



# **SINTESIS DAN UJI AKTIVITAS KOMPLEKS KOBALT(II) DENGAN LIGAN 2-METIL-4,5-DIFENIL-1*H*-IMIDAZOL**

**Cindy Merriana Pentawati (1412 100 093)**

**Dosen Pembimbing : Dr. Fahimah Martak M.Si**

**Jurusan Kimia ITS  
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2016**

# OUTLINE PRESENTASI

1

Latar Belakang, Permasalahan, Tujuan

2

Metodologi

3

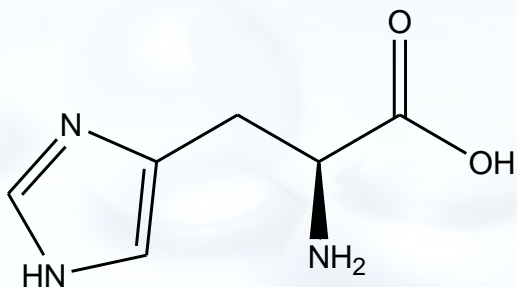
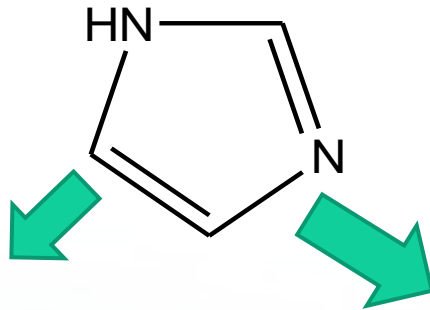
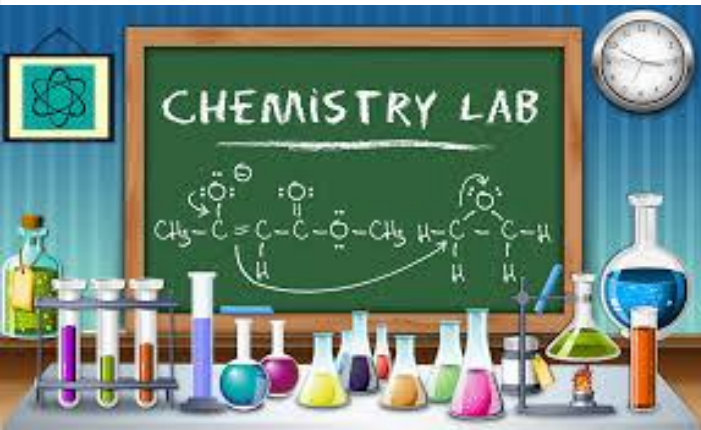
Hasil dan Pembahasan

