SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *P*-ANISIDIN MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN

SKRIPSI

Oleh:
ROBI'ATUL ADAWIYAH
NIM. 13630114

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *P*-ANISIDIN MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN

SKRIPSI

Oleh:
ROBI'ATUL ADAWIYAH
NIM. 13630114

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *P*-ANISIDIN MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN

SKRIPSI

Oleh:
ROBI'ATUL ADAWIYAH
NIM. 13630114

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 25 September 2017

Pembimbing I	Pembimbing II
Rachmawati Ningsih, M.Si	**A. Ghanaim Fasya, M.Si**
NIP. 19810811 200801 2 010	**NIP. 19820616 200604 1 002**

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *P*-ANISIDIN MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN

SKRIPSI

Oleh:
ROBI'ATUL ADAWIYAH
NIM. 13630114

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 25 September 2017

Penguji Utama	**: Akyunul Jannah, S.Si, M.P** **NIP. 19750410 200501 2 009**	(.....)
Ketua Penguji	**: Ahmad Hanapi, M.Sc** **NIDT. 19851225 20160801 1 069**	(.....)
Sekretaris Penguji	**: Rachmawati Ningsih, M.Si** **NIP. 19810811 200801 2 010**	(.....)
Anggota Penguji	**: A. Ghanaim Fasya, M.Si** **NIP. 19820616 200604 1 002**	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Robi'atul Adawiyah

Nim : 13630114

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : "Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin Menggunakan Metode Penggerusan"

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 25 September 2017

Yang membuat pernyataan,

Robi'atul Adawiyah

NIM. 13630114

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KATA PENGANTAR

Syukur alhamdulillah kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan studi di Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang sekaligus menyelesaikan skripsi penelitian dengan judul "**Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin Menggunakan Metode Penggerusan**".

Penulis mengucapkan terima kasih yang tidak terhingga kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikannya skripsi ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, yang telah banyak memberikan pengetahuan dan pengalaman yang berharga.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen pembimbing penelitian, Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen konsultan, dan Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen pembimbing agama yang telah banyak memberikan pengarahan dan pengalaman yang berharga.
5. Seluruh bapak ibu dosen Jurusan Kimia dan segenap Laboran dan Staf administrasi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah banyak membantu dalam proses penelitian.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

6. Kedua orang tua penulis, Bapak H. Imam Juwaini dan Ibu Hj. Aisyah, serta saudara-saudara penulis yang telah memberikan semangat penuh, nasihat, doa dan dukungan moral dan materil sehingga penyusunan skripsi dapat terselesaikan.
7. Teman-teman seperjuangan dan semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga penelitian ini bisa memberikan manfaat kepada para pembaca khususnya penulis secara pribadi.

Malang, …… 2017

Penulis

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERSEMBAHAN

Puji syukur Alhamdulillah, karya tulis ini saya persembahkan untuk :

1. *Aba, Mek, Mbak Luluk, dan Fachril yang selalu memberikan dukungan dan do'anya, serta memberikan kontribusi terbesar dalam hidup saya.*
2. *Seluruh teman-teman kelas Kimia C 2013, V_Gazh Malang (Talitha, Iklilah, Dewi, Nayla, Iffah), Ainur Rofiqoh, teman-teman "Ghot House" yang banyak memberikan senyuman, semangat serta setia mendengarkan keluh kesah saya selama ini.*
3. *Teman-teman penelitian (Ulfa, Ibul, Daus) yang banyak membantu selama proses penelitian, yang setia menemani dalam susah dan senang selama berjalannya penelitian ini.*

"Motto"

سلامة الانسان في حفظ اللسان

" Keselamatan seseorang terletak pada lidahnya (perkataannya)"

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL ..... **i**
HALAMAN PERSETUJUAN ..... **ii**
HALAMAN PENGESAHAN ..... **iii**
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN ..... **iv**
KATA PENGANTAR ..... **v**
PERSEMBAHAN ..... **vii**
DAFTAR ISI ..... **viii**
DAFTAR TABEL ..... **x**
DAFTAR GAMBAR ..... **xi**
DAFTAR LAMPIRAN ..... **xii**
ABSTRAK ..... **xiii**
ABSTRACT ..... **xiv**
الملخص ..... **xv**

BAB I PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 5
1.3 Tujuan Penelitian 6
1.4 Batasan Masalah 6
1.5 Manfaat Penelitian 6

BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Vanilin 7
2.2 *p*-Anisidin 8
2.3 Senyawa Basa Schiff 9
2.3.1 Reaksi Pembentukan Senyawa Basa Schiff dengan Metode Konvensional 11
2.3.2 Reaksi Pembentukan Senyawa Basa Schiff Tanpa Pelarut (*solvent free*) dan Tanpa Katalis Asam 12
2.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Penggerusan Tanpa Pelarut dan Katalis Asam 13
2.5 Monitoring Produk Sintesis Menggunakan KLT 15
2.6 Karakterisasi Produk Sintesis 17
2.6.1 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR 17
2.6.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM 18
2.7 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4 metoksifenilimino)metil)-fenol Menurut Prespektif Islam 20

BAB III METODOLOGI
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian 22
3.2 Alat dan Bahan 22
3.2.1 Alat 22
3.2.2 Bahan 22
3.3 Rancangan Penelitian 22

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.4 Tahapan Penelitian 23
3.5 Cara Kerja 23
3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin (1:1) dengan Variasi Lama Penggerusan 23
3.5.2 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT 24
3.5.3 Uji Titik Lebur Produk Sintesis 24
3.5.4 Karakterisasi Produk Sintesis dengan Uji Kelarutan 24
3.5.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR 25
3.5.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM 25
3.5.7 Analisis Data 25

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol dengan Variasi Waktu Penggerusan 27
4.2 Monitoring Produk Sintesis Menggunakan KLT 29
4.3 Karakterisasi Produk Sintesis 31
4.3.1 Uji Kelarutan 31
4.3.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR 32
4.3.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM 36
4.4 Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol dalam Perspektif Islam 41

BAB V PENUTUP
5.1 Kesimpulan 44
5.2 Saran 44

DAFTAR PUSTAKA 46
LAMPIRAN 51

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan ketiga produk sintesis 28
Tabel 4.2 Hasil KLT ketiga produk sintesis dan reaktan 30
Tabel 4.3 Gugus fungsi dan bilangan gelombang dari spektra FTIR ketiga produk sintesis 34
Tabel 4.4 Perbandingan serapan gugus fungsi antara reaktan dengan produk sintesis 35

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur vanilin.....7
Gambar 2.2 Struktur *p*-anisidin.....9
Gambar 2.3 Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol menggunakan katalis asam.....11
Gambar 2.4 Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4- metoksifenilimino)-metil)fenol tanpa menggunakan pelarut dan katalis 12
Gambar 2.5 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)-fenol pada kondisi tanpa katalis dan pelarut 13
Gambar 2.6 Spektra FTIR senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin 18
Gambar 4.1 Hasil kromatografi lapis tipis tanpa penyinaran lampu UV dan dengan penyinaran lampu UV 254 nm 30
Gambar 4.2 Hasil uji kelarutan sebelum penambahan NaOH dan setelah penambahan NaOH.....31
Gambar 4.3 Reaksi asam basa Bronsted-Lowry 32
Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR dari ketiga produk sintesis dan reaktan 33
Gambar 4.5 Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4 metoksifenilimino)metil)fenol tanpa pelarut dan katalis asam.....35
Gambar 4.6 Kromatogram produk sintesis variasi 20 menit 36
Gambar 4.7 Spektra massa puncak 1 37
Gambar 4.8 Spektra massa puncak 2 37
Gambar 4.9 Pola fragmentasi puncak 2 ke-1 38
Gambar 4.10 Pola fragmentasi puncak 2 ke-2 38
Gambar 4.11 Pola fragmentasi puncak 2 ke-3 39
Gambar 4.12 Pola fragmentasi puncak 2 ke-4 39
Gambar 4.13 Pola fragmentasi puncak 2 ke-5 40

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir.....51
Lampiran 2 Perhitungan.....54
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi.....57
Lampiran 4 Dokumentasi.....62

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRAK

Adawiyah, R. 2017. **Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin menggunakan Metode Penggerusan**. **Skripsi**. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Pembimbing II: A. Ghanaim Fasya, M.Si; Konsultan: Ahmad Hanapi, M.Sc.

Kata kunci: Basa Schiff, vanilin, *p*-anisidin, metode penggerusan

Senyawa basa Schiff merupakan suatu produk kondensasi senyawa karbonil (aldehida/keton) dengan suatu amina primer. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol dapat disintesis dari vanilin dan *p*-anisidin tanpa pelarut dan katalis dengan metode penggerusan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui waktu penggerusan terbaik dalam sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan metode penggerusan serta mengetahui hasil karakterisasi produk yang telah disintesis.

Vanilin dan *p*-anisidin digerus dengan variasi penggerusan 10, 15 dan 20 menit. Produk hasil sintesis ditentukan % hasilnya dan dikarakterisasi secara fisik meliputi warna, bau, kelarutan dan titik leburnya. Produk hasil sintesis juga diidentifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa waktu penggerusan 20 menit memiliki % hasil tertinggi yaitu 94,86 %. Produk yang dihasilkan memiliki karakter fisik antara lain: berupa padatan, berwarna coklat muda, sedikit larut dalam air dan memiliki titik lebur berkisar antara 128-131 ^{o}C. Hasil KLT menunjukkan bahwa muncul dua noda pada produk sintesis, salah satunya berwarna kuning dengan nilai Rf 0,84 yang diduga sebagai senyawa target. Spektra FTIR menunjukkan adanya serapan khas dari senyawa target yaitu –C=N pada 1590 cm^{-1}. Karakterisasi produk sintesis variasi 20 menit menggunakan KG-SM menunjukkan munculnya puncak pada waktu retensi 23,624 menit dengan ion molekuler pada nilai *m/z* 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target, sehingga diduga puncak tersebut merupakan puncak dari senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRACT

Adawiyah, Robiatul. 2017. **Synthesis of Schiff Base Compound from Vanillin and *p*-Anisidine Using Grindstone Method. Thesis**. Department of Chemistry, Faculty of Sains and Technology, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Supervisor II: A. Ghanaim Fasya, M.Si; Consultant: Ahmad Hanapi, M.Sc.

Keywords: Schiff base, vanillin, *p*-anisidine, grindstone method

Schiff base compound is condensation product of carbonyl (aldehyde/ketone) and primary amine group. Schiff base 2-methoxy-4-((4-methoxyphenylimino)methyl)phenol compound synthesized from vanillin and *p*-anisidine without using solvent and catalyst by grindstone method. The purpose of this research are to know the best grinding time in synthesis of Schiff base compound from vanillin and *p*-anisidine using grindstone method and to know the characterization of synthesized product.

