

# Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan (6E)-(N<sup>2</sup>)-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletalidin)piridin-2,6-diamina

Andika Putri Ningtyas, Fahimah Martak

Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

*e-mail*: fahimahm@chem.its.ac.id

**Abstrak**—Senyawa kompleks binuklir kobalt(II) dengan ligan (6E)-N<sup>2</sup>-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletalidin)piridin-2,6-diamina telah berhasil disintesis menggunakan alat refluks. Kristal yang diperoleh berwarna oranye dan berbentuk jarum kecil. Senyawa kompleks tersebut dapat menyerap warna pada panjang gelombang maksimum 460 nm. Hasil analisis menggunakan elemental analyzer dan AAS menunjukkan bahwa kompleks yang terbentuk memiliki rumus molekul [Co<sub>2</sub>(L<sub>2</sub>)(CH<sub>3</sub>COO)<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O. Rumus molekul juga didukung dengan data TGA yang menunjukkan dekomposisi air kristal pada suhu 105-120 °C. Spektrum FTIR menunjukkan puncak khas vibrasi C=N dan Co-N masing-masing pada bilangan gelombang 1658,84 cm<sup>-1</sup> dan 418,57 cm<sup>-1</sup>. Uji toksisitas senyawa ini dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) dan dihasilkan nilai toksisitas LC<sub>50</sub> sebesar 151,35 mg/L.

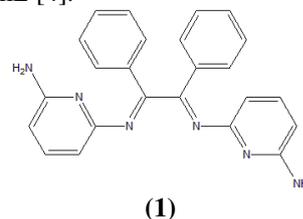
**Kata Kunci**—Senyawa kompleks Co(II); ligan (6E)-N<sup>2</sup>-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletalidin)piridin-2,6-diamina; toksisitas.

## I. PENDAHULUAN

Ligan basa *Schiff* telah menarik perhatian para peneliti. Hal ini karena senyawa kompleks basa *Schiff* mempunyai peran utama stereokimia dan kimia koordinasi. Senyawa basa *Schiff* mempunyai kelebihan yaitu mudah direaksikan dengan logam transisi, mempunyai sifat pembeda dengan senyawa lain serta strukturnya yang bervariasi [11]. Selain itu, ligan senyawa basa *Schiff* juga mempunyai peran penting dalam bidang fisiologis dan aktivitas farmakologi. Senyawa kompleks basa *Schiff* memiliki aktivitas biologis yang bagus sebagai antimikroba terhadap bakteri, jamur, dan dapat digunakan sebagai obat serta dapat menghambat pertumbuhan penyakit tumor [2].

Piridin dengan ciri khas adanya atom N (nitrogen) yang terikat di dalam cincin merupakan salah satu senyawa basa *Schiff* yang banyak dikaji dalam literatur karena perannya sangat penting dalam sistem biologi [5]. Hasil reaksi kondensasi basa *Schiff* antara aldehid dan aminopiridin sangat menarik dan menjanjikan karena efektif sebagai *kemoterapi* [8]. Piridin mempunyai senyawa turunan seperti senyawa 2,6-diaminopiridin, 2,4-diaminopiridin, 3,4-diaminopiridin, dan 2,3,6-triaminopiridin. Senyawa 2,6-diaminopiridin merupakan senyawa turunan piridin yang sering dikaji [3].

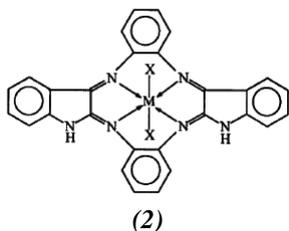
Senyawa (6E)-N<sup>2</sup>-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletalidin)piridin-2,6-diamina (**1**) merupakan salah satu senyawa turunan piridin yang mengandung gugus aromatik. Senyawa tersebut membentuk kompleks dan memiliki aktivitas antibakteri telah dilaporkan oleh (Jayalakshmi and Rajavel, 2015). Hasil uji aktivitas antibakteri menunjukkan senyawa (**1**) mampu menghambat pertumbuhan bakteri *Basilus subtilis* sebesar 5 µg/mL [4].