4

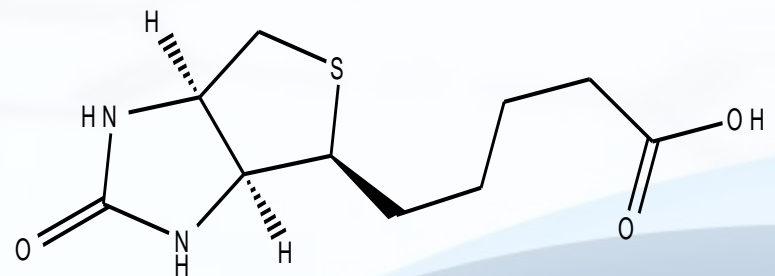
Kesimpulan

# PENDAHULUAN

## Latar Belakang



histidin

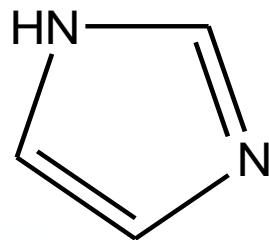


biotin

# PENDAHULUAN

## Latar Belakang

Turunan  
Imidazol





# PENDAHULUAN

## Latar Belakang

**Turunan  
Imidazol**

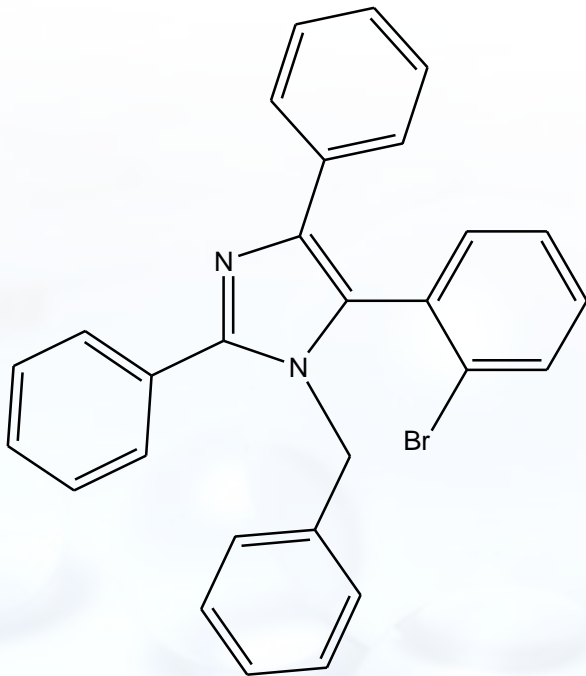


# PENDAHULUAN

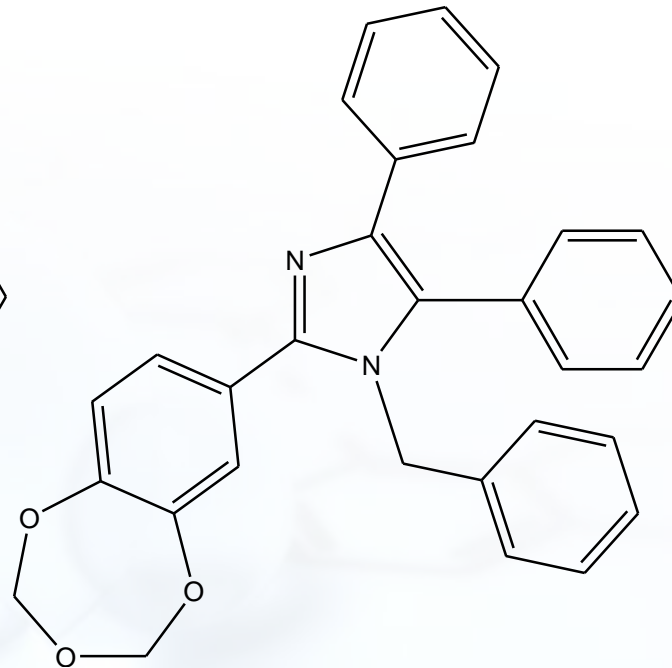
## Latar Belakang

Turunan Imidazol

1-benzil-2-alkil-4,5-difenil-1H-imidazol



26,41%



19,76%

Analgesik

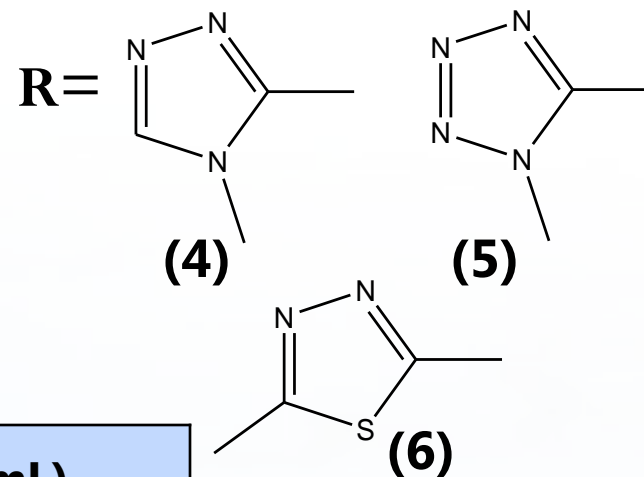
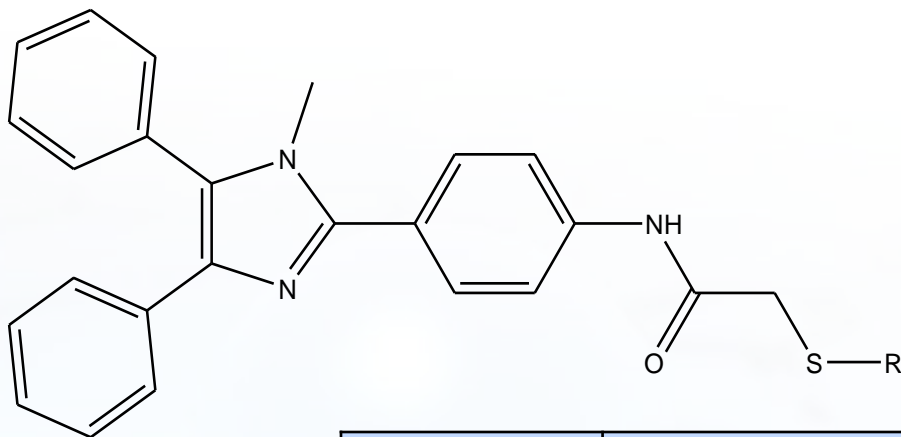
Morfin  
+  
Nalokson  
12,40%

# PENDAHULUAN

## Latar Belakang

Turunan Imidazol

2-R-piperazin-*N*-[4-(1-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol-2-il)fenil]asetamida



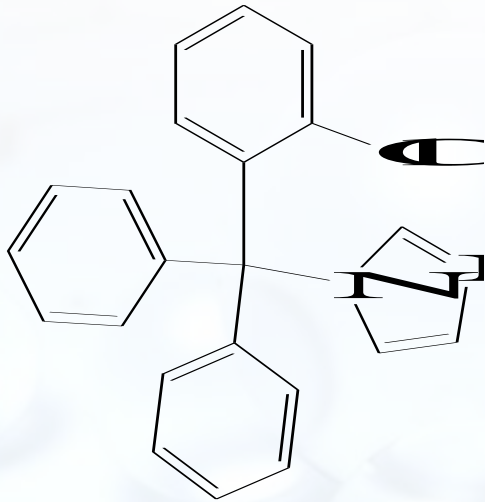
Senyawa	IC <sub>50</sub> (µg/mL)	
	HT-29	MCF-7
(4)	10,7	3,2
(5)	1,6	4,5
(6)	2,7	3,2

# PENDAHULUAN

## Latar Belakang

Turunan Imidazol

1-[(2-Klorofenil)(difenil)metil]-1*H*-imidazol atau Clotrimazol (Clotri)



Senyawa	IC <sub>50</sub> (µg/mL) Sel HeLa
Clotrimazol	12,4
[Co(clotri) <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> ]	7,0
[Zn(clotri) <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> ]	7,1
[Ni(clotri) <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> ].H <sub>2</sub> O	8,1
Cisplatin	5,2

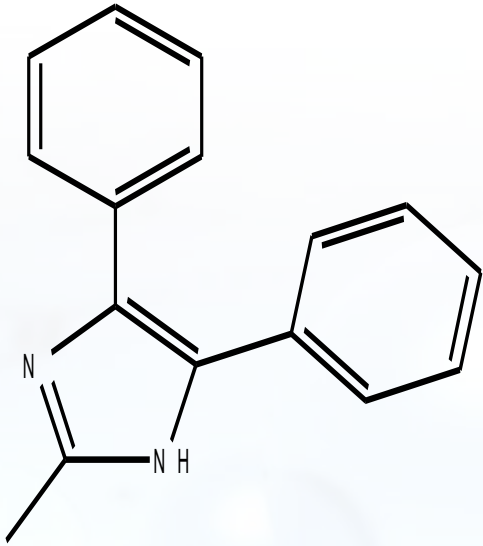


# PENDAHULUAN

## Latar Belakang

Turunan Imidazol

2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol



Ion Logam Co(II)



**Kompleks  
Kobalt(II)  
dengan Ligan  
2-Metil-4,5-  
Difenil-1*H*-  
Imidazol**

**Uji Toksisitas  
Metode BSLT**

**Aktivitas Biologis**



# PENDAHULUAN

## Permasalahan

Bagaimana mensintesis ligan 2-metil-4,5-difenil- *1H*-imidazol (10)

Bagaimana mensintesis kompleks kobalt(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil- *1H*-imidazol (10)

Bagaimana formula senyawa kompleks kobalt(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil- *1H*-imidazol (10)

Bagaimana nilai  $LC_{50}$  ligan 2-metil-4,5-difenil- *1H*-imidazol (10) dan kompleks kobalt(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil- *1H*-imidazol (10) terhadap anak udang *Artemia salina*

# PENDAHULUAN

## Tujuan

Mensintesis ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol (10)

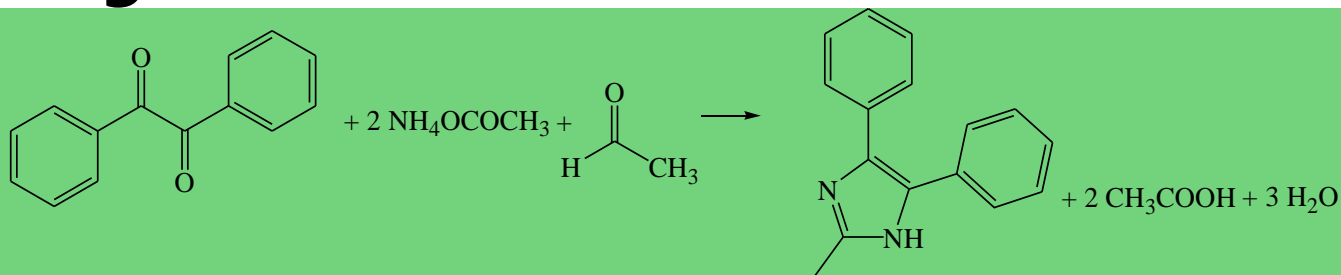
Mensintesis kompleks kobalt(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol (10)

Mendapatkan formula senyawa kompleks kobalt(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol (10)

Mendapatkan nilai  $LC_{50}$  ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol (10) dan kompleks kobalt(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-*1H*-imidazol (10) terhadap anak udang *Artemia salina*

# METODOLOGI

## Sintesis Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)



Benzil (11)  
(1,0531 g; 5 mmol)

Ammonium Asetat (12)  
(0,7712 g; 10 mmol)