Vanillin dan *p*-anisidine grinded for 10, 15 dan 20 minutes. The synthesized products were determined and characterized physically such as the colour, odor, solubilty and melting point. The synthesized products also identified by thin layer chromatography (TLC) and characterized by FTIR (Fourier Transform Infra Red) and Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS).

The result showed that grinding time in 20 minutes has the highest % yield, it was about 94.86%. The synthesized products have physical properties such as: solid, brown color, slightly soluble in water and has a melting point temperature ranged between 128-131 ^{o}C. The TLC result showed that two spots appeared in the synthesized products, one of the two spots has yellow colour with Rf value = 0,84 and it was suspected as target compound. The FTIR spectra showed a typical absorption of the target compound -C=N at 1590 cm^{-1}. Characterization of synthesized product in 20 minutes with GC-MS showed that one peak apperared in retention time 23,624 minutes with a molecular ion in *m/z* value 257, which is suitable with molecular mass of the target compound, so the peak was suspected as 2-methoxy-4-((4-methoxyphenylimino)methyl)-phenol compound's.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

الملخص

العدوية، رابعة. ٢٠١٧. **تخليق مركب باسا شيف من الفانيلين وف–الأنيسيدين بطريقة الطحن**.تقرير البحث. قسم الكيمياء، كلية العلوم و التكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى :رحمواتى نيغسيه الماجستيرة العالمية ، المشرف الثاني : أحمد غنائم فاشا الماجستير العالمي، المستشار: أحمد حنفي الماجستير العالمي.

كلمات البحث :مركب باسا شيف، الفانيلين، ف–الأنيسيدين ، طريقة الطحن

مركب باسا شيف هو نتاج التكثيف من مركب الكربونيل (الألدهيد / الكيتون) مع أمين بطانة الدهان. مركب باسا شيف ٢–ميثوكسي–٤–((٤– ميثوكسي فينيل ايمينوا)ميثيل)فينول يمكن تخليقه من الفانيلين وف–الأنيسيدين بدون استخدام المذيب و الحفاز بطريقة الطحن .و لها بعض المزايا هن صديقة للبيئة و بسيطة و إنتاج % النتائج العالية وتوفير الطاقة. الهدف من هذا البحث هو معرفة الوقت الأمثل فى تخليق مركب باسا شيف من الفانيلين وف–الأنيسيدين بطريقة الطحن و معرفة توصيف المنتجات.

يطحن الفانيلين وف–الأنيسيدين في اختلاف وقت الطحن هو ١٠ و ١٥ و ٢٠ دقيقة. تحدّد المنتجات من % النتائج وتعرّف من اللون و الرائح ولإذابة و درجة الإنصهار. توصّف المنتجات بفصل كروماتوغرافى رقيقة اللونى و تحويل فوريه مطياف أشعة تحت الحمراء و فصل كروماتوغرافى الغازى–مطياف الكتلى.

أظهرت نتائج البحث أن وقت طحن ٢٠ دقيقة له اعلى % النتائج هو ٩٤,٨٦ %. للمنتجات خصائص الفيزيائية هن جامدة و أسمر و مذاب في الماء بشكل ضعيف و درجة إنصهاره بين ١٢٨–١٣١ درجة مئوية. أظهرت نتائج كروماتوغرافى رقيقة اللونى وجود اثنين من البقع فى المنتجات، و إحدهما فى لون الأصفر بقيمة عامل لإحتفاظ ٠,٨٤ الذى يشار إلى مركب المستهدف. أظهر أطياف تحويل فوريه مطياف أشعة تحت الحمراء وجود الإمتصاص الخاص لمركب المستهدف هو C=N– فى ١٥٩٠ سنتيمتر$^{-1}$. أظهرت نتائج توصيف المنتج من طحن ٢٠ دقيقة بفصل كروماتوغرافى الغازى–مطياف الكتلى قمة واحدة فى وقت الاحتفاظ ٢٣,٦٢٤ دقيقة فى

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

أيون الجزيئي م/ز ٢٥٧ الّذى يوفق بكتلة الجزيئية من مركب المستهدف، اذن تشار القمة لمركب ٢-ميثوكسي-٤-((٤- ميثوكسي فينيل ايمينوا)ميثيل)فينول.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida adalah senyawa organik dengan rumus molekul $C_8H_8O_3$. Vanilin merupakan senyawa aktif golongan fenolik yang menjadi komponen utama hasil ekstraksi biji vanilla, yang dapat berpotensi sebagai senyawa kandidat antikanker (Handayani, 2011), antimikroba (Sun, dkk., 2013), dan antioksidan (Prabawati, dkk., 2012). Senyawa vanilin memiliki tiga gugus fungsi utama, yaitu aldehida, eter dan alkohol (Kumar, dkk., 2012). Gugus fungsi yang reaktif terhadap reaksi adisi adalah gugus aldehida. Gugus aldehida pada vanilin dapat bereaksi dengan amina primer aromatik membentuk ikatan C=N (imina) melalui reaksi adisi eliminasi (Patil, dkk., 2012).

Senyawa basa Schiff merupakan senyawa organik produk kondensasi dari amina primer dengan senyawa karbonil. Senyawa basa Schiff memiliki karakteristik struktur dengan adanya gugus $>C{=}N-$ (imina). Senyawa basa Schiff menunjukkan berbagai aktivitas biologis seperti antijamur (Ashraf, dkk., 2011), antitumor, antituberkulosis (Anand, dkk., 2012), antioksidan (Shaikh, dkk., 2013), antimalaria (Brodowska, dkk., 2014) dan antibakteri (Chaluvaraju dan Zaranappa, 2011; Bhai, dkk., 2014). Senyawa basa Schiff juga dapat berfungsi sebagai ligan pada pembentukan senyawa kompleks. Senyawa kompleks yang terbentuk tersebut dapat berfungsi sebagai katalisator pada pembentukan suatu polimer (Sembiring, dkk., 2013), inhibitor korosi (Ashraf, dkk., 2011) dan sebagai suatu sensor potensiometer (Bader, 2010).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Peneliti terdahulu banyak menggunakan metode konvensional dalam mensintesis senyawa basa Schiff, yakni menggunakan pelarut organik dan katalis asam. Sementara itu, pelarut organik dan katalis asam dapat menambah penggunaan bahan-bahan kimia yang menghasilkan limbah kimia. Sebagaimana dalam firman Allah dalam al Qur'an surat al A'raaf ayat 56:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِنَ الْمُحْسِنِينَ ﴿٥٦﴾

"*Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di muka bumi, sesudah Allah memperbaikinya dan berdo`alah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik".*

Ayat ini menjelaskan bahwa Allah SWT melarang manusia untuk berbuat kerusakan atau tidak bermanfaat dalam bentuk apapun, baik menyangkut perilaku, seperti merusak, membunuh, mencemari sungai dan lain-lain. Selain itu, kerusakan yang dimaksud juga menyangkut akidah, seperti kemusyrikan, kekufuran, dan segala bentuk kemaksiatan. Kata *ishlah* sebagai lawan kata dari *fasad* yang dimaksudkan dalam ayat ini adalah menyangkut persoalan akidah bukan fisik. Artinya Allah telah memperbaiki bumi ini dengan mengutus Rasul-Nya, menurunkan al-Qur'an dan penetapan syari'ah. Melihat hal ini, terjadinya kerusakan mental akan menjadi sebab terjadinya kerusakan fisik (Shihab, 2002).

Sintesis senyawa basa Schiff secara konvensional dapat meningkatkan penggunaan bahan yang berbahaya bagi manusia dan lingkungan, sehingga diperlukan metode sintesis untuk senyawa basa Schiff yang lebih efektif, yaitu

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

metode *green synthesis*. Aspek *green synthesis* meliputi sintesis senyawa basa Schiff menggunakan katalis alami maupun menggunakan pelarut air, serta sintesis tanpa pelarut (*solvent free*) dengan metode penggerusan. Kelebihan dari metode penggerusan dengan tanpa menggunakan pelarut dan katalis, antara lain, mengurangi penggunaan dan pembentukan hasil samping yang berbahaya bagi manusia dan lingkungan, hemat energi karena reaksi dilakukan pada suhu ruang, sederhana, murah dan lebih cepat. Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan memiliki % hasil yang relatif tinggi, seperti penelitian yang dilakukan oleh Bendale, dkk. (2011), menunjukkan bahwa untuk sintesis senyawa basa Schiff dari *p*-toluidin dan *o*-vanilin tanpa pelarut dan katalis menggunakan metode penggerusan memiliki % hasil yang lebih tinggi dibandingkan dengan sintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode konvensional, yaitu sebesar 95,08% dan 72%.

Penggunaan katalis asam untuk sintesis senyawa basa Schiff dapat mempengaruhi % hasil produk yang diperoleh. Maila (2016) mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin dengan metode penggerusan selama 10 menit menggunakan variasi volume katalis jeruk nipis 0,5; 0,25 dan 0 mL, menghasilkan % hasil yang paling tinggi pada produk dengan volume katalis 0 mL (tanpa katalis). Persentase hasil yang diperoleh yaitu 90,68%. Selain itu, Al Hakimi (2016) mensintesis senyawa basa Schiff dari anilina dan vanilin dengan variasi volume katalis air jeruk nipis 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 mL dan memperoleh % hasil tertinggi 64,12% pada volume katalis jeruk nipis 0,5 mL.

Beberapa peneliti sebelumnya telah mensintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan. Hanapi (2016) mensintesis senyawa basa Schiff dari

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

anilina dan vanilin tanpa katalis dan pelarut menggunakan variasi waktu penggerusan 10, 20, 30 dan 40 menit. Persentase hasil tertinggi diperoleh pada waktu penggerusan selama 20 menit, yaitu 94,8%. Bendale, dkk. (2011) mensintesis senyawa basa Schiff dari reaksi *p*-toluidin and *o*-vanilin dengan penggerusan selama 10-12 menit, menghasilkan % hasil 95,86%. Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan juga dilakukan oleh Patil, dkk. (2012), yang berasal dari *o*-vanilin dan *p*-anisidin dengan katalis *calcined eggshells* (CES) selama 10-15 menit menghasilkan % hasil yang tinggi, yakni 96%.

