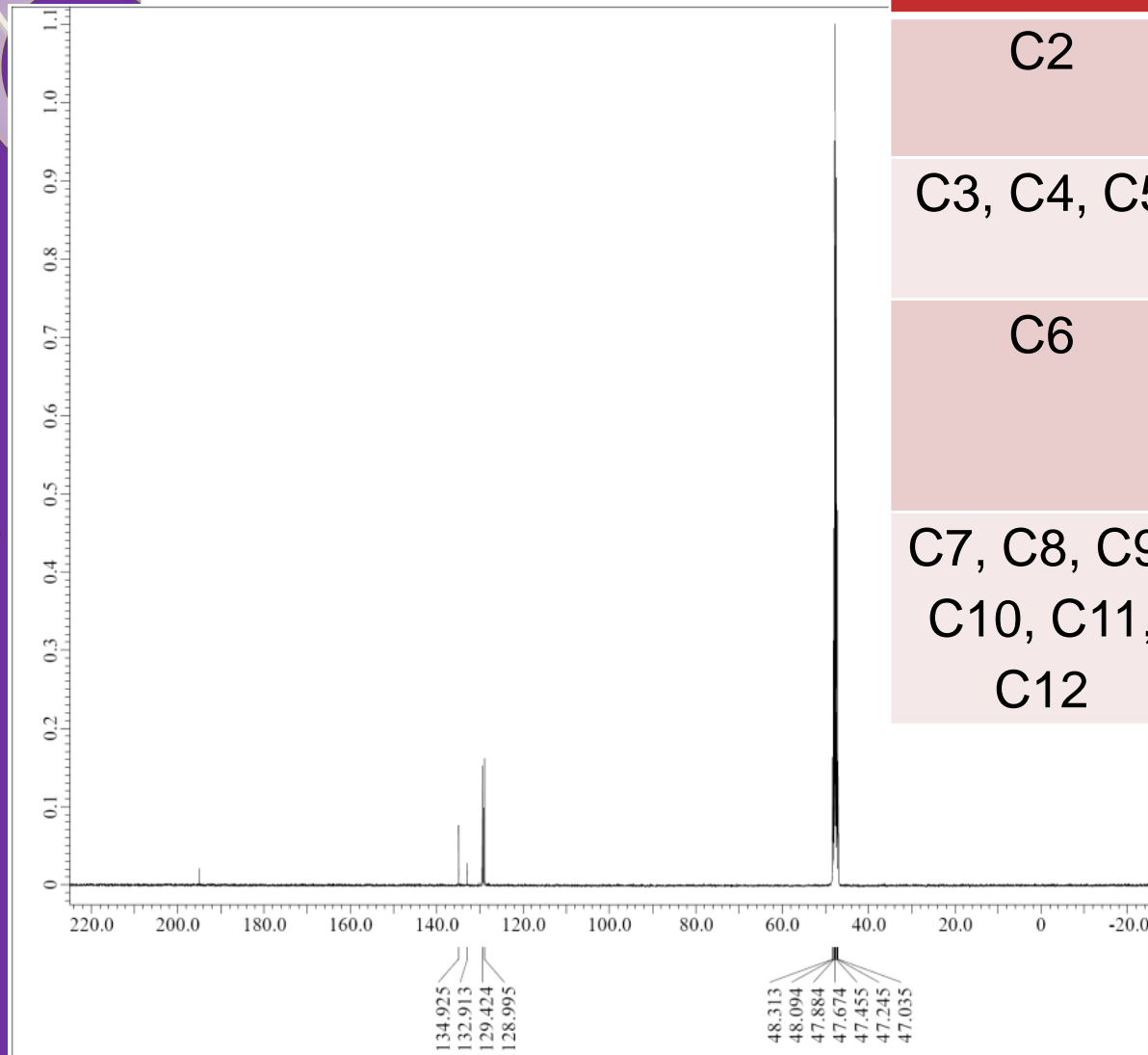


Proton	^1H NMR (metanol, $\delta(\text{ppm})$) Hasil Sintesis	^1H NMR $\delta(\text{ppm})$ (Jayalakshmi and Rajavel, 2015)
A	4,898 s (2H, NH_2)	4,7 s (2H, NH_2)
B	7,560-7,522 t (1H, piridin)	7,56-7,52 t (1H, piridin)
C	7,921-7,878 d (2H, piridin)	7,93-7,92 d (2H, piridin)
D	7,714-7,678 t (5H, benzilidenimin)	7,7-7,6 t (5H, benzilidenimin)