Senyawa turunan piridin yang lain yaitu 2,6-Bis(2,6-dietilfeniliminometil)piridin yang digunakan sebagai ligan. Senyawa tersebut telah diuji toksisitasnya terhadap sel kanker kolon (HCT-15). Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa senyawa mempunyai nilai IC<sub>50</sub> sebesar 65,1 µM. Senyawa tersebut juga dapat berkoordinasi dengan logam Co(II) dan telah dilakukan uji toksisitas terhadap sel kanker kolon (HCT-15). Nilai IC<sub>50</sub> kompleks Co(II) dengan ligan 2,6-Bis(2,6-dietilfeniliminometil)piridin sebesar 45,6 µM. Nilai IC<sub>50</sub> kompleks ini lebih rendah dibanding dengan ligan tersebut. Hal ini menunjukkan bahwa adanya logam Co(II) menyebabkan suatu senyawa menjadi lebih toksik dan efektif untuk aktivitas antikanker [1].

Logam kobalt merupakan salah satu logam yang dibutuhkan dalam tubuh manusia. Fungsi utama kobalt yaitu sebagai membran transport dalam sel darah manusia. Dalam beberapa penelitian tentang senyawa kompleks yang telah dilaporkan, ion logam kobalt(II) mampu menghambat pertumbuhan bakteri dan jamur [7].

Telah dilaporkan pula senyawa kompleks hasil kondensasi isatin dan 1,2-diaminobenzen (**2**) dimana M= Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II). Pada keempat senyawa kompleks tersebut dilakukan uji *in vitro* aktivitas antibakteri. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa senyawa kompleks dengan ion logam Co(II) mempunyai nilai hambatan paling tinggi terhadap pertumbuhan bakteri *B. megaterium* yaitu sebesar 64 µg/cm<sup>3</sup> [9].



Studi literatur memberikan inspirasi untuk mensintesis kompleks logam kobalt(II) dengan ligan (**I**). Hasil sintesis senyawa ini dikarakterisasi dan dihitung nilai toksisitasnya dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) terhadap benur udang *Artemia salina*. Kompleks tersebut diharapkan mempunyai nilai toksisitas yang lebih bagus daripada penelitian sebelumnya.

## II. METODOLOGI PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

#### 1) Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian adalah alat refluks, peralatan gelas, pipet tetes, pipet ukur, plat KLT, kertas saring *whatman* 41, *hotplate*, *magnetic stirrer*, desikator vakum, dan neraca digital. Adapun peralatan instrumen yang digunakan untuk karakterisasi meliputi Spektrofotometer UV/VIS Geneys 10S, Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan SHIMADZU FTIR 8400S, NMR Jeol 500 dan peralatan Uji *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

#### 2) Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan kimia dari Merk dan Sigma Aldrich yang mempunyai kemurnian pro analis (p.a) yaitu 2,6-diaminopiridin (2,6-dap), 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil), kobalt(II) diasetat tetrahidrat ( $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), etanol, metanol, *n*-heksana, etil asetat, metilen klorida, kloroform, aquades,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat,  $\text{HNO}_3$  pekat dan HCl 5 M. Uji toksisitas pada senyawa kompleks menggunakan air laut dan benur udang *Artemia salina*.

### B. Prosedur Kerja

#### 1) Sintesis Ligan (**I**)

Ligan (**I**) disintesis berdasarkan prosedur yang telah dilakukan oleh Jayalakshmi dan Rajavel, (2015) dengan beberapa modifikasi. Senyawa 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil) sebanyak 0,21 gram (1 mmol) dan 20 mL etanol dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga berukuran 250 mL (sebelumnya telah dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, termometer dan tutup labu). Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang selama 5 menit. Asam sulfat sebanyak 3 tetes ditambahkan ke dalam larutan benzil etanolik dan dilanjutkan pengadukan hingga 20 menit. Senyawa 2,6-diaminopiridin sebanyak 0,22 gram (2 mmol) yang telah dilarutkan dalam 20 mL etanol ditambahkan tetes per tetes. Campuran kedua larutan tersebut direaksikan dan disertai pengadukan pada suhu 78 °C selama 180 menit. Reaksi tersebut dimonitor menggunakan KLT (Kromatografi Lapis Tipis) hingga diperoleh noda tunggal. Larutan berwarna coklat diuapkan pada suhu ruang selama 5 hari. Kristal murni disimpan dalam desikator selama 24 jam. Kristal tersebut selanjutnya diuji kemurniannya menggunakan KLT tiga eluen, KLT

2D dan diuji titik leleh serta dihitung hasil rendemen. Ligan (**I**) yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan  $^1\text{H}$  NMR serta Spektroskopi Massa.