— Dilarutkan dalam asam asetat glasial 25 mL

**Larutan**

— Ditambahkan Asetaldehid (13) (0,28 mL; 5 mmol) dan diaduk

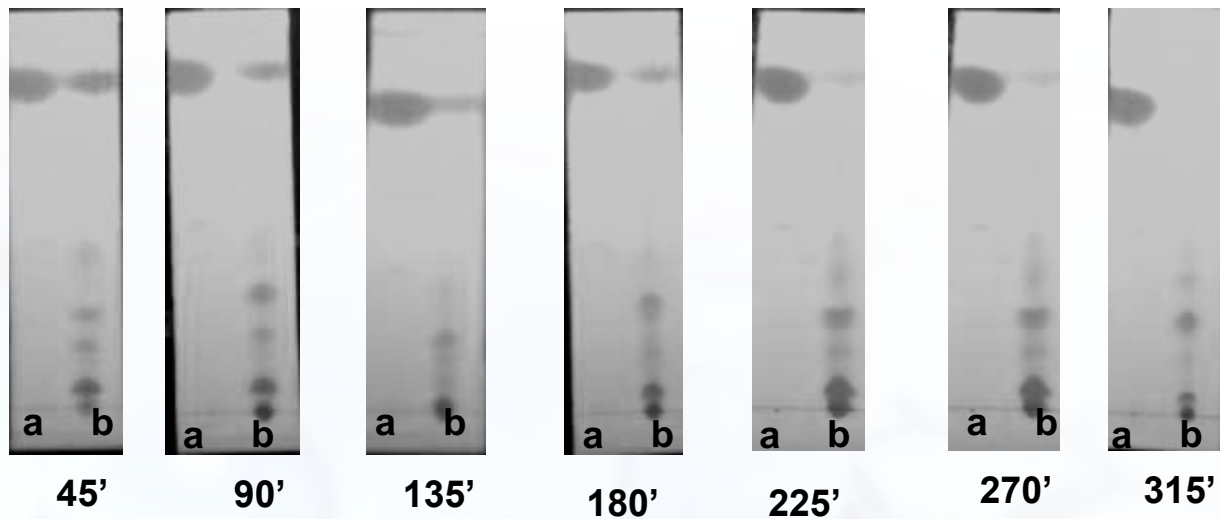
**Larutan**

— Direfluks pada suhu 118°C selama 5 jam (reaksi dipantau dengan KLT)

# METODOLOGI

## Sintesis Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)

### Pemantauan Reaksi dengan KLT



Keterangan :

a = Benzil

b = Hasil reaksi

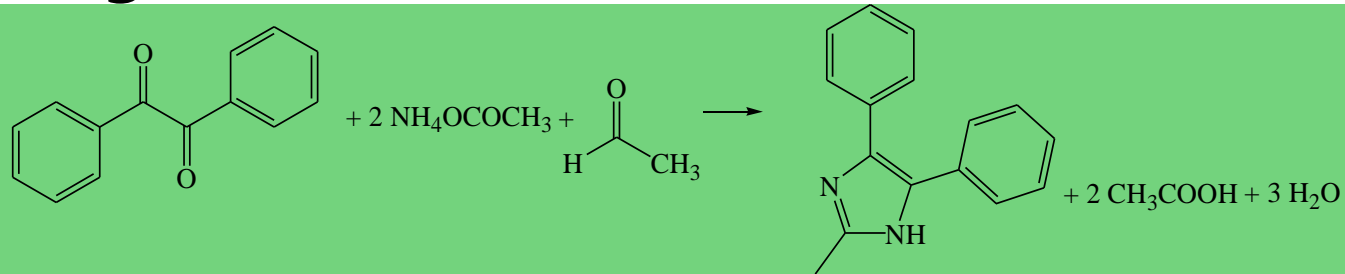
Eluen :

n-heksana : etil asetat  
(7:3)



# METODOLOGI

## Sintesis Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol (10)



**Benzil (11)**  
(1,0531 g; 5 mmol)

**Ammonium Asetat (12)**  
(0,7712 g; 10 mmol)

— Dilarutkan dalam asam asetat glasial 25 mL

**Larutan**

— Ditambahkan Asetaldehid (13) (0,28 mL; 5 mmol) dan diaduk

**Larutan**

— Direfluks pada suhu 118°C selama 5 jam (reaksi dipantau dengan KLT)

**Larutan Hasil Reaksi**

— Dituang dalam penangas es

— Dinetralkan pH larutan hasil reaksi

**Campuran**

— Disaring dengan penyaring vakum

**Endapan\***

**Filtrat**

# METODOLOGI

## Sintesis Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)

Endapan\*

- Dicuci dengan aquadest dingin
- Dikeringkan dalam desikator
- Direkristalisasi dengan pelarut etil asetat

Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)

- Diuji kemurnian dengan KLT dan titik leleh
- Dihitung Rendemen
- Dikarakterisasi menggunakan  $^1\text{H}$  NMR,  $^{13}\text{C}$  NMR dan FTIR

Data

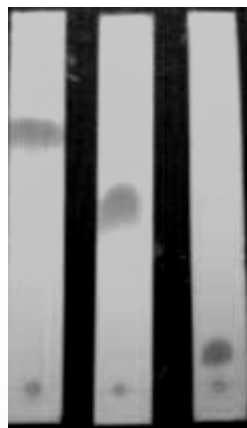
# PEMBAHASAN

## Sintesis Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)

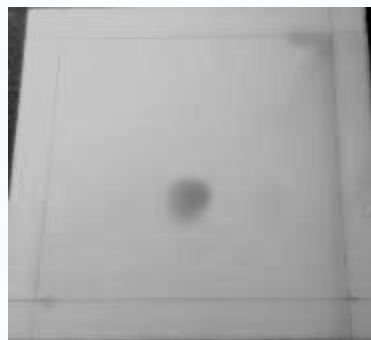


0,6364 g  
54,36%

a



1 2 3



b

Eluen :

1 = Etil asetat

2 = Etil asetat : diklorometana (1:1)

3 = Etil asetat : *n*-heksana (3:7)

Eluen:

a = etil asetat : diklorometana (1:1)

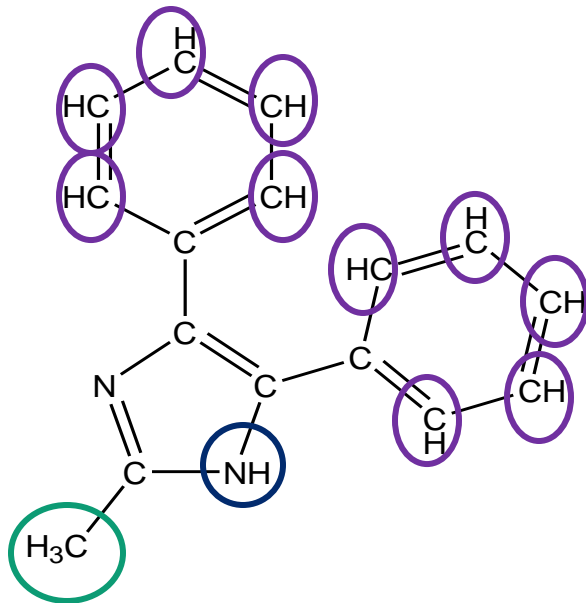
b = etil asetat : *n*-heksana (6:4)