Analisis NMR ^{13}C Ligan (1)



Karbon	^{13}C NMR (metanol, $\delta(\text{ppm})$)
C2	134,925 (C=N Piridin)
C3, C4, C5	132,913 (C=C Piridin)
C6	129,424 (C=N Benzilidenimin)
C7, C8, C9, C10, C11, C12	128,995 (C=C Benzilidenimin)



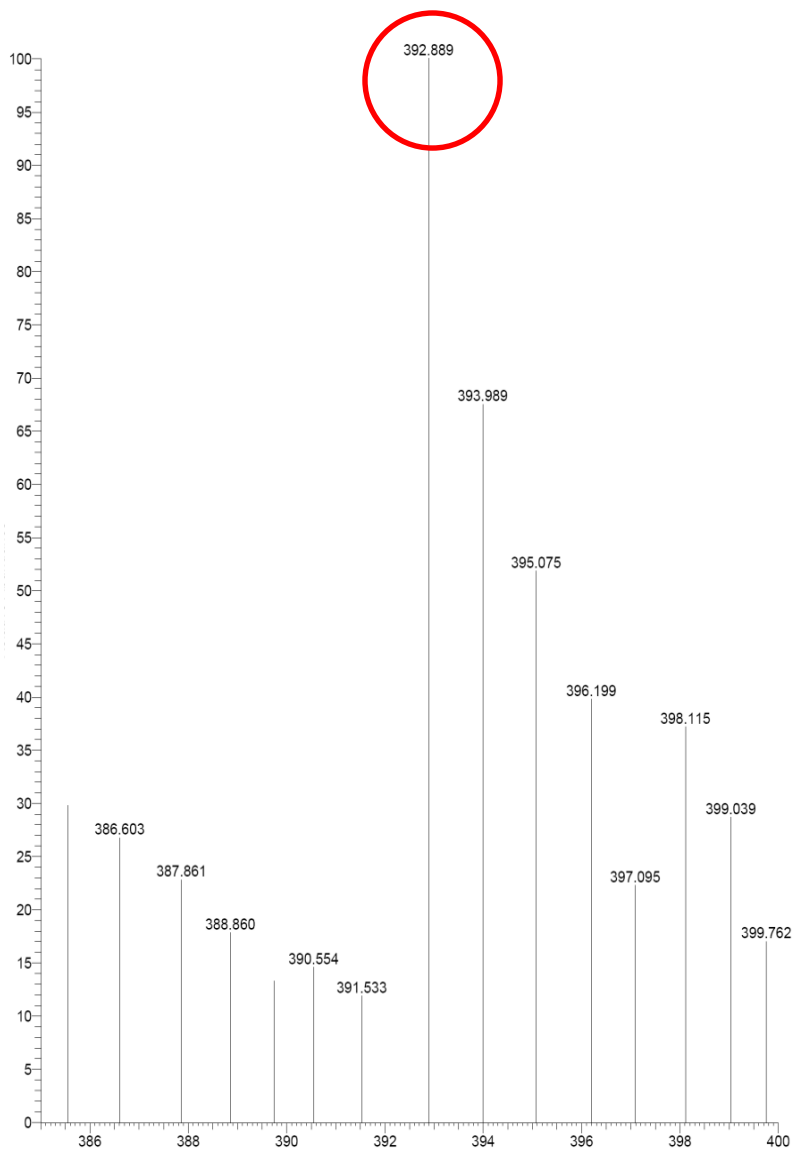
Pergeseran Kimia (ppm)

Kelimpahan

Analisis MS Ligan (1)



Kelimpahan (%)