Penelitian Vibhute, dkk. (2009), dalam mensintesis basa senyawa Schiff yang berasal dari 2,4-dihidroksi-3,5-diklorobenzaldehida dan *p*-anisidin dalam katalis asam asetat, dengan metode penggerusan selama 15-20 menit menghasilkan % hasil sebesar 85%. Selain itu, Chavan, dkk. (2012) mensintesis senyawa basa Schiff dari 2-bromo-3,4-dimetoksibenzaldehida dan 2-metoksi-4-nitroanilina dalam katalis asam asetat dengan penggerusan selama 15-30 menit menghasilkan % hasil sebesar 84%. Mengacu pada hasil-hasil penelitian yang telah disebutkan, dapat diketahui bahwa adanya katalis asam dapat menurunkan % hasil produk senyawa basa Schiff yang diperoleh, karena adanya katalis asam dapat menyebabkan sebagian amina terprotonkan sehingga menurunkan konsentrasi amina bebas yang bertindak sebagai nukleofil (Fessenden dan Fessenden, 1982), serta juga dapat menyebabkan terjadinya hidrolisis pada produk senyawa basa Schiff yang telah disintesis sehingga menurunkan % hasil yang diperoleh (March dan Smith, 2001).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Berdasarkan hasil penelitian-penelitian tersebut, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa basa Schiff yaitu senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan metode penggerusan tanpa pelarut dan katalis dengan variasi waktu penggerusan. Waktu penggerusan yang digunakan adalah 10, 15 dan 20 menit. Variasi waktu penggerusan digunakan dalam penelitian ini karena berpengaruh terhadap % hasil senyawa basa Schiff yang disintesis (Hanapi, 2016), sehingga dapat diketahui waktu penggerusan optimum dengan % hasil yang terbaik. Sintesis senyawa basa Schiff dari *p*-anisidin dan vanilin pada penelitian ini menggunakan perbandingan mol 1:1 seperti yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti, dan menghasilkan % hasil yang tinggi (Patil, dkk., 2012; Maila, 2016; Hanapi, 2016; Yadav dan Mani, 2015; Chavan, 2012). Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan dengan mensintesis senyawa basa Schiff dari *p*-anisidin dengan vanilin menggunakan metode penggerusan tanpa pelarut dan katalis, dengan variasi waktu penggerusan 10, 15 dan 20 menit. Hasil sintesis dikarakterisasi secara fisik dan kimia, serta menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM) , untuk mengetahui keberhasilan dari penelitian ini.

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa waktu penggerusan terbaik pada sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan metode penggerusan?
2. Bagaimana hasil karakterisasi produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan metode penggerusan?

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui waktu penggerusan terbaik pada sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan metode penggerusan.
2. Mengetahui hasil karakterisasi produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan metode penggerusan.

1.4 Batasan Masalah

1. Perbandingan mol vanilin dan *p*-anisidin 1:1.
2. Metode *green synthesis* yang digunakan adalah metode penggerusan tanpa pelarut dan katalis.
3. Variasi waktu penggerusan yang digunakan adalah 10, 15 dan 20 menit.
4. Identifikasi senyawa hasil sintesis dimonitoring menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR dan KG-SM.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan metode penggerusan tanpa pelarut dan katalis dengan variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit, serta memberikan informasi mengenai karakteristik senyawa basa Schiff hasil sintesis.

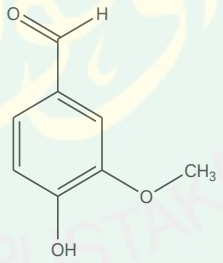
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Vanilin

Vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida, merupakan senyawa organik dengan rumus molekul $C_8H_8O_3$ yang ditemukan pada ekstrak biji vanila. Vanilin digunakan untuk penambah cita rasa dalam hidangan makanan dan minuman (Kumar, dkk., 2012), serta berpotensi sebagai antioksidan (Prabawati, dkk., 2012). Vanilin mempunyai wujud kristal berwarna putih, dengan berat molekul sebesar 152,15 g/mol, titik didih sebesar 285 °C, titik lebur sebesar 80 ^oC, dan memiliki nilai pKa sebesar 7,781 (Kumar, dkk., 2012). Vanilin memiliki kelarutan dalam air sebesar 11 gram/1 L pada suhu 25 ^oC, serta sangat larut dalam kloroform dan asam asetat (Mulyono, 2005).



Gambar 2.1 Struktur Vanilin (Kumar, 2012)

Vanilin memiliki tiga gugus fungsi utama, yakni aldehida, metoksi dan hidroksi (Handayani, 2011). Vanilin merupakan turunan dari senyawa benzaldehida, sehingga mempunyai struktur aromatik benzena dan gugus fungsi aldehida (-CHO). Gugus fungsi lain yang dimiliki oleh vanilin yaitu hidroksi (-

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

OH) pada posisi para dan metoksi (-OCH_3) pada posisi meta dari gugus fungsi aldehida.

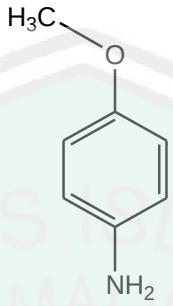
Vanilin memiliki gugus hidrofobik dan hidrofilik pada strukturnya. Cincin aromatik merupakan gugus hidrofobik, sedangkan tiga substituen yang terikat pada cincin aromatik tersebut, merupakan gugus-gugus hidrofilik dari vanilin. Ketiga gugus ini dapat membentuk ikatan hidrogen intramolekul. Gugus aldehida merupakan gugus yang paling mudah untuk bereaksi (Kumar, dkk., 2012). Hal ini dikarenakan atom oksigen pada karbonil lebih elektronegatif dibandingkan dengan atom karbon, sehingga kerapatan elektron dari atom karbon akan tertarik ke arah atom oksigen dan menyebabkan atom karbon bermuatan parsial positif. Oleh karena itu, karbonil pada aldehida mudah diserang oleh nukleofil (Kumar, dkk., 2013). Gugus aldehida pada vanilin juga dapat bereaksi dengan amina primer membentuk ikatan C=N melalui reaksi adisi-eliminasi (Zarei dan Jarrahpour, 2011; Jovanovic, dkk., 2013; Sembiring, dkk., 2013).

2.2 *p*-Anisidin

p-Anisidin merupakan senyawa turunan amina siklik. *p*-Anisidin memiliki rumus molekul $NH_2C_6H_4OCH_3$. *p*-Anisidin berbentuk padatan yang mengkilap dan berwarna hitam. Memiliki titik didih sebesar 246 ^oC pada 760 mmHg, dan titik lebur 57 ^oC. *p*-Anisidin merupakan senyawa arilamina ($C_6H_4NH_2$) yang tersubstitusi pada posisi para oleh gugus metoksi (-OCH_3). *p*-Anisidin memiliki nilai pKa sebesar 5,29 (Sykes, 1989). Gugus amina primer (R-NH_2) pada senyawa *p*-anisidin dapat digunakan sebagai nukleofil dalam sintesis senyawa basa Schiff. (Fessenden dan Fessenden, 1982). Gugus metoksi merupakan gugus pendonor

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

elektron yang dapat meningkatkan kereaktifan dari cincin aromatik (gugus pengaktif cincin), serta dapat meningkatkan kebasaan dari arilamina tersebut (McMurry, 2007).



Gambar 2.2 Struktur *p*-anisidin (Singh, dkk., 2008)

2.3 Senyawa Basa Schiff

Senyawa basa Schiff merupakan suatu produk kondensasi dari amina primer dan karbonil yang pertama kali ditemukan oleh seorang kimiawan Jerman bernama Hugo Schiff pada tahun 1864 (Brodowska, 2014). Senyawa basa Schiff juga sering disebut dengan anil, imina, dan azometin. Ciri struktur dari senyawa basa Schiff adalah gugus -C=N- dengan rumus umum RHC=N-R_1, R dan R_1 dapat berupa alkil, aril, atau heterosiklik (Ashraf, 2011).

Suatu amina primer (RNH_2) dapat bertindak sebagai nukleofil yang dapat menyerang gugus karbonil dari suatu aldehida dalam suatu reaksi adisi-eliminasi. Produknya adalah suatu senyawa basa Schiff. Aldehida aromatik (seperti benzaldehida) atau arilamina (seperti anilina) dapat bereaksi dan menghasilkan senyawa basa Schiff yang terstabilkan (Fessenden dan Fessenden, 1982). Senyawa basa Schiff dari aldehida alifatik relatif tidak stabil dan berpolimerisasi. Jika digunakan aldehida dan amina primer aromatik, maka senyawa basa Schiff

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang terbentuk lebih stabil karena memiliki sistem konjugasi yang panjang (Hassan, 2014). Senyawa basa Schiff yang terstabilkan dapat menggeser kesetimbangan ke arah produk, sehingga akan menghasilkan produk dengan % hasil yang relatif tinggi.

Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dapat dilakukan dengan dua metode, yakni metode konvensional dan metode *green chemistry*. Metode konvensional meliputi sintesis menggunakan pelarut dan katalis organik yang relatif berbahaya, sedangkan metode *green chemistry* meliputi sintesis menggunakan pelarut air dan katalis alami (Rao, 2016). Metode konvensional memiliki beberapa kekurangan, yakni % hasil yang diperoleh relatif rendah, membutuhkan waktu yang lama dan pelarut yang digunakan dapat menjadi polusi di lingkungan (Patil, dkk., 2012). Mayoritas pelarut organik ialah berbahaya, volatil, serta dapat menganggu kesehatan manusia (Zarei dan Jarrahpour, 2011).

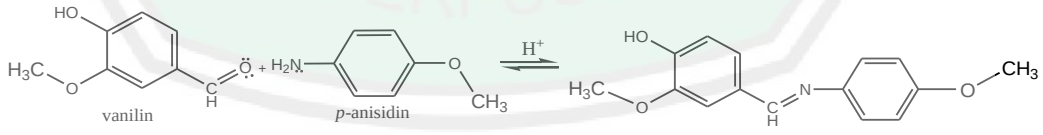
Green chemistry memiliki tujuan untuk pengembangan proses kimia yang lebih efektif dan yang ramah lingkungan (Metzger dan Eissen, 2004). Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode *green chemistry* memiliki beberapa keuntungan, antara lain: tidak beracun, ramah lingkungan, sederhana, murah, cepat, aman, mengurangi terbentuknya limbah (Himaja, 2011), serta % hasil yang diperoleh % hasil yang relatif tinggi (Bendale, dkk., 2011). Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode *green chemistry* telah banyak dilakukan oleh para ilmuwan kimia seperti menggunakan pelarut air (Zarei dan Jarrahpour, 2011), menggunakan katalis asam alami (Yadav dan Mani, 2015), penggerusan menggunakan katalis asam alami (Patil, dkk., 2012), penggerusan tanpa pelarut

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dan katalis (Bendale, dkk., 2011), radiasi dengan *microwave* tanpa katalis (Bhagat, dkk., 2013).