Titik Leleh : 193 °C

# PEMBAHASAN

## Sintesis Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)

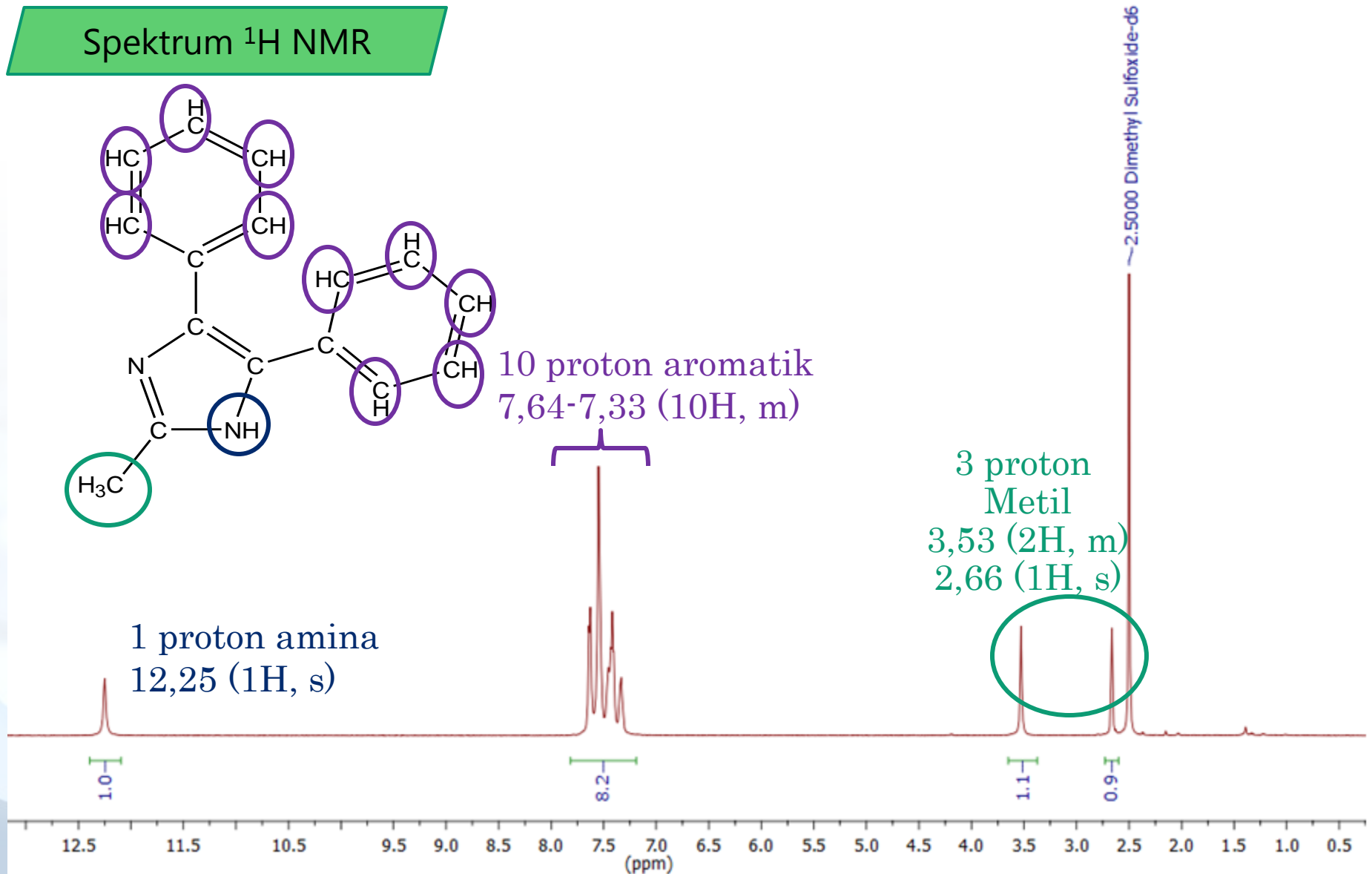
### Spektrum $^1\text{H}$ NMR



10 proton aromatik  
7,64-7,33 (10H, m)

1 proton amina  
12,25 (1H, s)

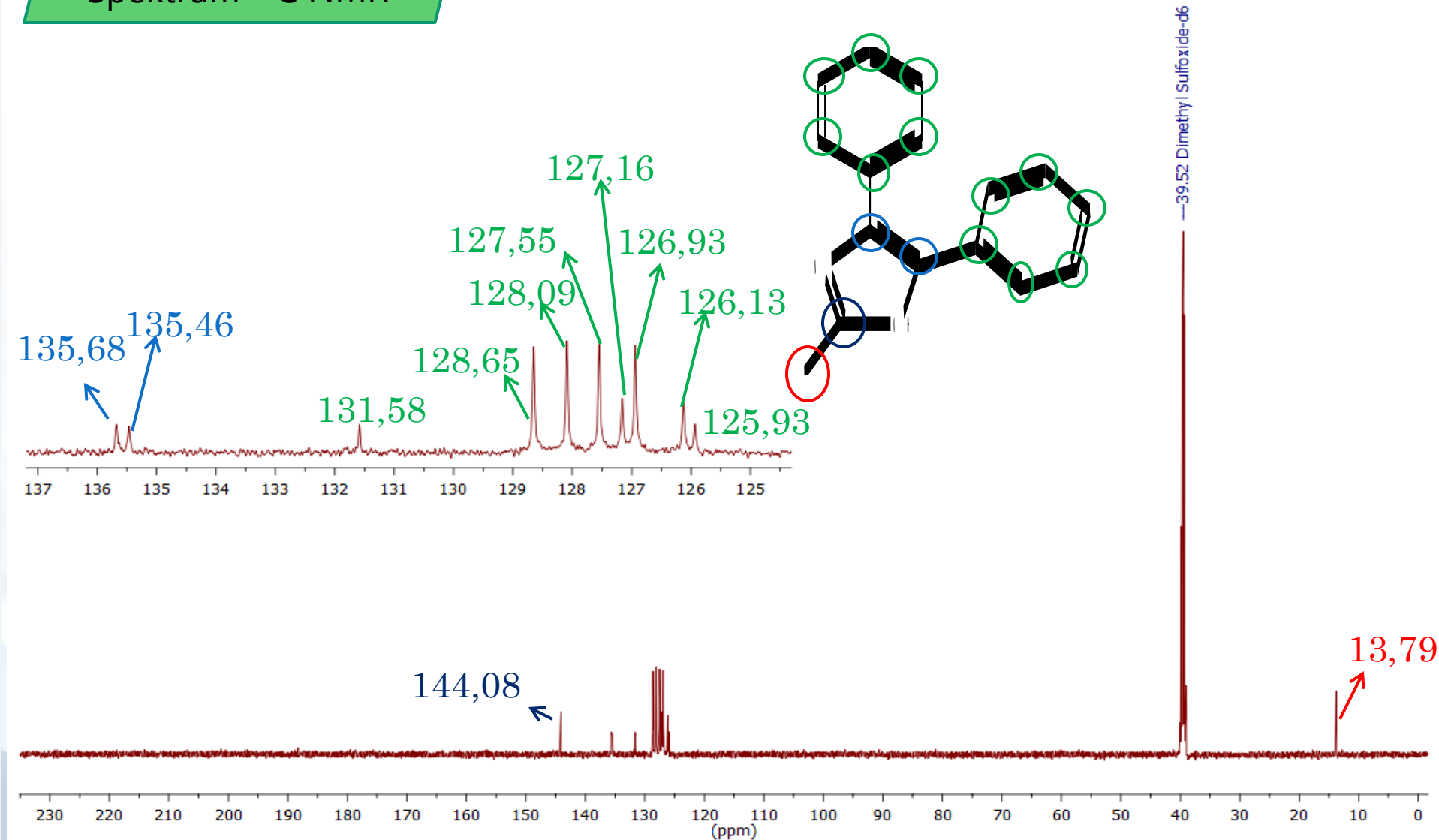
3 proton  
Metil  
3,53 (2H, m)  
2,66 (1H, s)