$m/z = 392,889$

Mr Ligan = 392 g/mol

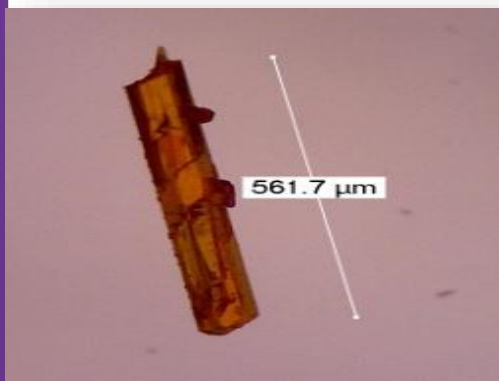
m/z



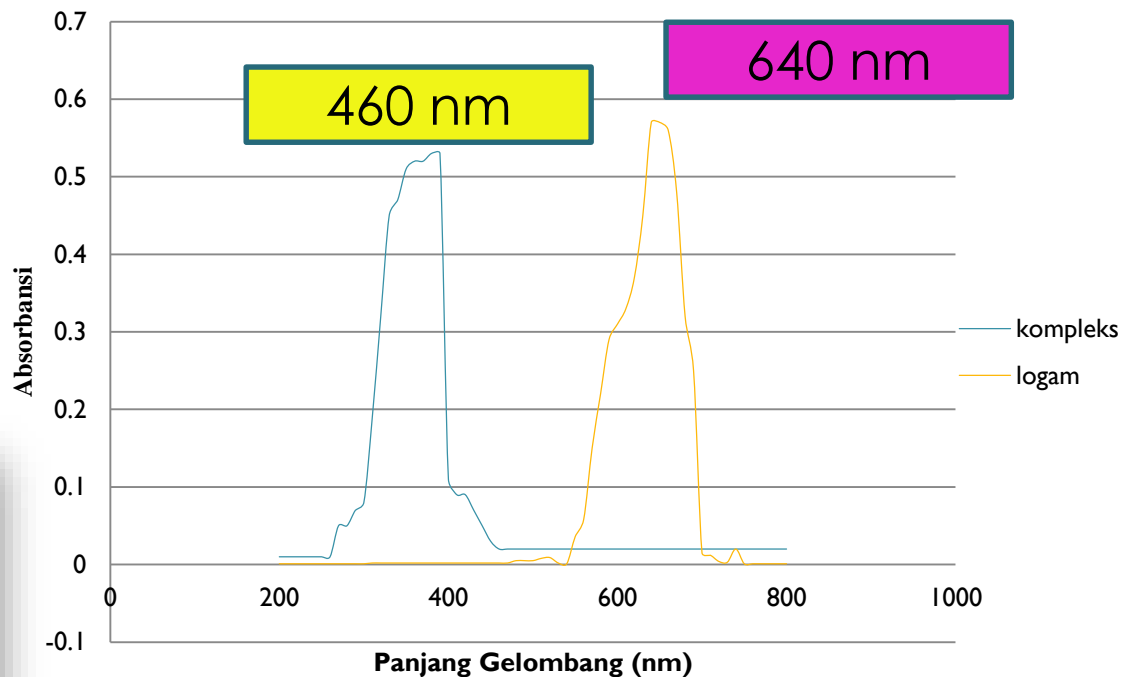
Karakterisasi UV-VIS Logam dan Kompleks



1,67 gram



Perbesaran 40x

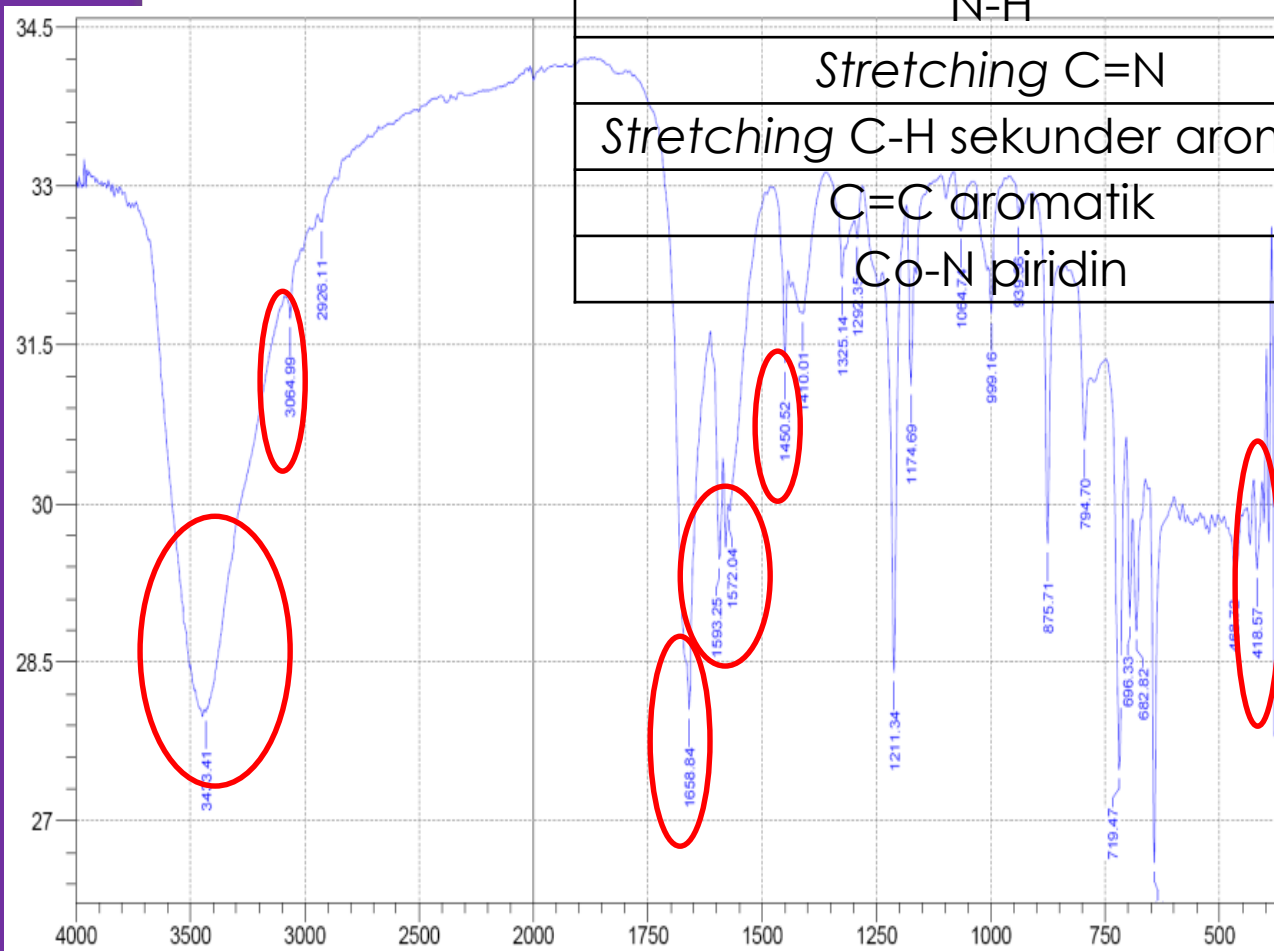


Karakterisasi FTIR Kompleks



Gugus Fungsi	ν (cm^{-1}) Hasil Sintesis
Stretching N-H amina sekunder / OH	3448,84
N-H	794,70; 719,47
Stretching C=N	1658
Stretching C-H sekunder aromatik	3064,99; 875,71
C=C aromatik	1572,04; 1450,52
Co-N piridin	418,57

% Transmittan



Bilangan gelombang
(cm^{-1})

Karakterisasi FTIR Kompleks Secara Teoritis dan Pemanding



Gugus Fungsi	ν (cm ⁻¹) Hasil Sintesis	ν (cm ⁻¹) Pemanding (Jayalakshmi and Rajavel)
Stretching N-H amina sekunder	3448,84	3447
Wagging N-H	794,70; 719,47	790; 719
Stretching C=N	1658	1666
C=C aromatik	1572,04; 1450,52	1587; 1446
Co-N piridin	418,57	424

Analisis C, H dan N dalam Kompleks Co



Rumus molekul	C (%)	H (%)	N (%)
Sampel	58,20	3,01	14,58
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_2]$	59	4,22	14,76
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$	58,14	2,95	14,53
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	57,25	3,07	14,31
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	57,15	3,11	15,39
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	55,54	5	13,89