2.3.1 Reaksi Pembentukan Senyawa Basa Schiff dengan Metode Konvensional

Reaksi pembentukan basa Schiff bersifat *reversible* dan dibantu dengan adanya katalis asam (Patil, dkk., 2012). Pembentukan senyawa basa Schiff sangat bergantung pada pH. Kondisi optimum reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dengan katalis asam terjadi pada pH 3-4. Adanya pH terlalu asam dapat menyebabkan sebagian amina terprotonkan sehingga mengurangi konsentrasi amina bebas yang bertindak sebagai nukleofil. Peristiwa ini dapat mengganggu proses adisi pada tahap pertama, reaksi adisi menjadi sangat lambat dan menjadi tahap penentu laju reaksi (Fessenden dan Fessenden, 1982). Adanya katalis asam juga dapat menyebabkan terjadinya hidrolisis pada produk basa Schiff sehingga menurunkan % hasil produk yang diperoleh (March dan Smith, 2001). Reaksi antara vanilin dengan *p*-anisidin membentuk senyawa basa Schiff menggunakan katalis asam ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4 ((4metoksifenilimino)-metil)-fenol menggunakan katalis asam (Maila, 2016)

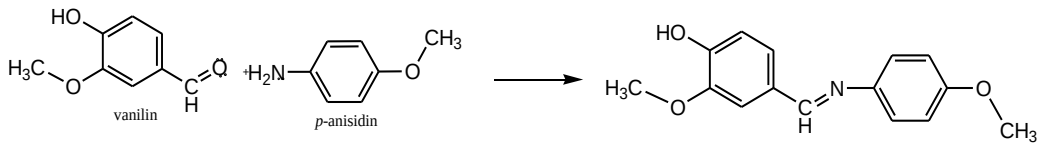
Mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff terdiri dari dua tahap yaitu tahap pertama berupa adisi suatu amina terhadap karbonil dan tahap kedua

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pembentukan senyawa basa Schiff yang disertai dengan adanya pelepasan air (Yadav dan Mani, 2015). Katalis asam pada reaksi basa Schiff berperan pada proses protonasi H^+ (Fessenden dan Fessenden, 1982). Terjadinya protonasi oleh katalis asam dapat mengubah gugus pergi yang buruk (-OH) menjadi gugus pergi yang baik ($-^+OH_2$), sehingga terjadi eliminasi H_2O (McMurry, 2007).

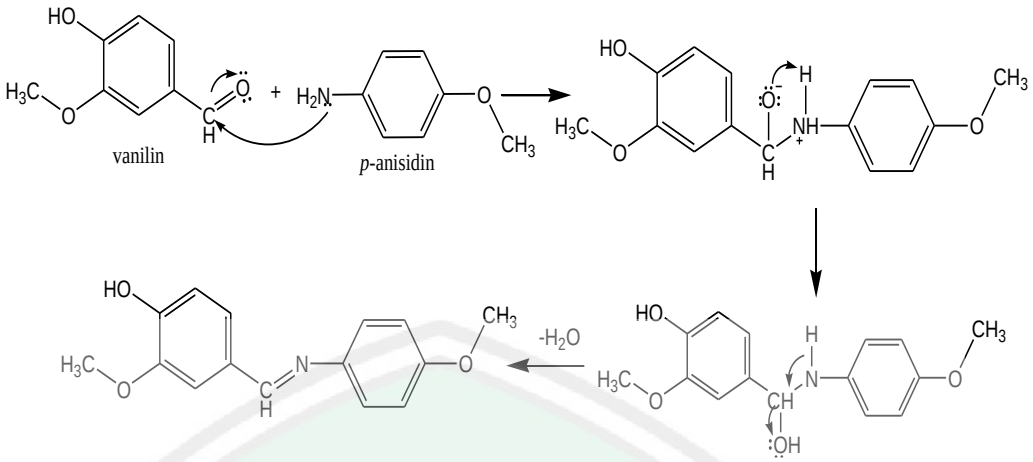
2.3.2 Reaksi Pembentukan Senyawa Basa Schiff Tanpa Pelarut (*solvent* ***free***) dan Tanpa Katalis Asam

Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff tanpa pelarut dan katalis asam diharapkan dapat meminimalisir terjadinya reaksi *reversible* sehingga menghasilkan produk dengan % hasil yang lebih tinggi dibandingkan reaksi menggunakan pelarut dan katalis asam. Reaksi yang terjadi dilakukan dengan metode penggerusan. Penelitian yang dilakukan oleh Maila (2016) dalam mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin dengan metode penggerusan selama 10 menit menggunakan variasi volume katalis jeruk nipis 0,5; 0,25 dan 0 mL, menghasilkan % hasil yang paling tinggi pada produk dengan volume katalis 0 mL (tanpa katalis). Persentase hasil yang diperoleh berturut-turut adalah 86,53%; 87%; 90,68%. Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol tanpa menggunakan pelarut dan katalis ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 2.4 Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol tanpa menggunakan pelarut dan katalis (Singh, dkk., 2008)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.5 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4 ((4-metoksifenilimino)metil)fenol pada kondisi tanpa katalis dan pelarut (Maila, 2016)

Gambar 2.5 merupakan dugaan mekanisme reaksi yang terjadi pada pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin. Mekanisme reaksi vanilin dengan *p*-anisidin diawali dengan penyerangan pasangan elekton bebas yang dimiliki oleh nukleofil NH_2 terhadap atom C karbonil sehingga membentuk senyawa antara dipolar tetrahedral. Selanjutnya terjadi transfer proton oleh atom O terhadap atom N sehingga membentuk senyawa antara *carbinolamine* yang netral. Tahap selanjutnya adalah terjadinya pelepasan air secara spontan. Terjadinya pelepasan air secara spontan karena produk basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin merupakan senyawa aromatik terkonjugasi yang stabil sehingga mudah untuk melepaskan air. Reaksi tanpa katalis dan pelarut tidak mengalami reaksi bolak-balik (*reversible*) karena katalis asam tidak digunakan pada reaksi ini (Maila, 2016).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.4 Sintesis Senyawa basa Schiff dengan Penggerusan Tanpa Pelarut dan Katalis Asam

Sintesis senyawa basa Schiff tanpa pelarut dengan metode penggerusan merupakan salah satu metode dari *green chemistry*. Energi aktivasi yang diperlukan untuk memulai suatu reaksi kimia secara langsung berkaitan dengan jumlah energi dalam sistem, dan energi tersebut dapat diberikan dengan metode penggerusan (Kouznetsov, dkk., 2016). Ketika penggerusan dilakukan, terjadi transfer energi berupa panas dengan jumlah yang sedikit melalui gesekan yang diberikan (Bose, dkk., 2004 ; Vibhute, dkk., 2009). Percepatan laju reaksi terjadi karena adanya konversi energi mekanik (energi kinetik yang diberikan pada proses penggerusan) menjadi energi panas, yang menjadi pendorong kuat untuk mereaksikan molekul (Sana, dkk., 2012).

Sintesis senyawa basa Schiff tanpa katalis dan pelarut dengan metode penggerusan telah dilakukan oleh beberapa peneliti, seperti penelitian yang dilakukan oleh Hanapi (2016) dalam mensintesis senyawa basa Schiff dari anilina dan vanilin tanpa katalis dan pelarut menggunakan variasi waktu penggerusan 10, 20, 30 dan 40 menit. Perbandingan mol yang digunakan dalam sintesis ialah (1:1) dengan jumlah 7,5 mmol tiap reaktan. % hasil yang diperoleh berturut-turut yaitu 92,5%; 94,8%; 93,5%; 89,8%. Produk yang dihasilkan berupa serbuk kuning pucat yang selanjutnya diuji titik lelehnya, diidentifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), dan dikarakterisasi menggunakan FTIR dan KG-SM. Bendale, dkk. (2011) juga mensintesis senyawa basa Schiff dari reaksi *p*-toluidin and *o*-vanilin tanpa katalis dan pelarut dengan penggerusan selama 10-12 menit, kemudian didiamkan selama 24 jam untuk mengetahui % hasil akhirnya dan dihasilkan % hasil sebesar 95,86%. Produk yang dihasilkan berupa serbuk

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

kuning pucat yang selanjutnya diuji titik lelehnya, diidentifikasi menggunakan KLT dan dikarakterisasi menggunakan FTIR.

Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan juga dilakukan oleh Singh, dkk. (2008), yang berasal dari vanilin dan *p*-anisidin. Perbandingan mol yang digunakan adalah (1:1). Produk yang dihasilkan selanjutnya diuji titik lelehnya, diidentifikasi menggunakan KLT, dan dikarakterisasi menggunakan FTIR. Titik leleh dari produk basa Schiff yang diperoleh ialah 132,9 ^{o}C.

Vibhute, dkk. (2009) mensintesis basa Schiff dari 5-diklorobenzaldehida dan *p*-anisidin menggunakan katalis asam asetat dengan metode penggerusan selama 15-20 menit. Perbandingan mol yang digunakan adalah (1:1) dengan jumlah 0,01 mmol tiap reaktan. Persentase hasil yang diperoleh sebesar 86%. Produk yang dihasilkan berupa padatan kuning pucat yang selanjutnya diidentifikasi menggunakan KLT, dan dikarakterisasi menggunakan FTIR.

2.5 Monitoring Produk Sintesis Menggunakan KLT

Prinsip dari kromatografi lapis tipis adalah berdasarkan pada distribusi senyawa pada dua fase, yakni fase diam dan fase gerak. Kromatografi lapis tipis menggunakan plat tipis yang dilapisi dengan aluminium oksida atau silika gel sebagai fase diam. Fase gerak adalah pelarut yang dipilih sesuai dengan sifat-sifat senyawa yang akan dipisahkan. Sejumlah kecil dari senyawa yang akan dipisahkan ditotolkan pada titik awal tepat di bagian bawah plat KLT. Plat tersebut kemudian dikembangkan dalam ruang yang telah dijenuhkan dengan fase gerak. Fase gerak akan membawa senyawa yang paling larut terjauh sampai ujung atas plat KLT. Senyawa yang kurang larut dalam fase gerak dan memiliki afinitas

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang lebih tinggi untuk partikel pada plat KLT akan tertahan pada fase diam (Kumar, dkk., 2013). Plat KLT diaktifkan terlebih dahulu sebelum digunakan dengan cara pemanasan dalam oven selama 30 menit pada suhu 110 °C (Bele dan Khale, 2011).

Identifikasi dapat dilakukan dengan membandingkan nilai Rf yang diperoleh dengan Rf standar. Noda yang mempunyai nilai Rf yang berbeda dengan Rf reaktan diasumsikan bahwa produk sintesis telah terbentuk (Gandjar dan Rohman, 2007):

$$\text{Rf} = \frac{jarak\ senyawa\ yang\ terelusi}{jarak\ pelarut\ yang\ mengelusi} \qquad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (2.1)$$

Identifikasi hasil penelitian yang dilakukan oleh Bendale, dkk. (2011) dalam sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidin menggunakan KLT dengan fase diam plat silika gel G dan eluen kloroform:metanol (9:1), menunjukkan satu noda dengan Rf 0,62. Maila (2016) mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin menggunakan KLT dengan fase diam plat silika gel F_{254} 10x4 cm dan eluen kloroform, menunjukkan munculnya noda baru pada plat KLT yang memiliki Rf yang berbeda dengan reaktan. Vanilin memiliki Rf sebesar 0,41 dan *p*-toluidin 0,48, sedangkan produk sintesis memiliki Rf secara berturut-turut 0,35 ; 0,38 dan 0,39.