# PEMBAHASAN

## Sintesis Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol (10)

Spektrum  $^{13}\text{C}$  NMR

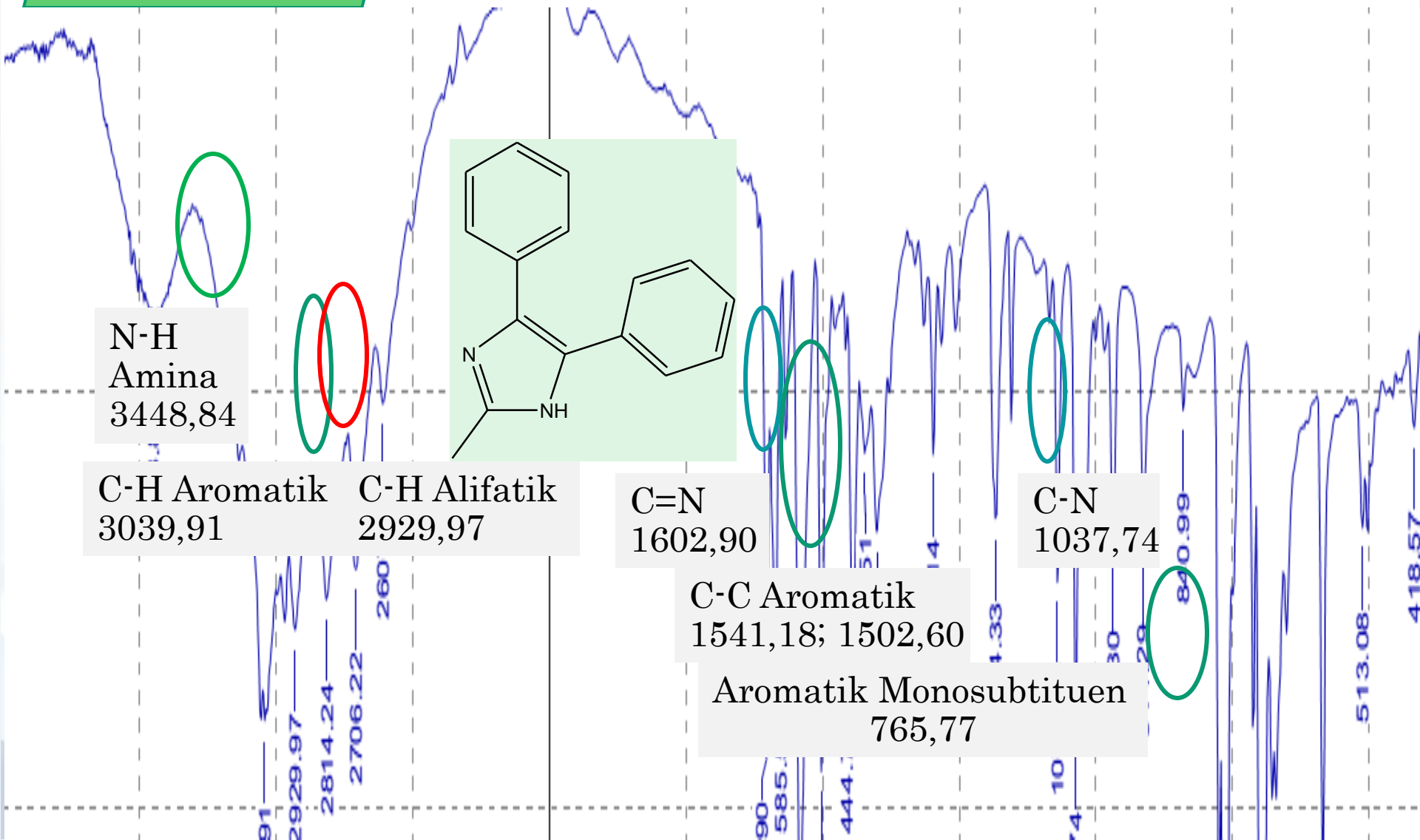




# PEMBAHASAN

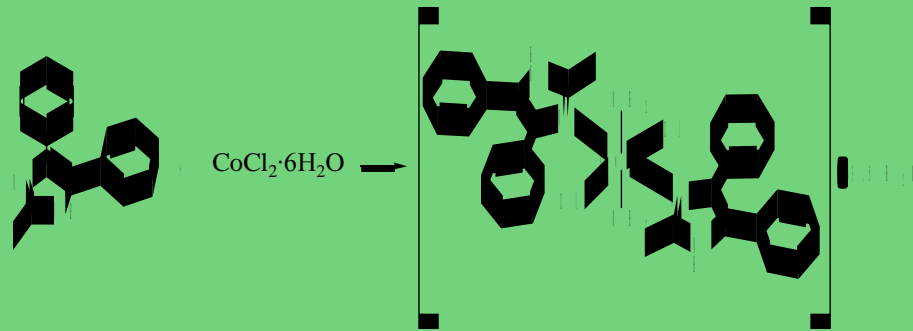
## Sintesis Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol (10)

Spektrum FTIR



# METODOLOGI

## Sintesis Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)



**CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O (17)**  
(0,0476 g; 0,2 mmol)

**Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)**  
(0,0936 g; 0,4 mmol)

Dilarutkan dalam aquadest panas 15 mL

Dilarutkan dalam etanol 15 mL

**Larutan Logam**

**Larutan Ligan**

- Distirer 10 menit
- Diatur sampai pH 8

**Larutan**

- Direfluks pada suhu 75-77°C

**Campuran Kompleks Kobalt(II)**

- Didiamkan selama 20 menit pada suhu ruang
- Disaring

**Endapan \***

**Filtrat**

# METODOLOGI HASIL DAN PEMBAHASAN

## Sintesis Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)

Endapan\*

- Dikeringkan dalam desikator

Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan  
2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol

- Dihitung Rendemen

- Dikarakterisasi dengan UV-Vis, FTIR, *Elemental Analyzer*,  
AAS dan TGA

- Diuji toksisitas dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test*

Data

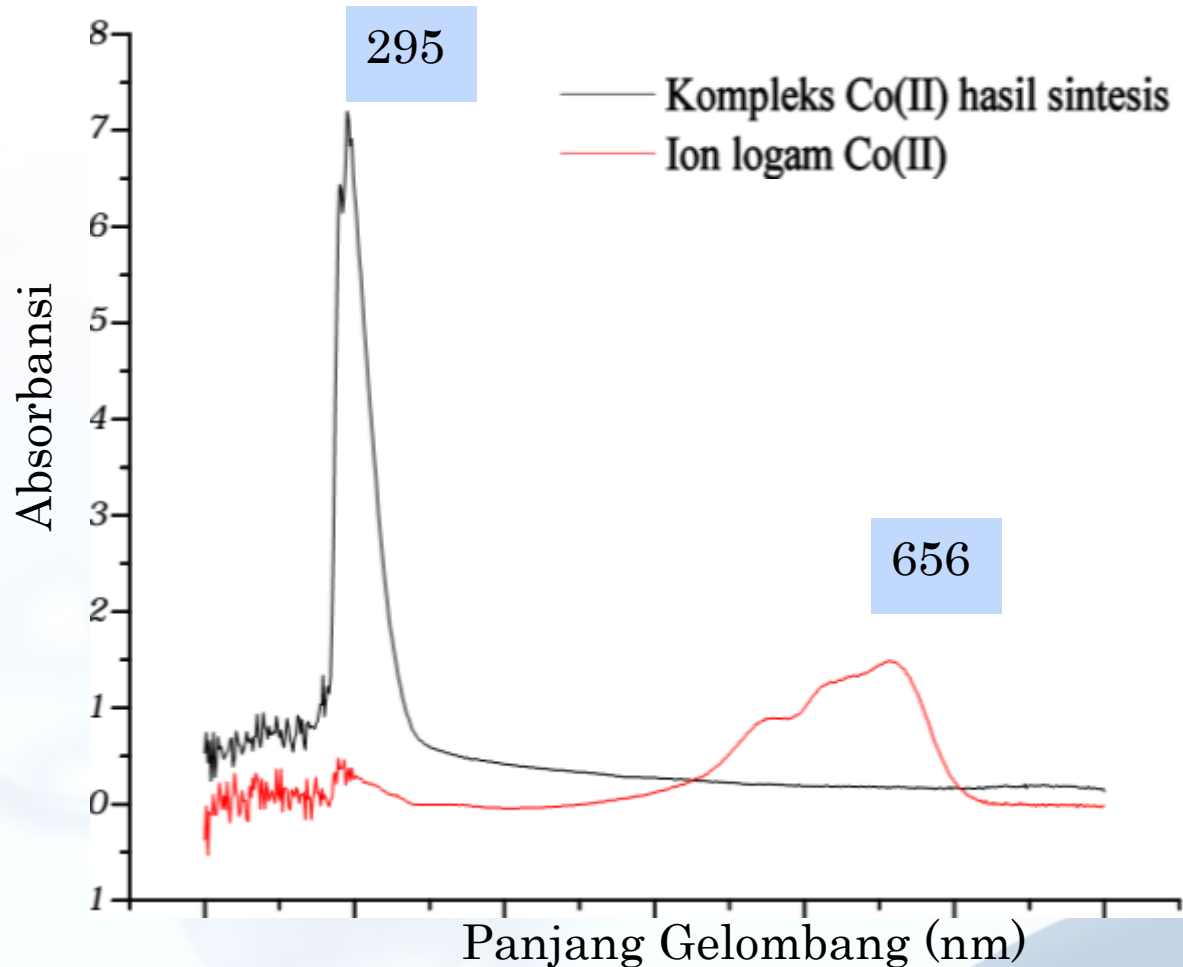
0,1032 g  
78,06%



# PEMBAHASAN

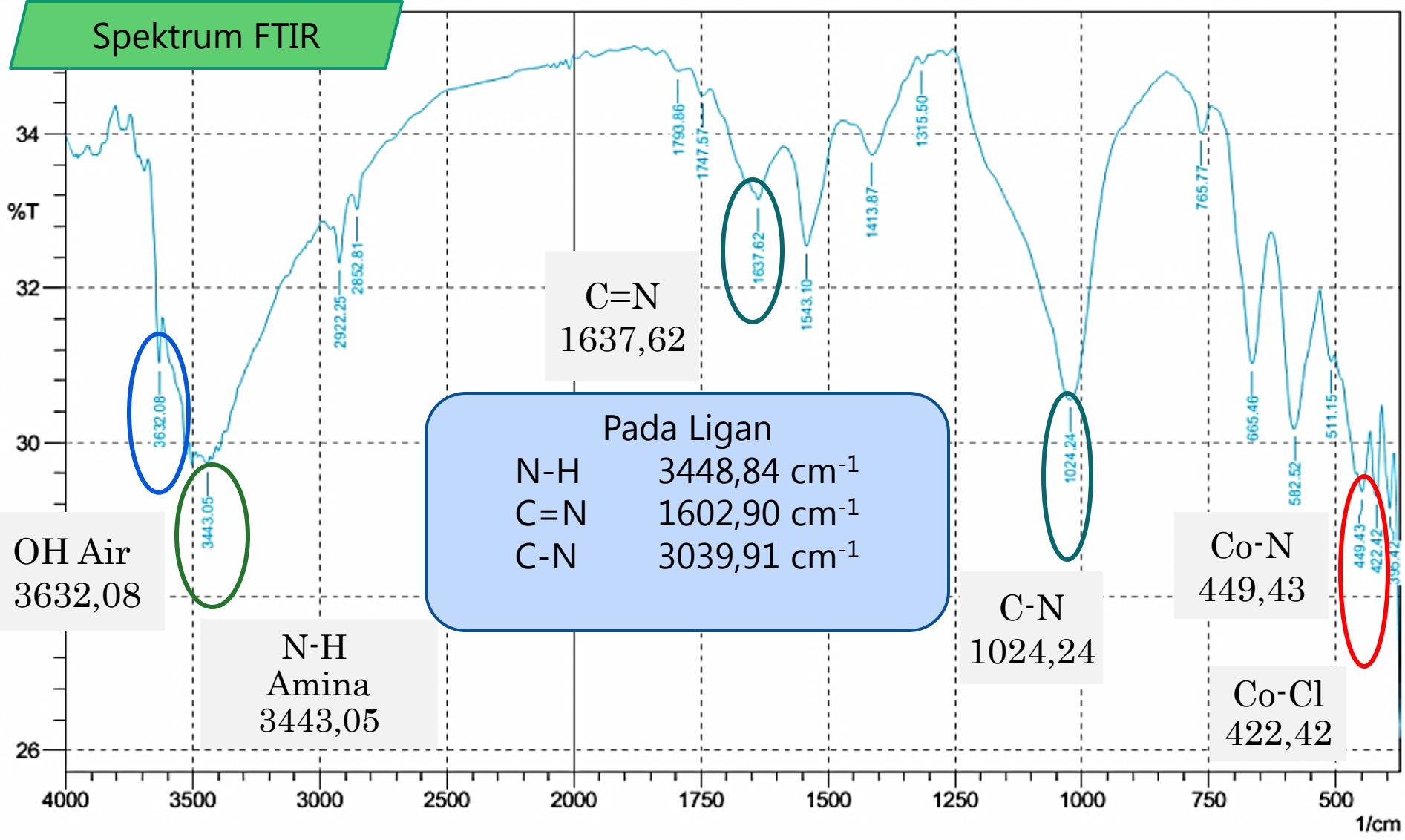
## Sintesis Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol (10)

### Spektrum UV-Vis



# PEMBAHASAN

## Sintesis Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol (10)





# PEMBAHASAN

## Sintesis Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol (10)

Analisis Unsur C, H, N

Analisis Ion Logam Co(II)