Analisis AAS Senyawa Kompleks Co



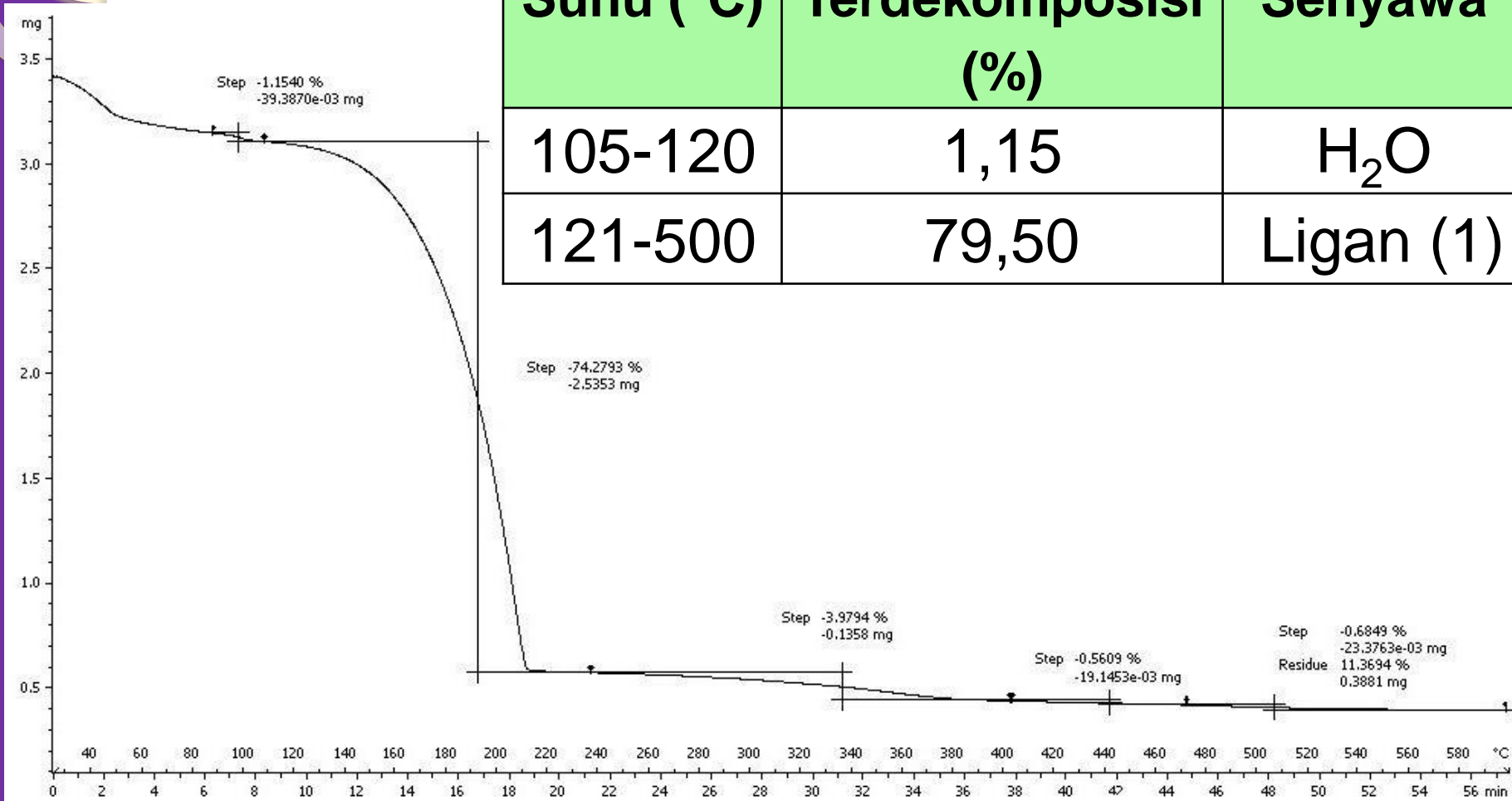
Rumus Molekul	Mr (g/mol)	%Co Teori	%Co Eksperimen
$\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})$	1137,86	10,36	10,35
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$	1155,86	10,20	10,20
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1173,86	10,04	10,05
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	1091,86	10,79	10,81
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	1209,86	9,74	9,75
L = (6E)-N ² -((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina (1)			

Analisis TGA



Suhu (°C)	Berat Massa Terdekomposisi (%)	Senyawa
105-120	1,15	H ₂ O
121-500	79,50	Ligan (1)