#### 2) Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan (**I**)

Kompleks Co(II) dengan (**I**) disintesis menggunakan metoda langsung dengan perbandingan antara logam dan ligan adalah 1:1. Ligan (**I**) sebanyak 0,392 gram (1 mmol) dan 20 mL etanol dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga berukuran 250 mL (sebelumnya telah dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, termometer dan tutup labu). Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang selama 5 menit. Padatan garam  $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,249 gram (1 mmol) yang telah dilarutkan dalam 20 mL etanol ditambahkan secara tetes per tetes. Campuran kedua larutan tersebut direfluks pada suhu 78 °C selama 5 jam. Larutan berwarna oranye hasil refluks diuapkan pada suhu ruang selama 5 hari. Kristal berwarna oranye yang diperoleh ditimbang dan dihitung nilai rendemen. Kompleks Co(II) dengan ligan (**I**) yang diperoleh dianalisa lebih lanjut menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, C, H dan N unsur, AAS dan TGA serta uji toksisitas menggunakan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*) dengan Benur Udang *Artemia Salina*.

## III. HASIL DAN DISKUSI

### A. Sintesis dan Karakterisasi FTIR Ligan (**I**)

Ligan (**I**) diperoleh melalui metode refluks dalam larutan etanol (20 mL) dengan perbandingan 1:2 benzil dan 2,6-diaminopiridin. Ligan (**I**) disintesis melalui tahapan reaksi adisi nukleofilik dari benzil dengan 2,6-diaminopiridin dengan adanya asam sulfat yang berperan sebagai katalis asam. Reaksi dimonitoring dengan KLT. Berdasarkan noda tunggal yang dihasilkan dari monitoring KLT, refluks dihentikan tepat pada waktu 3 jam. Padatan ligan yang diperoleh berwarna coklat dengan rendemen sebesar 73,98 %. Hasil uji KLT 2D menunjukkan bahwa senyawa tersebut murni dengan ditandai adanya noda tunggal di tengah. Hasil uji titik leleh ligan (**I**) pada rentang suhu 89-90 °C.

Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa sintesis ligan (**I**) berhasil dilakukan. Hal ini diketahui adanya puncak khas C=N pada bilangan gelombang 1658,84  $\text{cm}^{-1}$ . Selain itu terdapat puncak serapan pada bilangan gelombang 3448,84  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus N-H sekunder. Vibrasi *stretching* CH-sekunder aromatik muncul pada bilangan gelombang 3064,99  $\text{cm}^{-1}$ , gugus tersebut diperkuat oleh serapan ikatan C=C aromatik pada 1595  $\text{cm}^{-1}$ .

### B. Karakterisasi $^1\text{H}$ -NMR dan Spektroskopi Massa Ligan (**I**)

Spektrum  $^1\text{H}$  NMR menunjukkan puncak singlet  $\text{NH}_2$  dengan 2 proton muncul pada pergeseran ( $\delta$ ) 4,898 ppm menunjukkan bahwa proton tersebut tidak memiliki tetangga. Pergeseran ( $\delta$ ) 7,560-7,522 ppm triplet (t) menunjukkan adanya proton yang terikat pada gugus piridin nomor 4. Pergeseran ( $\delta$ ) 7,921-7,878 ppm menunjukkan adanya proton yang terikat pada gugus piridin nomor 3 dan 5. Puncak triplet (t) muncul pergeseran 7,714-7,678 ppm menunjukkan adanya proton yang terikat pada gugus benzilidenimin. Data  $^1\text{H}$  NMR

menunjukkan satu sisi struktur ligan (**I**), untuk menghasilkan struktur yang simetris jumlah proton dikali dua yaitu terdapat 20 proton.