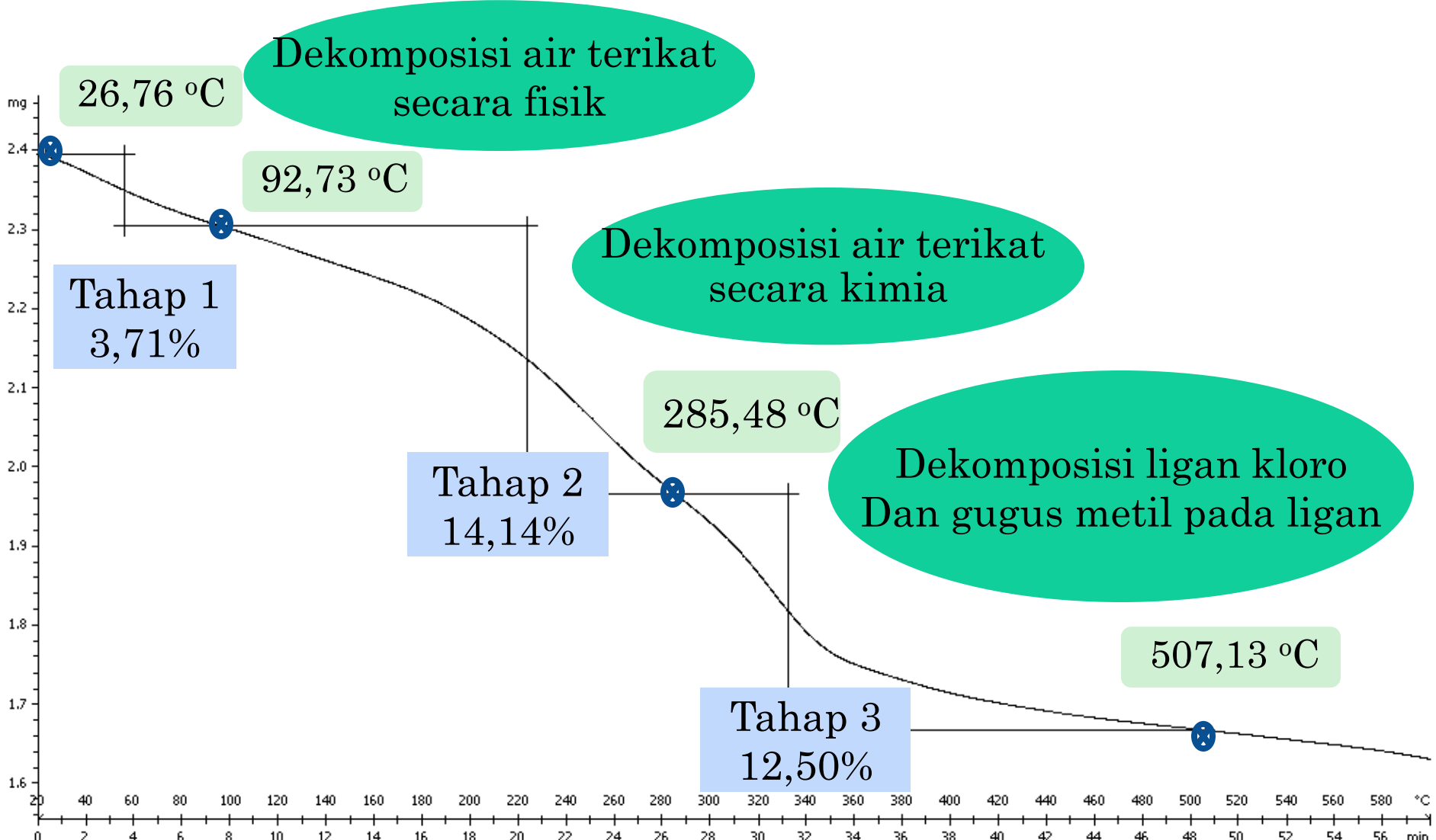
Senyawa	Mr	C (%)	H (%)	N (%)	Co (%)
Kompleks		55,17	5,68	8,07	8,53
$[\text{CoL}_2\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	634,17	60,61	5,09	8,83	9,29
$[\text{CoL}_2\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$	697,17	55,13	5,63	8,04	8,45
$[\text{CoLCl}_2(\text{H}_2\text{O})_3]$	418,05	45,97	4,34	6,7	14,10
$[\text{CoL}_2\text{Cl}_2]$	598,17	64,25	5,39	9,37	9,85
$[\text{CoL}_2\text{Cl}_2] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	688,17	55,85	6,14	8,14	8,56
$[\text{CoLCl}_2(\text{H}_2\text{O})]$	382,05	50,30	4,74	7,33	15,42

L = 2-metil-4,5-difenil-1*H*imidazol (10)

# PEMBAHASAN

## Sintesis Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol (10)

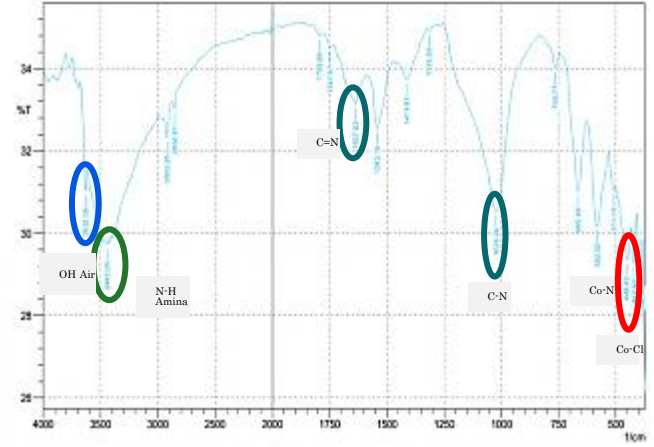
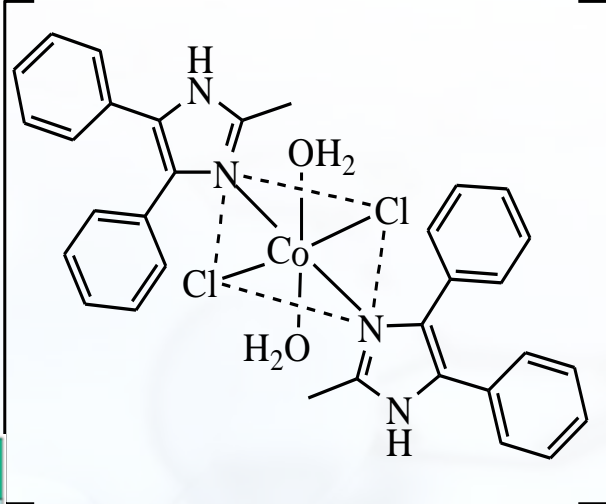
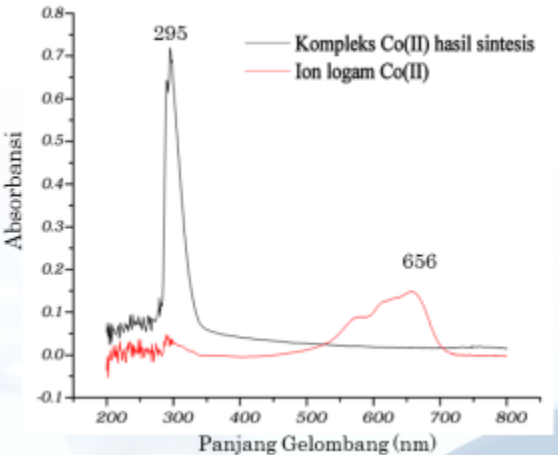
### Analisis Termogravimetri