Penampakan noda yang muncul pada plat KLT menggunakan lampu UV 254 nm. Plat akan berfluoresensi sedangkan sampel akan tampak berwarna gelap. Penampakan noda pada lampu UV 254 nm adalah karena adanya daya interaksi antara sinar UV dengan indikator fluoresensi yang terdapat pada plat. Fluoresensi cahaya yang tampak merupakan emisi cahaya yang dipancarkan oleh komponen

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

tersebut ketika elektron yang tereksitasi dari tingkat energi dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi kemudian kembali ke keadaan semula sambil melepaskan energi.

2.6 Karakterisasi Produk Sintesis

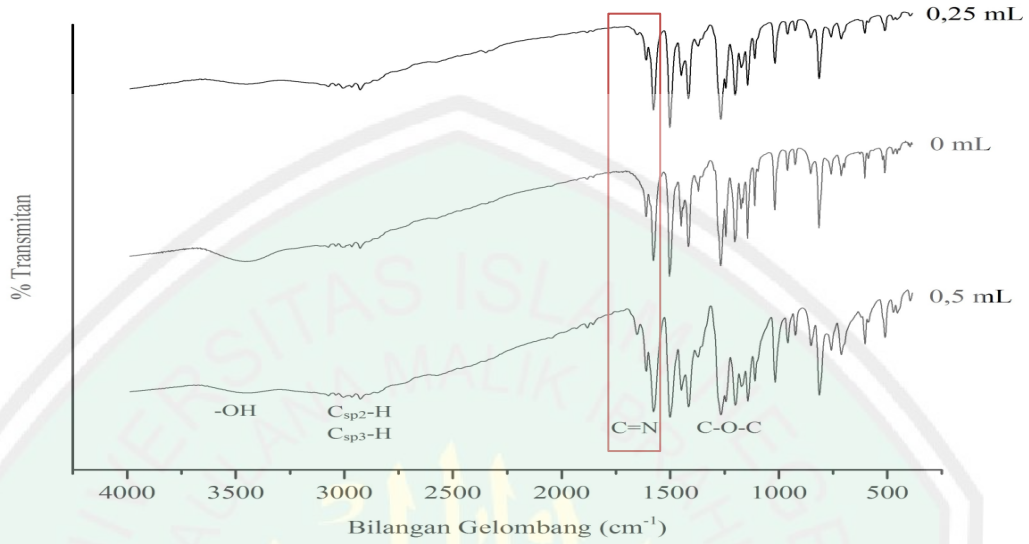
2.6.1 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer FTIR adalah alat yang digunakan untuk penentuan informasi struktur molekul suatu senyawa organik (Silverstein, dkk., 2005). FTIR adalah suatu teknik yang berdasarkan pada interaksi antara radiasi IR dan sampel padat, cair atau gas. Ketika radiasi IR dilewatkan melalui sampel, beberapa radiasi inframerah diserap oleh sampel. Gugus fungsional kimia yang berbeda memiliki penyerapan radiasi pada frekuensi yang berbeda. Konsentrasi dari senyawa dapat ditentukan berdasarkan intensitas penyerapan. Sebuah spektrum yang dihasilkan merupakan penyerapan molekul, dan menciptakan sidik jari molekul sampel, tidak ada dua struktur molekul akan menghasilkan spektrum inframerah yang sama. Molekul-molekul organik yang fungsional mempunyai frekuensi vibrasi yang khusus (Chakraborty, 2016).

Analisis FTIR dilakukan menggunakan metode pelet KBr pada bilangan gelombang 4000 – 400 cm^{-1}, karena semua serapan vibrasi gugus fungsi berada pada daerah tersebut (Gandjar dan Rohman, 2007). Menurut Ummathur (2009), serapan yang khas pada basa Schiff terletak pada C=N pada daerah 1550-1600 cm^{-1} dengan karakteristik serapan yang kuat. Spektra FTIR pada Gambar 2.6 menunjukkan tiga produk senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin memiliki serapan C=N pada daerah 1590 cm^{-1}, C−H sp^2 aromatik pada 3086 cm^{-1},

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

C=C aromatik terkonjugasi pada 1514 cm^{-1}, C−H sp^3 pada 2940 cm^{-1}, metil ($-CH_3$) pada 1429 cm^{-1} (Maila, 2016).



Gambar 2.6 Spektra FTIR senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin (Maila, 2016)

2.6.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM

Prinsip KG-SM adalah kombinasi dari dua teknik analisis yang berbeda, kromatografi gas dan spektrometri massa. Kromatografi gas memisahkan senyawa yang berbeda dalam sampel menjadi senyawa yang lebih murni berdasarkan volatilitas dengan mengalirkan gas inert (fase gerak), yang membawa sampel melalui fase diam di dalam kolom. Spektra senyawa dikumpulkan oleh spektrometer massa saat senyawa keluar dari kolom, yang mengidentifikasi dan mengkuantifikasi senyawa berdasarkan massa fragmen (*m/z*). Spektrum ini kemudian dapat disimpan pada komputer dan dianalisis.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Spektrometri massa adalah suatu detektor untuk kromatografi gas. Sampel yang keluar dari kolom KG akan terfragmentasi oleh ionisasi dan fragmen diurutkan berdasarkan massa untuk membentuk pola fragmentasi. Seperti halnya dengan waktu retensi (rt), pola fragmentasi untuk komponen tertentu dari sampel merupakan karakteristik dari komponen tersebut. Hal ini sangat spesifik yang sering disebut sebagai sidik jari molekul (Hussain dan Maqbool, 2014).

Kadar suatu senyawa dalam sampel dapat diketahui dengan membandingkan antara luas senyawa dengan jumlah luas sampel, kadar senyawa diberikan dalam bentuk presentase dengan persamaan 2.2 (Gandjar dan Rohman, 2012):

$$\text{Persen (\%) Komponen} = \frac{luas\ komponen}{jumlah\ luas\ semua\ sampel} \text{ x 100 \% .....(2.2)}$$

Spektra massa menunjukkan grafik perbandingan massa fragmen (*m/z*) dengan kelimpahan relatif pada masing-masing fragmen tersebut berdasarkan kestabilannya. Kestabilan fragmen dipengaruhi oleh kemampuannya untuk beresonansi. Semakin stabil suatu fragmen maka kelimpahan relatifnya akan semakin tinggi (Supratman, 2010).

Maila (2016) mengkarakterisasi senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin menggunakan KG-SM menunjukkan bahwa senyawa *p*-toluidin muncul pertama kali dengan rt 4,56 menit dan luas area 0,43 %, dilanjutkan dengan senyawa vanilin dengan rt 15,053 menit dan persentase luas area 0,23 %, kemudian yang terakhir muncul adalah produk basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin dengan rt 25,294 menit dan persentase luas area puncak 99,34%. Al-Kahraman (2010) mengkarakterisasi senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

anisidin menghasilkan ion molekuler pada *m/z* 257. Fragmen- Fragmen lain yang muncul adalah pada *m/z* 242, 227, 198, 170, 154, 134, 115, 77 dan 64.

2.7 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4 metoksifenilimino)metil)-fenol Menurut Prespektif Islam

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالأَرْضِ وَاخْتِلاَفِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُوْلِي الأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللّهَ قِيَاماً وَقُعُوداً وَعَلَى جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذا بَاطِلاً سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

"Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka." (QS. Ali Imran: 190-191).

'Ulul Albab (orang-orang yang berakal) yang dimaksud dalam surat Ali Imran ayat 190-191 adalah orang-orang yang mau menggunakan pikirannya, mengambil manfaat darinya, dan mengingat hikmah akal dan keutamaannya, di samping keagungan karunia-Nya dalam segala sikap dan perbuatan manusia. Mereka adalah orang-orang yang selalu mengingat Allah SWT serta memikirkan kejadian langit dan bumi dan manfaat-manfaat yang terkandung di dalamnya yang menunjukkan pada ilmu Allah SWT yang sempurna, hikmah yang tinggi, dan adanya Sang Pencipta Yang Esa. Selain itu, ayat ini juga menjelaskan bahwa tidak ada ciptaan Allah SWT yang sia-sia, semua ciptaan-Nya mengandung hikmah yang agung dan maslahat yang besar (al Maraghi, 1974).

Salah satu contoh bentuk pemikiran yang dilakukan oleh manusia adalah upaya untuk meningkatkan potensi vanilin sebagai antioksidan, dengan cara

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

modifikasi struktur vanilin menjadi senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4 metoksifenilimino)metil)fenol. Adanya modifikasi struktur senyawa vanilin juga dapat meningkatkan nilai toksisitas yang dimiliki, sehingga meningkatkan potensi senyawa sebagai kandidat antikanker. Penelitian yang dilakukan oleh Cahyana dan Pratiwi (2015) menunjukkan bahwa vanilin memiliki aktivitas antioksidan yang tergolong lemah dengan nilai IC_{50} >1000 ppm, sedangkan senyawa *4-(4-hydroxy-3-(vinyloxy)benzylidene-amino)-1,5-dimethyl-2-phenyl-1H-pyrazol-3(2H) one)* yang merupakan modifikasi struktur dari vanilin dengan 4-amino antipirin memiliki aktivitas antioksidan yang tinggi dengan nilai IC_{50} 22,53 ppm. Nilai toksisitas dari senyawa *4-(4-hydroxy-3-(vinyloxy)benzylidene-amino)-1,5-dimethyl-2-phenyl-1H-pyrazol- 3(2H)-one)* juga lebih tinggi dibandingkan dengan vanilin yaitu dengan nilai LC_{50} 23,73 ppm, sedangkan nilai LC_{50} untuk vanilin >1000 ppm. Ashraf, dkk., (2011) mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *4-aminophenol* yang diujikan aktivitasnya sebagai antibakteri, dan menunjukkan bahwa senyawa basa Schiff yang diperoleh memiliki zona hambat 17 mm terhadap bakteri *E. coli*, 31 mm terhadap bakteri *Bacillus subtilis* dan 37 mm terhadap *Staphylococcus auereus*.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari-April 2017 di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kima Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi KG-SM di Laboratorium Kimia Instrumentasi Jurusan Kima Universitas Brawijaya Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, bola hisap, mortar dan alu, neraca analitik, desikator, cawan porselen, *melting point aparatus* STUART tipe SMP11, termometer, pHmeter, kertas saring, plat KLT GF_{254}, pipa kapiler, lampu UV 254 nm, spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000 dan spektrometer KG-SM QP-2010S/Shimadzu.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah vanilin p.a. (Merck), *p*-anisidin p.a. (Merck), kloroform p.a., metanol p.a., NaOH 2M dan akuades.