Karakterisasi lain yang digunakan untuk mengetahui jumlah massa relatif ligan (**I**) yaitu *Analisis Mass Spectroscopy* (MS). Pada spektrum tersebut dapat diketahui puncak molekul ion  $m/z$  sebesar 392,889 merupakan massa relatif ligan (**I**). Nilai  $m/z$  tersebut sesuai dengan perhitungan massa relatif secara teoritis yaitu 392 gram/mol.

### C. Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan (I)

Sintesis kompleks Co(II) dengan ligan (**I**) dilakukan dengan metode dengan perbandingan antara ligan dan logam adalah 1:1. Ligan (**I**) sebanyak 0,392 gram (1 mmol) dan 20 mL etanol dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga berukuran 250 mL (sebelumnya telah dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, termometer dan tutup labu). Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang selama 5 menit. Pengadukan ini bertujuan agar ligan larut sempurna dalam etanol.

Padatan garam  $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,249 gram (1 mmol) yang telah dilarutkan dalam 20 mL etanol ditambahkan secara tetes per tetes. Penambahan secara tetes per tetes bertujuan agar larutan etanolik logam dan etanolik ligan tercampur secara merata. Campuran kedua larutan tersebut direfluks pada suhu 78 °C selama 5 jam. Reaksi dilakukan dengan menggunakan refluks bertujuan agar reaksi sintesis senyawa kompleks tetap terjaga meskipun dalam kondisi panas sehingga mol reaktan dan produk tetap konstan. Larutan oranye hasil refluks yang diperoleh didiamkan selama 5 hari pada suhu ruang.

Kristal kompleks berwarna oranye yang diperoleh kemudian diambil dan dikeringkan dalam desikator selama 24 jam. Rendemen kompleks yang diperoleh sebesar 72,24 %.

### D. Analisis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks

#### 1) Penentuan Panjang Gelombang Kompleks Co(II) dengan Ligan (I)

Senyawa kompleks dengan logam yang berbeda akan mempunyai panjang gelombang yang berbeda pula. Hal ini karena setiap logam mampu menyerap sinar ultraviolet maupun *visible* pada panjang gelombang tertentu. Adanya perbedaan panjang gelombang tersebut menunjukkan bahwa senyawa kompleks yang disintesis telah terbentuk. Pada penelitian ini dilakukan analisis UV-Vis ion kobalt(II) dan senyawa kompleks dengan jarak panjang gelombang mulai 200 nm hingga 800 nm. Panjang gelombang maksimum pada sumber ion kobalt yaitu 640 nm. Senyawa kompleks mampu menyerap sinar *visible* pada panjang gelombang maksimum yang lebih rendah dari pada logam yaitu 460 nm. Pergeseran panjang gelombang maksimum tersebut dipengaruhi oleh adanya transfer muatan dari ligan ke logam [10].

#### 2) Karakterisasi FTIR Senyawa Kompleks Co(II)

Pada karakterisasi FTIR senyawa kompleks kompleks Co(II) dengan ligan (**I**) diukur pada bilangan gelombang 4000-375  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra yang dihasilkan dapat digunakan untuk mengetahui adanya gugus fungsi dalam senyawa kompleks sehingga dapat memperkuat data sebelumnya dan dapat membantu untuk memprediksi struktur senyawa kompleks.

Berdasarkan spektrum FTIR dapat diketahui pada bilangan gelombang ( $\nu$ ) 3433,41  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus  $\text{NH}_2$  dan OH serta diperkuat oleh serapan N-H muncul pada daerah *finger print* 794,7  $\text{cm}^{-1}$  dan 719,47  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak pada bilangan gelombang 3064,99  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan *stretching* C-H sekunder aromatik dan didukung puncak pada daerah *finger print* 875,71  $\text{cm}^{-1}$ . Ciri khas adanya cincin aromatik didukung dengan munculnya puncak pada daerah serapan 1572,04 dan 1450,52  $\text{cm}^{-1}$ . Adanya serapan *stretching* C=N pada bilangan gelombang 1658,84  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan ciri khas dari ligan (**I**). Ikatan Co-N ditunjukkan pada puncak bilangan gelombang 500-330  $\text{cm}^{-1}$ . Pada penelitian ini, ikatan Co-N muncul pada bilangan gelombang 418,57  $\text{cm}^{-1}$ . Hal tersebut menunjukkan bahwa logam Co telah berikatan dengan atom N pada ligan (**I**).