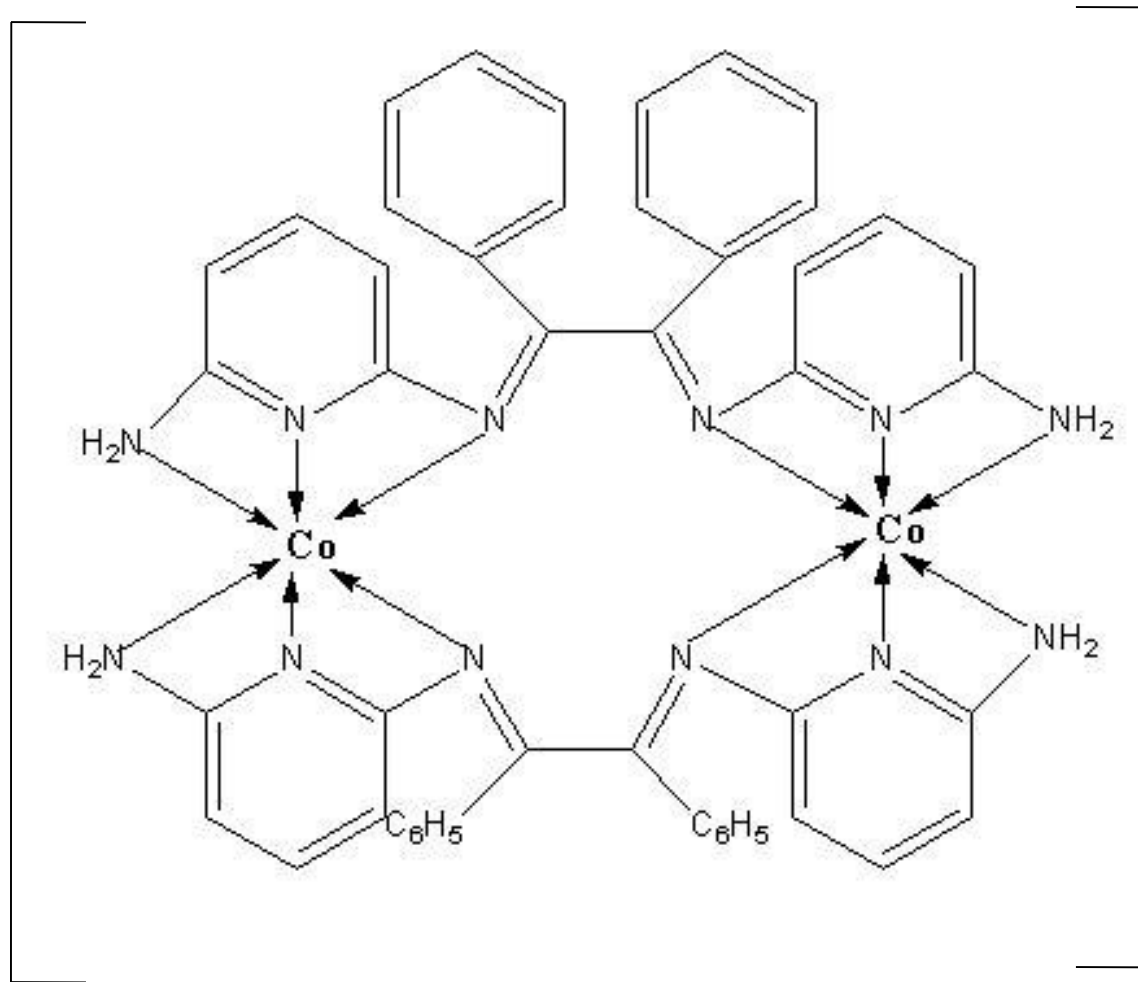
Massa (mg)



Suhu (°C)