3.3 Rancangan Penelitian

Terdapat beberapa tahapan penelitian dalam penelitian ini, yakni sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan metode penggerusan. Dilakukan analisis deskriptif baik secara kualitatif dan kuantitatif pada produk

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang dihasilkan. Secara kualitatif meliputi identifikasi senyawa yang dihasilkan, sedangkan kuantitatif meliputi % hasil produk sintesis yang dihasilkan pada variasi waktu penggerusan. Karakterisasi senyawa basa Schiff dilakukan dengan uji kelarutan, serta menggunakan spektrofotometer FTIR dan KG-SM.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4 metoksifenilimino)metil)-fenol dari vanilin : *p*-anisidin (mol 1:1) serta variasi waktu penggerusan selama 10, 15 dan 20 menit.
2. Monitoring produk sintesis dengan KLT
3. Uji titik lebur produk sintesis
4. Karakterisasi produk sintesis dengan uji kelarutan
5. Karakterisasi produk sintesis menggunakan FTIR
6. Karakterisasi produk sintesis menggunakan KG-SM
7. Analisis data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan Anisidin (1:1) dengan Variasi Waktu Penggerusan

p-Anisidin sebanyak 7,5 mmol (0,92 gram) dan 7,5 mmol vanilin (1,14 gram) digerus dalam mortar pada suhu ruang dengan variasi waktu penggerusan selama 10 ; 15 ; 20 menit. Produk yang terbentuk dicuci dengan akuades hingga pH netral (pH akuades). Produk basah yang terbentuk dikeringkan dalam desikator selama ±24 jam dan ditimbang.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5.2 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT (Maila, 2016)

Plat KLT silika GF_{254} berukuran 5 x 10 cm diaktivasi menggunakan oven pada suhu 100 ^{o}C selama 30 menit. Produk sintesis dan reaktan (*p*-anisidin dan vanilin) dengan konsentrasi 50.000 ppm ditotolkan bersebelahan pada plat KLT dengan jarak 1 cm dari tepi bawah menggunakan pipa kapiler masing-masing 1 totolan. Selanjutnya plat dimasukkan ke dalam bejana pengembang yang telah dijenuhkan dengan eluen. Eluen yang digunakan adalah kloroform:metanol (9:1) sebanyak 10 mL. Selanjutnya plat silika gel diangkat dan dikeringkan. Plat disinari dengan UV pada panjang gelombang 254 nm. Noda yang terbentuk pada plat KLT ditandai dan ditentukan nilai Rf dari ketiga noda tersebut.

3.5.3 Uji Titik Lebur Produk Sintesis

Titik lebur produk sintesis ditentukan dengan menggunakan *melting point apparatus*. Produk sintesis dimasukkan dalam pipa kapiler lalu dimasukkan dalam blok kecil di atas blok termometer pada alat. Penentuan titik lebur dibuat dengan sistem *range* dimana titik bawah terukur sejak sampel pertama kali melebur dan titik atas terukur ketika sampel melebur sempurna. Perlakuan diulangi sebanyak tiga kali pada masing-masing produk sintesis.

3.5.4 Karakterisasi Produk Sintesis dengan Uji Kelarutan

Kelarutan produk sintesis diujikan dalam pelarut air. Sebanyak 0,003 gram vanilin, *p*-anisidin, dan produk sintesis dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda, kemudian ditambahkan 5 mL akuades. Campuran dikocok dengan jarak pengocokan sepanjang 10 cm. Jika produk sintesis tidak larut sempurna, ditambahkan NaOH 2M tetes per tetes dan diamati perubahan yang terjadi.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR (Maila, 2016)

Identifikasi gugus fungsi senyawa produk diidentifikasi dengan spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000. Produk sintesis dicampur dengan KBr lalu digerus dalam mortar agate. Selanjutnya campuran ditekan dan dibentuk pelet, lalu pelet diletakkan pada *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum FTIR pada rentang bilangan gelombang 4000 – 400 cm^{-1}.

3.5.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM

Sebanyak 1 µL senyawa basa Schiff produk sintesis yang telah dilarutkan dalam kloroform dengan konsentrasi 70.000 ppm diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam tempat KG-SM QP-2010S/Shimadzu dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: AGILENTJ%W DB-1
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: QP2010
Oven	: terprogram 100 ^{o}C (5 menit) → 310 ^{o}C (15 menit)
Temperatur injektor	: 310 ^{o}C
Tekanan gas	: 20,8 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,49 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium
Start *m/z*	: 28
End *m/z*	: 600

3.5.7 Analisis Data

1. Keberhasilan sintesis dilihat dari karakter produk sintesis yang diperoleh, yaitu berupa padatan berwarna coklat muda, memiliki titik lebur 132,9 ^{o}C, sedikit larut dalam air, larut sempurna ketika bereaksi dengan NaOH dalam air, dan muncul noda kuning pada plat KLT.
2. Senyawa target mempunyai serapan yang khas pada spektra FTIR, yaitu serapan gugus fungsi C=N yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1500-1650 cm^{-1}. Karakterisasi produk sintesis lebih lanjut dilakukan dengan KG-SM. Dugaan komponen senyawa dalam produk sintesis dapat diketahui berdasarkan berat molekul dan pola fragmentasinya pada spektra massa. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4 metoksifenilimino)metil)fenol memiliki ion molekuler pada *m/z* 257.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)-fenol dengan Variasi Waktu Penggerusan

Sintesis senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol dilakukan dengan metode penggerusan. Adanya proses penggerusan akan menghasilkan energi kinetik yang dapat menginisiasi terjadinya suatu reaksi kimia, sehingga senyawa vanilin dan *p*-anisidin akan bereaksi dan membentuk senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol (Kouznetsov, dkk., 2016 ; Sana, dkk., 2012). Adanya energi kinetik tersebut dapat menyebabkan molekul vanilin dan *p*-anisidin saling bertumbukan, sehingga gugus fungsi -C=O pada vanilin akan berinteraksi dengan gugus fungsi -NH_2 pada *p*-anisidin dan membentuk ikatan -C=N (Singh dk., 2008). Gugus karbonil bermuatan parsial positif akibat adanya atom O yang memiliki keelektronegatifan tinggi sehingga atom C mudah diserang oleh nukleofil -NH_2 (Kumar, dkk., 2013).

Pencucian produk sintesis dengan akuades dilakukan berdasarkan pada kelarutan vanilin dan *p*-anisidin dalam akuades. Vanilin merupakan padatan berwarna putih yang memiliki kelarutan sebesar 11 gram/L dalam air, sedangkan *p*-anisidin merupakan padatan berwarna hitam yang sedikit larut dalam air (Mulyono, 2005). Vanilin dan *p*-anisidin tidak berwarna ketika dilarutkan dalam air. Filtrat pencucian produk sintesis yang dihasilkan berwarna kekuningan. Hal tersebut menunjukkan bahwa terdapat senyawa lain yang sedikit larut dalam akuades, yang diduga merupakan senyawa target.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan ketiga produk sintesis

Pengamatan	R1	R2	P1	P2	P3
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Putih	Hitam	Coklat muda	Coklat muda	Coklat muda
Massa (gram)	1,14	0,92	1,8117	1,8073	1,8296
% Hasil	-	-	93,93 %	93,71 %	94,86 %
Titik lebur (^oC)	80 ^oC	57 ^oC	128-130 ^oC	128-130 ^oC	129-131 ^oC

Keterangan :
R1 : Reaktan vanilin
R2 : Reaktan *p*-anisidin
P1 : Produk variasi waktu penggerusan 10 menit
P2 : Produk variasi waktu penggerusan 15 menit
P3 : Produk variasi waktu penggerusan 20 menit

Produk sintesis hasil pencucian dikarakterisasi secara fisik meliputi bentuk, warna, % hasil dan titik lebur yang ditunjukkan pada Tabel 4.1. Berdasarkan pada Tabel 4.1 menunjukkan bahwa produk sintesis yang diperoleh memiliki karakter fisik yang sama, yaitu berupa padatan yang berwarna coklat muda. Al-Kahraman, dkk., (2010) mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dan menghasilkan padatan berwarna coklat muda. Selain itu, karakter fisik dari ketiga produk sintesis berbeda dengan reaktan vanilin dan *p*-anisidin. Vanilin merupakan padatan berwarna putih dan *p*-anisidin padatan berwarna hitam, sedangkan ketiga produk sintesis berbentuk padatan berwarna coklat muda. Berdasarkan perbedaan karakter fisik tersebut, diduga bahwa telah terbentuk senyawa baru dalam produk sintesis.

Hasil uji titik lebur dari ketiga produk sintesis menunjukkan sedikit perbedaan. Hal tersebut dapat disebabkan oleh perbedaan kemurnian dari masing-masing produk sintesis. Keberadaan *impurities* dalam senyawa kimia meskipun dalam jumlah sedikit dapat menyebabkan berubahnya rentang nilai titik lebur yang dimiliki (Reddy, dkk., 2016). Selain itu, titik lebur dari ketiga produk

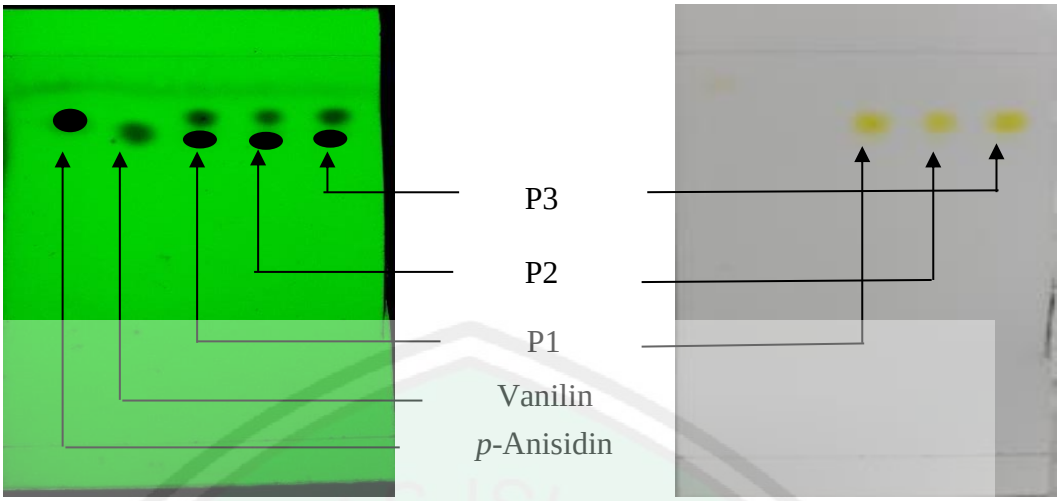
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

sintesis juga berbeda dengan titik lebur vanilin dan *p*-anisidin. Vanilin memiliki titik lebur 80 ^{o}C dan *p*-anisidin 57 ^{o}C, sedangkan titik lebur ketiga produk sintesis diantara 128-131 ^{o}C. Perbedaan rentang titik lebur antara produk sintesis dengan vanilin ataupun *p*-anisidin mengindikasikan dugaan terbentuknya senyawa baru. Berdasarkan Tabel 4.1 diketahui bahwa % hasil ketiga produk sintesis tidak memiliki perbedaan yang signifikan dan produk sintesis paling tinggi diperoleh pada penggerusan 20 menit yaitu 94,86 %.