#### 3) Analisis Penentuan C, H dan N dalam Senyawa Kompleks Co(II)

Analisis penentuan komposisi C, H dan N dalam kompleks menggunakan alat *elemental analyzer*. Penentuan komposisi unsur tersebut dapat memperkuat data spektroskopi FTIR. Data C, H dan N unsur senyawa kompleks hasil eksperimen dan hasil secara teoritis disajikan pada Tabel 4.5.

TABEL 4.1 DATA KOMPOSISI C, H DAN N KOMPLEKS HASIL EKSPERIMEN DAN HASIL TEORITIS

Rumus molekul	C (%)	H (%)	N (%)
Sampel	58,20	3,01	14,58
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]$	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

L = (6E)-N<sup>2</sup>-(E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletolidinpiridin-2,6-diamina (**I**)

Berdasarkan Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa prediksi rumus molekul kompleks mempunyai komposisi karbon, hidrogen dan nitrogen yang hampir sama. Dari perbandingan komposisi secara eksperimen dan teoritis, rumus molekul yang paling mendekati adalah  $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

#### 4) Analisis Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Analisis *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) digunakan untuk mengetahui kadar logam kobalt dalam senyawa kompleks. Cuplikan yang dapat diukur oleh instrumen AAS dalam bentuk larutan. Senyawa kompleks yang diperoleh tidak dapat larut dalam aquades maupun aquademin sehingga senyawa kompleks tersebut harus didestruksi terlebih dahulu dalam larutan  $\text{HNO}_3$  pekat. Selain itu,  $\text{HNO}_3$  berfungsi sebagai pengawet dan menghilangkan pengotor yang terdapat dalam sampel. Larutan standar logam kobalt dibuat dengan cara melarutkan logam dalam HCl 5 M dan diencerkan aquades hingga diperoleh variasi konsentrasi 0,1 ppm; 0,25 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm, dan 2 ppm. Berdasarkan data kurva kalibrasi diperoleh persamaan linier  $y = 0,038x - 0,006$ . Nilai absorbansi logam kobalt dalam sampel dimasukkan sebagai fungsi x sehingga diperoleh konsentrasi unsur dalam sampel sebesar 0,2 ppm. Data absorbansi logam Co dalam larutan sampel disajikan pada Tabel 4.2.

TABEL 4.2 DATA ABSORBANSI KOBALT DALAM LARUTAN SAMPEL

Cuplikan	Absorbansi	Konsentrasi Co (ppm)
Sampel	0,0026	0,2

Dari hasil kurva kalibrasi dan data absorbansi dapat diketahui kadar ion logam Co(II) pada konsentrasi 1 ppm sebesar 10,20 %. Dengan membandingkan kadar ion logam hasil penelitian dengan hasil perhitungan secara teoritis yaitu sebesar 10,20 % dapat disimpulkan rumus molekul yang mendekati adalah  $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$ .

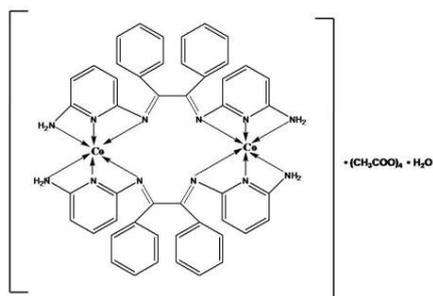
##### 5) Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

Thermal Gravimetric Analysis (TGA) digunakan untuk memperkirakan spesi yang terdekomposisi ataupun tersisa sehingga dapat memperkuat data rumus molekul yang telah diprediksi sebelumnya. TGA dilakukan pada suhu 20-600°C dengan kenaikan suhu 10°C/jam dan berat sampel mula-mula yaitu sebesar 3,4132 mg.