Prediksi Struktur Senyawa Kompleks

$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$



Uji Toksisitas

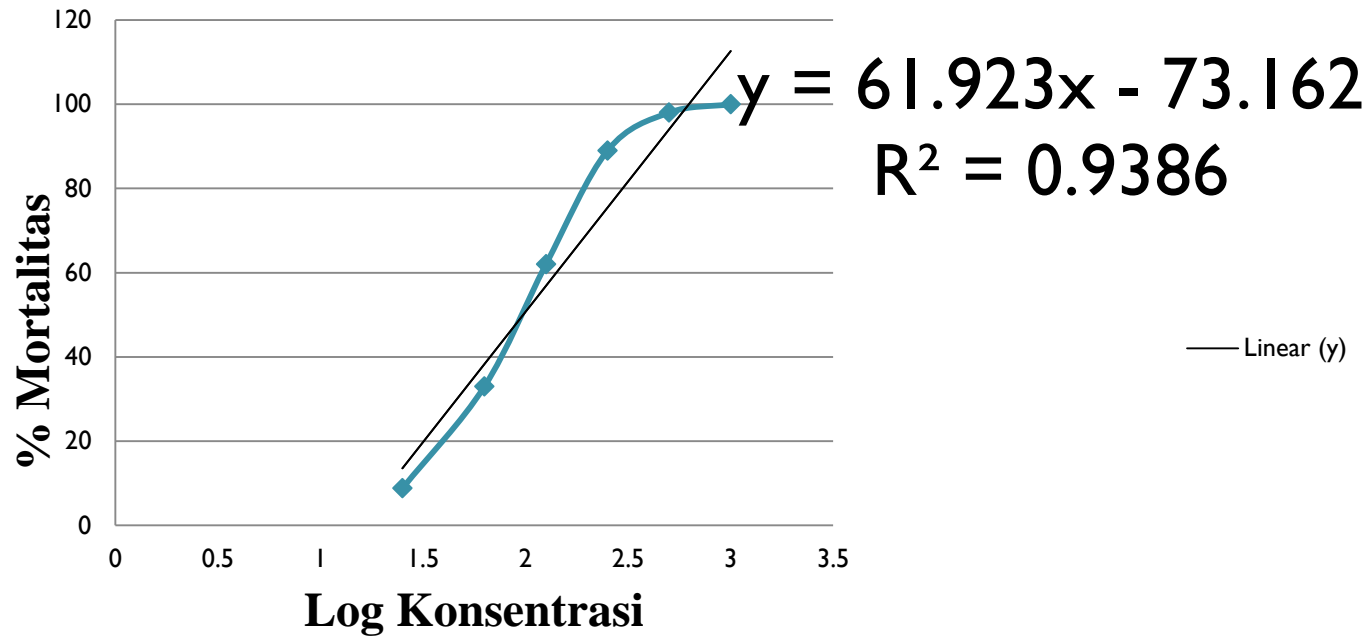


Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Mortalitas (%)
25	1,4	8,8
62,5	1,8	33
125	2,1	62
250	2,4	89
500	2,7	98
1000	3	100

Uji Toksisitas



Kurva BSLT



**LC₅₀ 151,35
ppm**

KESIMPULAN



1. Kompleks Co(II) dengan ligan **(1)** telah berhasil disintesis
2. Kompleks yang diperoleh berupa kristal jarum berwarna oranye dengan rendemen 72,24 %
3. Rumus molekul kompleks yang terbentuk yaitu $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$
4. Nilai LC_{50} yang diperoleh sebesar 151,35 ppm



TERIMA KASIH

Terima kasih kepada:

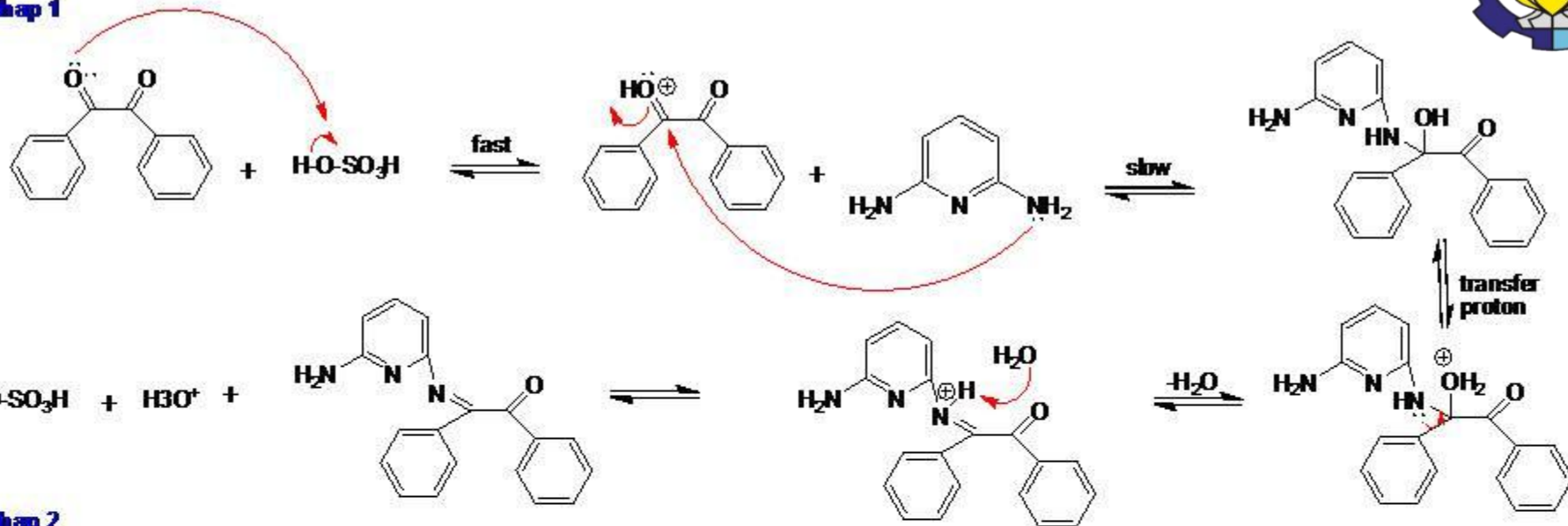
1. Hamzah Fansuri, M.Si., PhD (Ketua Sidang)
2. Dr. Fahimah Martak, M.Si (Dosen Pembimbing)
3. Dr. Yuli Kusumawati, M.Si
4. Drs. Refdinal Nawfa, MS
5. Zjahra Vianita Nugraheni, S.Si., M.Si