4.2 Monitoring Produk Sintesis Menggunakan KLT

Monitoring produk sintesis menggunakan KLT dilakukan untuk mengetahui kemungkinan terbentuknya senyawa target berdasarkan noda yang terbentuk. Noda yang memiliki nilai Rf yang berbeda dari nilai Rf reaktan dapat diduga sebagai senyawa target (Gandjar dan Rohman, 2007). Fase gerak yang digunakan adalah kloroform:metanol (9:1) dengan fase diam berupa silika pada plat KLT GF_{254}. Hasil KLT dari ketiga produk sintesis, vanilin dan *p*-anisidin ditunjukkan pada Gambar 4.1 sedangkan nilai Rf dari masing-masing noda ditunjukkan pada Tabel 4.2.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.1 Hasil kromatografi lapis tipis (a) tanpa penyinaran lampu UV (b) dengan penyinaran lampu UV 254 nm

Tabel 4.2 Hasil KLT ketiga produk sintesis dan reaktan

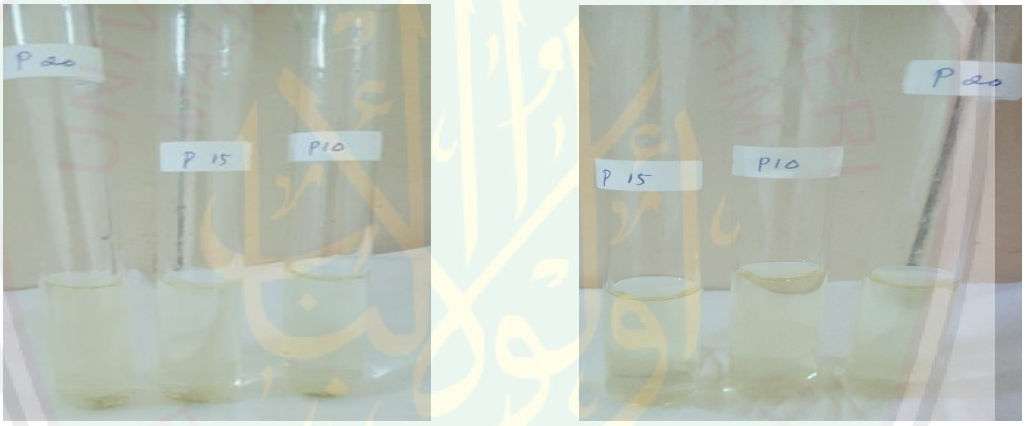
Sampel	Rf		Warna	
	Noda 1	Noda 2	Noda 1	Noda 2
p-Anisidin	0,82	-	Tidak berwarna	-
Vanilin	0,77	-	Tidak berwarna	-
Produk 10 menit	0,84	0,77	Kuning	Tidak berwarna
Produk 15 menit	0,84	0,77	Kuning	Tidak berwarna
Produk 20 menit	0,84	0,77	Kuning	Tidak berwarna

Tabel 4.2 menunjukkan bahwa ketiga produk sintesis memiliki dua noda dengan nilai Rf yang berbeda. Noda 1 dari ketiga produk sintesis memiliki nilai Rf dan warna yang berbeda dengan vanilin dan *p*-anisidin, sehingga diduga bahwa noda 1 merupakan senyawa target. Noda 2 dari ketiga produk memiliki nilai Rf dan warna yang sama dengan vanilin, sehingga diduga bahwa noda 2 merupakan vanilin sisa reaksi. Berdasarkan hasil tersebut dapat diasumsikan bahwa senyawa target telah terbentuk, namun masih terdapat sisa vanilin di dalam produk sintesis yang diperoleh.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4.3 Karakterisasi Produk Sintesis
4.3.1 Uji Kelarutan

Uji kelarutan produk sintesis dilakukan untuk mengetahui terbentuknya senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol. Pengujian dilakukan berdasarkan prinsip reaksi asam basa Bronsted-Lowry yaitu reaksi yang melibatkan transfer proton. Senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol bertindak sebagai asam dan NaOH bertindak sebagai basa. Reaksi antara asam dan basa tersebut akan menghasilkan garam dari produk sintesis yang dapat larut dalam air.

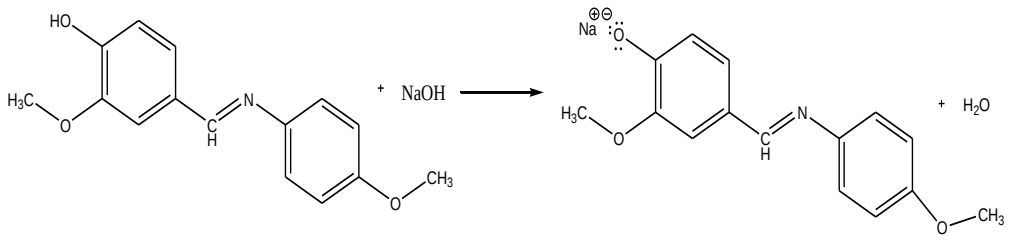


(a) (b)

Gambar 4.2 Hasil uji kelarutan produk sintesis (a) sebelum penambahan NaOH (b) setelah penambahan NaOH

Ketika produk sintesis dilarutkan dalam air, warna larutan berubah menjadi kekuningan dan terdapat endapan. Hal tersebut menunjukkan bahwa produk sintesis sedikit larut dalam air. Penambahan basa NaOH 2M menyebabkan endapan larut sempurna dan warna larutan menjadi kuning yang ditunjukkan pada Gambar 4.2. Gambar 4.3 merupakan reaksi antara senyawa 2-metoksi-4-((p-tolilimino)metil)-fenol dengan NaOH.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



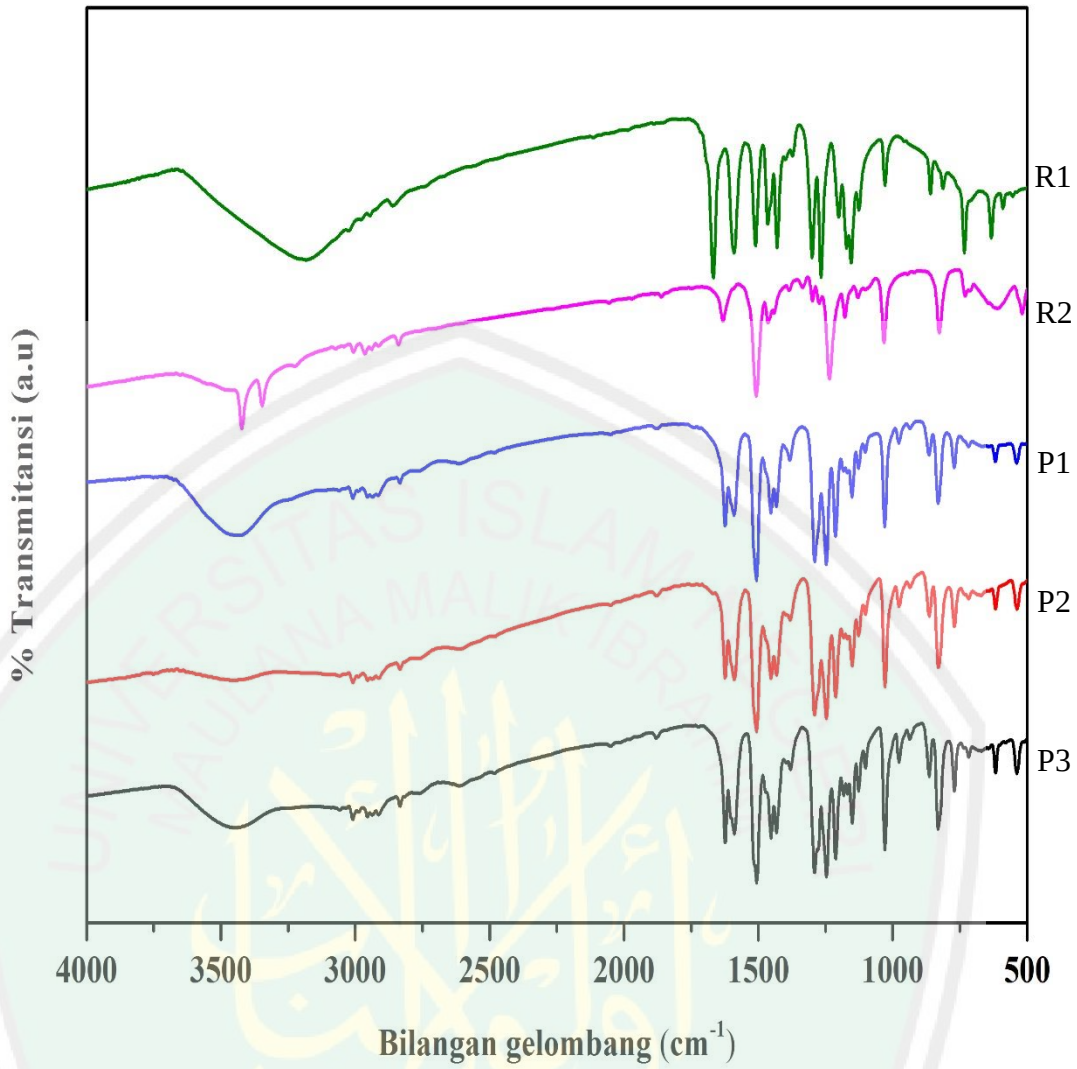
Gambar 4.3 Reaksi asam basa Bronsted-Lowry

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)-fenol termasuk dalam golongan senyawa fenolat. Senyawa fenolat memiliki sifat cenderung asam, artinya ia dapat melepaskan ion H^+ dari gugus hidroksil yang dimiliki. Anion basa Schiff dapat mendelokalisasi elektronnya melalui cincin aromatik dan menstabilkan strukturnya. Reaksi dengan basa kuat NaOH dapat menyebabkan ion H^+ pada senyawa basa Schiff digantikan oleh ion Na^+ membentuk suatu garam natrium fenolat yang dapat larut sempurna dalam air.