Berdasarkan hasil analisis tersebut dapat diketahui bahwa pada suhu 105-120°C terjadi dekomposisi sebesar 1,15% yang menunjukkan adanya air kristal. Pada suhu 121-500 °C terjadi dekomposisi yang sangat drastis. Dekomposisi tersebut merupakan ligan (6E)-N<sup>2</sup>-(E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina dan asetat. Pada suhu 501 °C tidak terjadi perubahan massa. Berat yang tersisa sebesar 0,38 mg merupakan logam Co. Hal tersebut sesuai dengan prediksi rumus senyawa kompleks  $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$ .

##### 6) Perkiraan Struktur Senyawa Kompleks $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$

Data C, H dan N unsur dan AAS menunjukkan formula kompleks adalah  $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$ . Pergeseran spektrum FTIR pada gugus fungsi N-H dan C=N mengindikasikan bahwa gugus fungsi N-H dan C=N terkoordinasi pada  $\text{Co}^{2+}$ . Adanya molekul  $\text{H}_2\text{O}$  didukung oleh data TGA yang mengindikasikan adanya hidrat. Dengan demikian rumus struktur kompleks diperkirakan  $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$ , dengan struktur seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1.

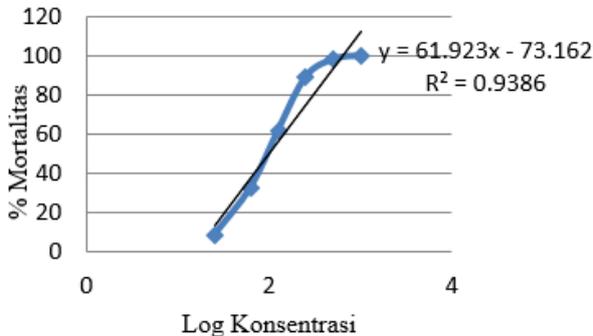


Gambar 4.1 Perkiraan Struktur Senyawa Kompleks  $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$

##### E. Uji Toksisitas dengan Metode BSLT

Uji toksisitas dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Pada uji tersebut digunakan larva *Artemia salina* sebagai hewan uji. Nilai  $\text{LC}_{50}$  senyawa kompleks yang dihasilkan menunjukkan sifat toksik senyawa uji. Nilai toksisitas tersebut diperoleh dari jumlah larva udang yang mati pada masing-masing konsentrasi larutan uji. Suatu larutan senyawa uji dapat dikatakan bersifat toksik jika nilai  $\text{LC}_{50} < 1000$  ppm dan

bersifat toksik jika nilai  $\text{LC}_{50} < 200$  ppm untuk senyawa murni [6]. Variasi konsentrasi yang digunakan dalam pengujian ini yaitu 25 ppm, 62,5 ppm; 125 ppm; 250 ppm; 500 ppm dan 1000 ppm. Pada masing-masing konsentrasi dilakukan pengujian sebanyak tiga kali (triplo). Pada uji BSLT digunakan larutan kontrol yang terdiri dari tiga lubang *microplate* dan masing-masing lubang berisi 10 ekor larva udang *Artemia salina*, sedangkan pada larutan kontrol hanya diisi air laut tanpa larutan uji. Hasil uji BSLT dibuat grafik log konsentrasi terhadap % mortalitas yang ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Kurva BSLT Kompleks Co(II) dengan Ligan (I)

Berdasarkan Gambar 4.2 diperoleh nilai persamaan  $y = 61,92x - 73,16$ . Dari persamaan tersebut dapat diketahui nilai  $\text{LC}_{50}$  senyawa kompleks  $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$  sebesar 151,35 ppm. Semakin tinggi konsentrasi larutan uji, maka semakin tinggi mortalitas pada hewan uji. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang menyebutkan bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan maka sifat toksisitasnya akan semakin tinggi. Nilai  $\text{LC}_{50}$  senyawa kompleks  $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$  menunjukkan kompleks tersebut bersifat toksik karena nilai  $\text{LC}_{50}$  yang diperoleh di bawah standar ketoksikan suatu senyawa yaitu 200 ppm [6].