Selaku penguji pada sidang skripsi

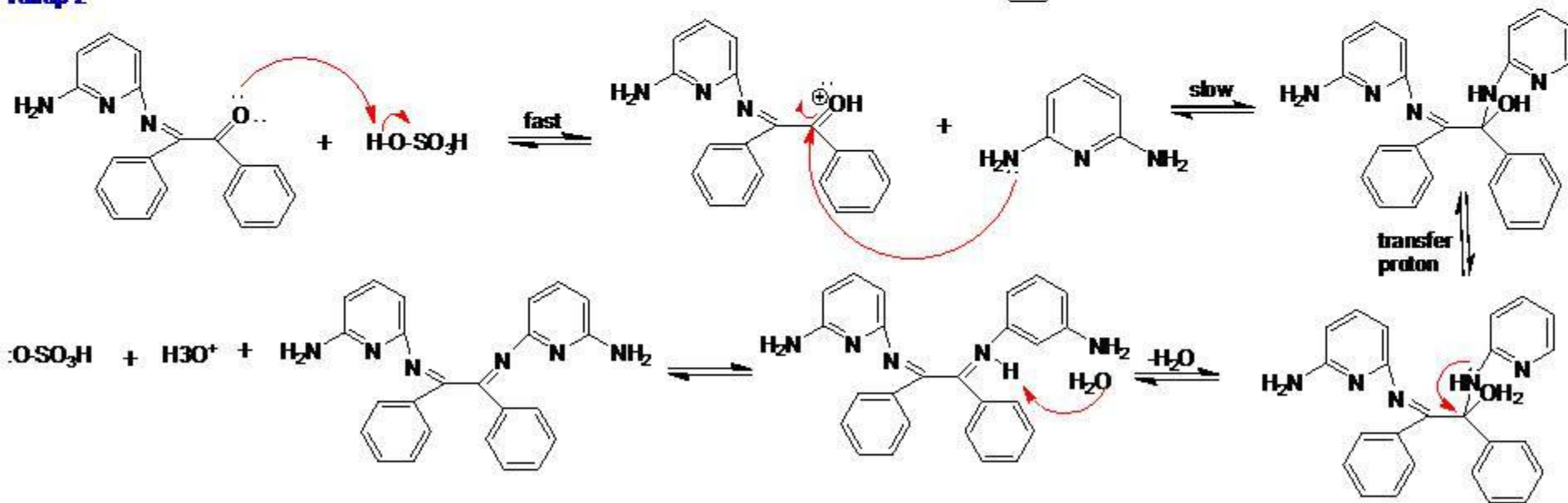
LAMPIRAN



Tahap 1



Tahap 2



LAMPIRAN



Konsentrasi (ppm)	Log konsentrasi	Larva mati (triplo)	Larva hidup (triplo)	Rata-rata larva mati	Rata-rata larva hidup	AM	AH	Total	Rasio mati	Rasio hidup	Mortalitas (%)
25 ppm	1,4	1	9	2	8	2	20,67	22,67	0,08	0,92	8,8
		3	7								
		2	8								
62,5 ppm	1,8	4	6	4,33	5,67	6,33	12,67	19	0,33	0,67	33
		6	4								
		3	7								
125 ppm	2,1	5	5	5,33	4,67	11,66	7	18,66	0,62	0,38	62
		4	6								
		7	3								
250 ppm	2,4	9	1	8	2	19,66	2,33	21,99	0,89	0,11	89
		8	2								
		7	3								
500 ppm	2,7	9	1	9,67	0,33	29,33	0,33	29,66	0,98	0,02	98
		10	0								
		10	0								
1000 ppm	3	10	0	10	0	39,33	0	39,33	1	0	100
		10	0								
		10	0								

K = Konsentrasi (ppm)
 LM= Larva Mati (triplo)
 LH = Larva Hidup (triplo)
 RLM = Rata-rata Larva Mati
 RLH= Rata- rata Larva Hidup
 AM= Akumulasi Mati
 AH= Akumulasi Hidup
 RM= Rasio Mortalitas
 %M= Mortalitas (%)