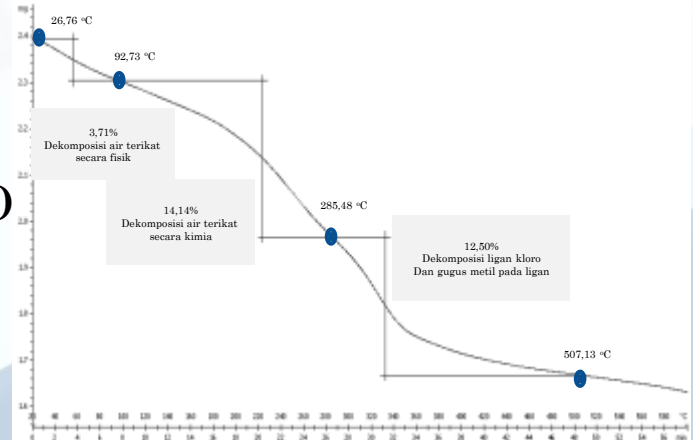
# PEMBAHASAN

## Sintesis Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1H-Imidazol (10)

### Prediksi Struktur Kompleks



$\cdot 3,5H_2O$



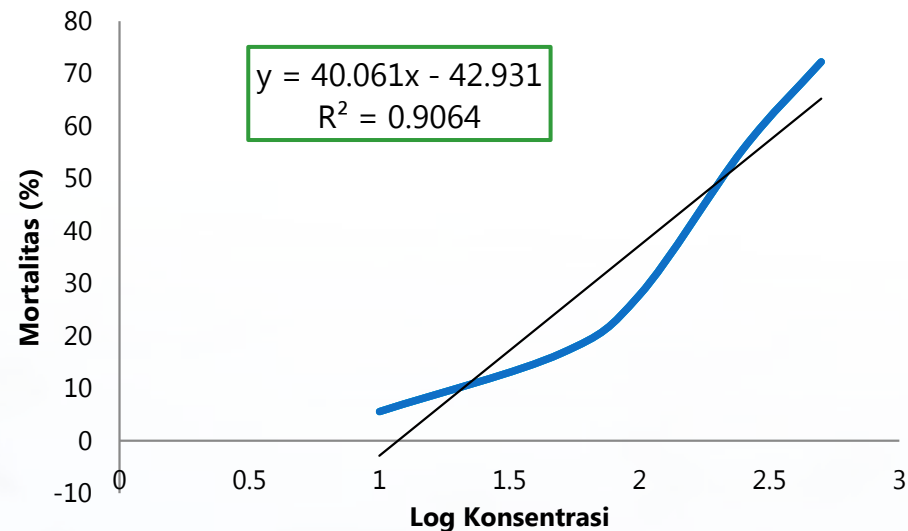
Senyawa	Mr	C (%)	H (%)	N (%)	Co (%)
Kompleks		55,17	5,68	8,07	8,53
$[CoL_2Cl_2(H_2O)_2]$	634,17	60,61	5,09	8,83	9,29
$[CoL_2Cl_2(H_2O)_2] \cdot 3,5H_2O$	697,17	55,13	5,63	8,04	8,45
$[CoLCl_2(H_2O)_2]$	418,05	45,97	4,34	6,7	14,10
$[CoL_2Cl_2]$	598,17	64,25	5,39	9,37	9,85
$[CoL_2Cl_2] \cdot 5H_2O$	688,17	55,85	6,14	8,14	8,56
$[CoLCl_2(H_2O)]$	382,05	50,30	4,74	7,33	15,42

# PEMBAHASAN

## Analisis Uji Toksisitas

Ligan 2-Metil-4,5-Difenil-1*H*-Imidazol

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Larva Mati	Larva Hidup	Mortalitas (%)
500	2.7	13	5	72.22
250	2.4	10	8	55.56
100	2	5	13	27.78
50	1.7	3	15	16.67
10	1	1	17	5.556



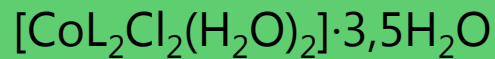
$$\begin{aligned}y &= 40,061x - 42,931 \\50 &= 40,061x - 42,931 \\92,931 &= 40,061x \\x &= 2,32 \\ \text{anti log } x \text{ (LC}_{50}\text{)} &= 208,80 \text{ ppm}\end{aligned}$$

Aktif Toksik  
pada Larva  
Udang *Aretmia*  
*salina*

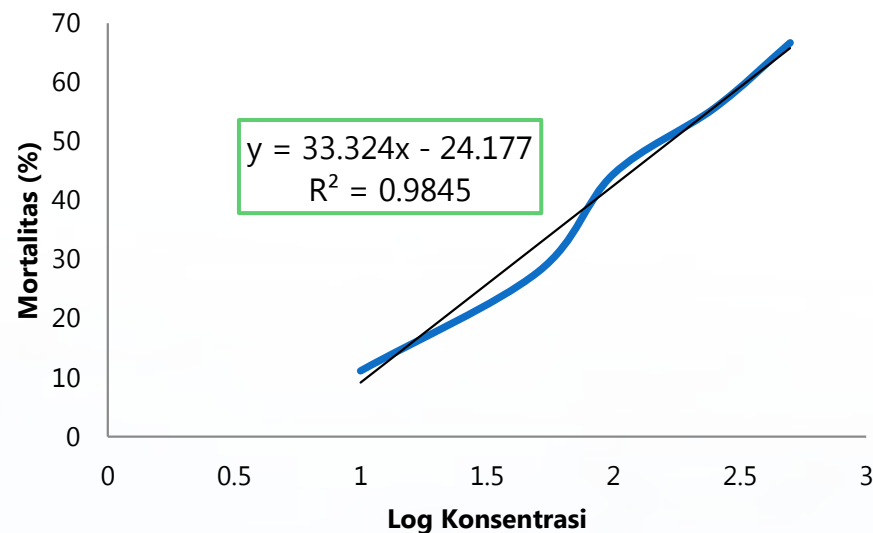
$\text{LC}_{50} < 1000 \text{ ppm}$

# PEMBAHASAN

## Analisis Uji Toksisitas



Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Larva Mati	Larva Hidup	Mortalitas (%)
500	2.7	12	6	66.67
250	2.4	10	8	55.56
100	2	8	10	44.44
50	1.7	5	13	27.78
10	1	2	16	11.11



$$\begin{aligned}y &= 33,324x - 24,177 \\50 &= 33,324x - 24,177 \\74,177 &= 33,324x \\x &= 2,23 \\ \text{anti log } x \text{ (LC}_{50}\text{)} &= 168,241 \text{ ppm}\end{aligned}$$

Aktif Toksik  
pada Larva  
Udang *Aretmia*  
*salina*

$\text{LC}_{50} < 1000 \text{ ppm}$

# KESIMPULAN

1

- Ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol berhasil disintesis dengan rendemen sebesar 54,37%

2

- Kompleks Kobalt(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol berhasil disintesis dengan rendemen sebesar 78,06%. Kompleks tersebut diperoleh melalui sintesis dengan perbandingan mol logam dan ligan 1:2 pada pH 8.

3

- Kompleks Kobalt(II) dengan ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol memiliki formula kompleks  $[\text{CoL}_2\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$  dengan L adalah 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol

4

- Nilai  $\text{LC}_{50}$  ligan 2-metil-4,5-difenil-1*H*-imidazol sebesar 208,80 ppm, sedangkan pada kompleks  $[\text{CoL}_2\text{Cl}_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$  sebesar 168,24 ppm. Nilai  $\text{LC}_{50}$  dari kedua senyawa tergolong senyawa aktif toksik pada larva udang *Aretmia salina*.

# TERIMA KASIH

<b>Dr. Afifah Rosyidah, M.Si</b>	<b>Ketua Penguji</b>
<b>Dr. Fahimah Martak, M.Si</b>	<b>Dosen Pembimbing dan Penguji</b>
<b>Prof. Mardi Santoso, Ph.D</b>	<b>Dosen Penguji</b>
<b>Dr. R Djarot Sugiarto KS, M.S</b>	
<b>Dr. Ir. Endah Mutiara MP, M.Si</b>	
<b>Dr. Deana Wahyuningrum (Jurusan Kimia ITB)</b>	
<b>Prof. Dr. Bohari M. Yamin (Universiti Kebangsaan Malaysia)</b>	
<b>Elvira Hermawati, M.Si (Jurusan Kimia ITB)</b>	<b>Analisis NMR</b>
<b>Vera Dessy Noevita, S.Pd dan Rachmawati, S.Si (Laboratorium Terpadu FMIPA Unesa)</b>	<b>Analisis AAS</b>