#### IV. KESIMPULAN

Kompleks Co(II) dengan ligan (I) telah berhasil disintesis dengan rendemen 72,24%. Uji toksisitas dilakukan dengan metode BSLT didapatkan nilai  $\text{LC}_{50}$  151,35 ppm. Nilai  $\text{LC}_{50}$  tersebut menunjukkan kompleks toksik karena nilai  $\text{LC}_{50}$  yang didapat di bawah standar yaitu 200 ppm.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Ibu Lidia dari UNAIR atas bantuan analisa spektrometer NMR dan Mas Erfan dari ITS atas bantuan karakterisasi FTIR serta Bapak Kaliawan dari POLINEMA atas bantuan karakterisasi MS. Terima kasih kepada Ibu Lia dari Laboratorium BRISTAN Industri atas bantuan karakterisasi AAS, Ibu Win dari Laboratorium Lingkungan LPPM ITS atas bantuan karakterisasi UV-Vis dan Ibu Fita dari Laboratorium Energi ITS atas bantuan analisa TGA serta semua pihak yang telah membantu dalam penelitian ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Built, M.P., Ortiz, G.A., Mijangos, E., Sosa, B.L., Bartz, S.F., Mora, G.I., Parra, F.A. 2015. "2,6-Bis(2,6-diethylphenyliminometgyl)pyridine Coordination Compounds with Cobalt(II), Nickel(II), Copper(II) and

- Zinc(II) : Synthesis, Spectroscopic Characterization, X-ray Study and In Vitro Cytotoxicity*". **Journal of Inorganic Biochemistry**. 142 : 1-7.
- [2] Dospil, G. 2001. "Synthesis and Characterization of Imidazol Substituted Arenes as Simple Enzyme-Mimics with Acetyl Transferase Activity". **Tetrahedron Letter**. 42 : 7837-7840.
- [3] Gudasi, K. B., Patil, S. A., Vadani, R. S., Shenoy, R. V., and Patil, M. S. 2006. "Synthesis and Spectral Studies of Cu(II), Ni(II), Mn(II), Zn(II), and Cd(II) Complexes of a New Macrocyclic Ligand *N,N'*-bis(2-benzothiazoly)-2,6-pyridinedicarboxamide". **Journal Serbian Chemical Society**. 71(5) : 529-542.
- [4] Jayalakshmi, R. and Rajavel, R. 2015. "Synthesis and Characterization of Some Novel Schiff Base Metal Complexes : Spectral, XRD, Photoluminescence and antimicrobial Studies". **Chemical Science Review and Letters**. 4(15) : 851-859.
- [5] Kallen, R. G., Korpella, T., Martell, A. E., Matsushma, Y., Matzler, C., Morozov, Y., Ralston, I., Savin, F., Toschinsky, Y., Ueno, H. 1985. "Biomedical Aspects of Histamine: Current Perspectives". New York : **Wiley**.
- [6] Nurhayati, A.A. N., Febrianto, R. 2006. "Uji Toksisitas Ekstrak *Eucheuma Alvarezii* terhadap *Artemia Salina* sebagai uji pendahuluan potensi antikanker". **AktaKimindo**. 2 : 41-46.
- [7] Simonsen, L.O., Harbak, H., Bennekou, P. 2012. "Cobalt metabolism and Toxicology-A Brief Update". **Science of the Total Environment**. 432 : 210-215.
- [8] Singh, P. D. and Dhakarey, R. 2009. "Bioinorganic Relevance of Some Cobalt(II) Complexes with Thiophene-2-glyoxal Derived Schiff Bases". **E-Journal of Chemistry**. 6(1) : 99-105.
- [9] Singh, D. P., Grover, V., Kumar, K., Jain, K. 2011. "Synthesis and Characterization of Divalent Metal Complexes of the Macrocyclic Ligand Derived from Isatin and 1,2-diaminobenzene". **Journal the Serbian Chemical Society**. 76(3) : 385-393.
- [10] Varshney, A.K., Varshney, S. and Singh, H.L. 1999. "Synthesis and Characterization Complexes Compound with Pyridin Ligand". **Journal of Inorganic Chemistry**. 29 : 245.
- [11] Viswanathamurthi, P., Natarajan, K. 2006. "Ruthenium(II) Schiff Base : Complexes, Physicochemical, Spectrometric, Microbial and DNA Binding and Cleaving Studies". **International Journal of Applied Biology and Pharmaceutical Technology**. 36 : 415-418.