4.3.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat di dalam ketiga produk sintesis. Spektra FTIR produk sintesis yang diperoleh, diidentifikasi gugus fungsinya untuk mengetahui keberadaan senyawa target dalam produk sintesis. Gambar 4.4 merupakan spektra FTIR dari ketiga produk sintesis.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR dari ketiga produk sintesis dan reaktan

Gambar 4.4 menunjukkan bahwa ketiga spektra FTIR dari ketiga produk memiliki serapan gugus fungsi yang hampir sama, yaitu adanya serapan yang tajam dan kuat dari gugus fungsi imina (C=N) yang merupakan serapan khas senyawa target pada bilangan gelombang 1590 cm^{-1}. Singh, dkk. (2008) mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dan menghasilkan produk sintesis dengan serapan khas gugus fungsi C=N pada 1589 cm^{-1}. Serapan gugus fungsi lain dari senyawa produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.3.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel 4.3 Gugus fungsi dari spektra FTIR ketiga produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		
	P1	P2	P3
-OH *stretch*	3441	3447	3451
C_{sp2}-H *stretch* aromatik	3009	3009	3009
C_{sp3}-H *stretch* alifatik	2950	2950	2950
Overtone aromatic	2051-1878	2050-1878	2050-1880
C=C aromatik	1623 dan 1507	1623 dan 1507	1623 dan 1506
-C=N- *stretch*	1590	1590	1590
Ph-O-C asimetrik	1247	1247	1246
C-O *stretch* fenol	1213	1212	1212
Ph-O-C simetrik	1029	1029	1029
$-CH_2$ *bend* aromatic	831	830	831

Keterangan:
P1 :produk variasi waktu penggerusan 10 menit
P2 :produk variasi waktu penggerusan 15 menit
P3 :produk variasi waktu penggerusan 20 menit

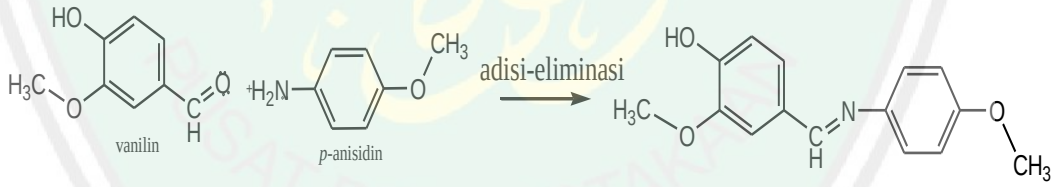
Serapan gugus −OH *stretch* berada pada daerah 3441-3451 cm^{-1} dengan serapan yang melebar, dan didukung dengan adanya serapan kuat dan tajam dari gugus C-O *stretch* fenol pada daerah 1212-1213 cm^{-1}. Gugus C_{sp2}−H *stretch* aromatik dengan serapan yang lemah berada pada bilangan gelombang 3009 cm^{-1} yang didukung dengan adanya serapan lemah *overtone* aromatik pada daerah 2051-1878 cm^{-1} dan serapan kuat gugus fungsi C=C aromatik pada 1623 dan 1507 cm^{-1}. Adanya serapan kuat dan tajam dari gugus fungsi asimetris Ph-O-C *stretch* pada 1246-1247 cm^{-1}, serapan kuat dan tajam simetris Ph-O-C *stretch* pada daerah 1029 cm^{-1}, dan serapan lemah C_{sp3}−H *stretch* pada 2950 cm^{-1} menunjukkan adanya substituen metoksi pada produk sintesis. Berdasarkan hasil analisis spektra FTIR yang diperoleh, diduga bahwa senyawa target telah terbentuk dalam ketiga produk sintesis.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel 4.4 Perbandingan serapan gugus fungsi antara reaktan dengan produk sintesis

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})		
	Vanilin	***p*-Anisidin**	**Produk**
-OH stretch	3181	-	3450
-C=N stretch	-	-	1623
-N-H	-	3423-3347	-
-C=O	1665	-	-

Spektra FTIR dari ketiga produk sintesis dibandingkan dengan spektra dari vanilin dan *p*-anisidin untuk mengetahui keberhasilan dari sintesis yang dilakukan dengan membandingkan antara spektra produk dan reaktan. Tabel 4.4 merupakan perbandingan serapan gugus fungsi dari vanilin, *p*-anisidin dan produk sintesis. Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin pada kondisi tanpa pelarut dan katalis asam diduga akan membentuk senyawa basa Schiff seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)-fenol tanpa menggunakan pelarut dan katalis asam

Tabel 4.4 menunjukkan bahwa serapan gugus fungsi pada produk sintesis berbeda dengan vanilin dan *p*-anisidin. Serapan tajam dari –C=O (karbonil) merupakan serapan khas pada senyawa vanilin, sedangkan produk sintesis tidak memiliki serapan gugus fungsi karbonil. Selain itu, terjadi pergeseran bilangan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

gelombang antara gugus fungsi -OH pada vanilin dan produk sintesis. Serapan gugus fungsi -N-H merupakan serapan khas untuk *p*-anisidin dan tidak terdapat dalam produk sintesis. Hal ini dikarenakan ikatan -N-H pada *p*-anisidin telah putus dan berikatan dengan karbonil dari vanilin membentuk ikatan -C=N (produk sintesis). Berdasarkan hasil analisis spektra FTIR yang diperoleh, diduga bahwa senyawa target telah terbentuk dalam ketiga produk sintesis.

4.3.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM

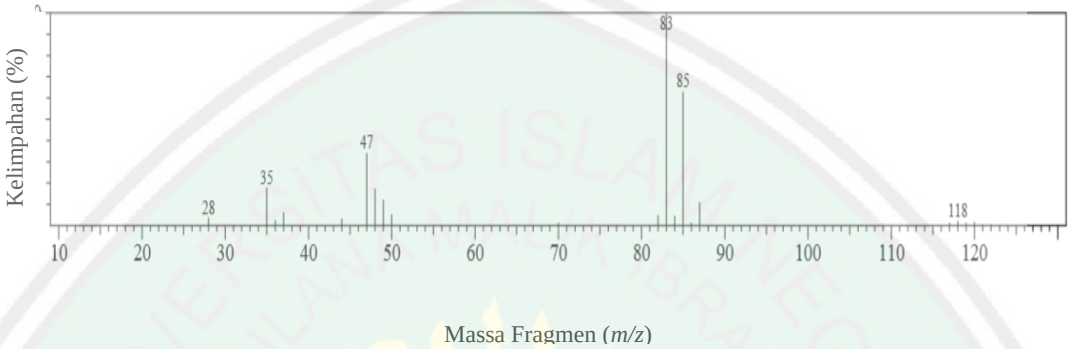
Karakterisasi produk sintesis menggunakan KG-SM bertujuan untuk mengetahui adanya senyawa target dalam produk sintesis yang diperkuat dengan mengetahui berat molekul senyawa berdasarkan nilai *m/z* yang diperoleh pada spektra SM. Sampel yang digunakan adalah produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit yang memiliki % hasil tertinggi diantara variasi lainnya. Gambar 4.6 merupakan hasil kromatogram dari produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit.

Gambar 4.6 Kromatogram produk sintesis variasi 20 menit

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa produk sintesis terpisahkan menjadi dua puncak senyawa, yaitu puncak 1 pada waktu retensi 2,174 menit dengan % luas

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

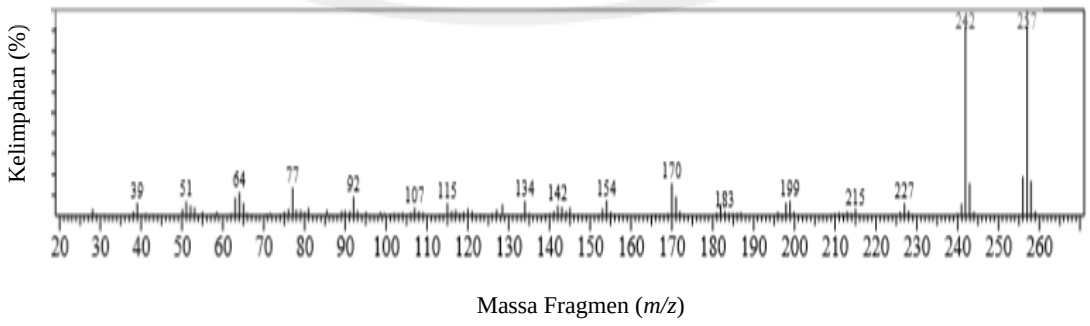
area sebesar 2,34 dan puncak 2 pada waktu retensi 23,624 menit dengan % luas area sebesar 97,66. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa pada puncak 2 memiliki kadar yang paling dominan pada produk sintesis variasi 20 menit. Hasil analisis puncak 1 dengan spektrometer massa ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Spektra massa puncak 1

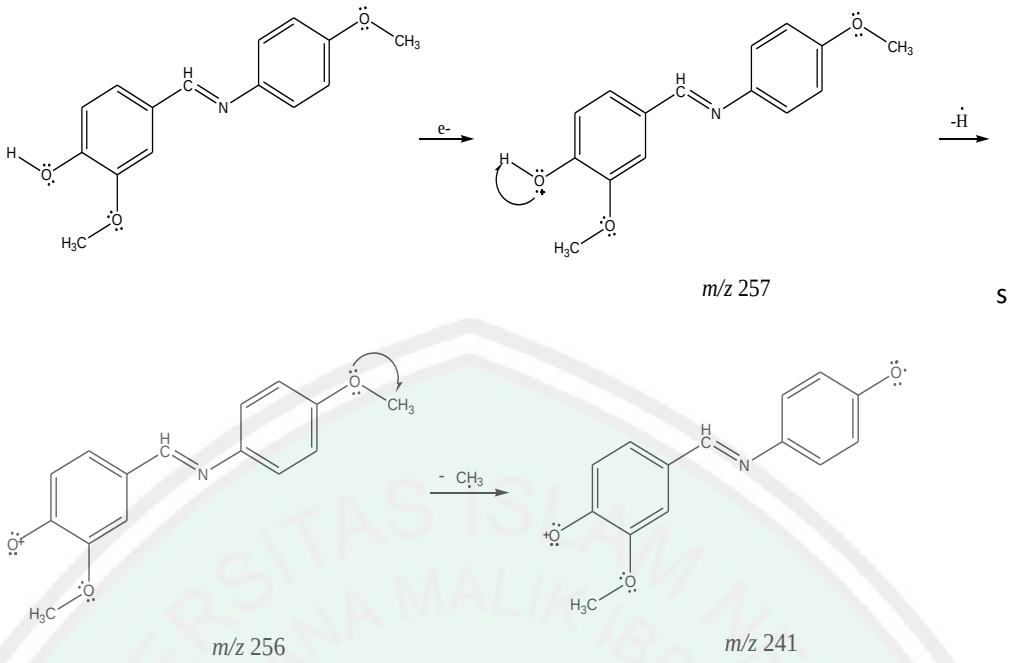
Spektra massa puncak 1 mempunyai ion molekuler dengan *m/z* 118 yang nilainya sama dengan berat molekul kloroform, sehingga puncak 1 diduga merupakan pelarut kloroform. Kloroform merupakan pelarut yang digunakan dalam analisis produk sintesis menggunakan KG-SM.

Hasil analisis puncak 2 dengan spektrometer massa ditunjukkan pada Gambar 4.8, dan pola fragmentasinya ditunjukkan pada Gambar 4.9.



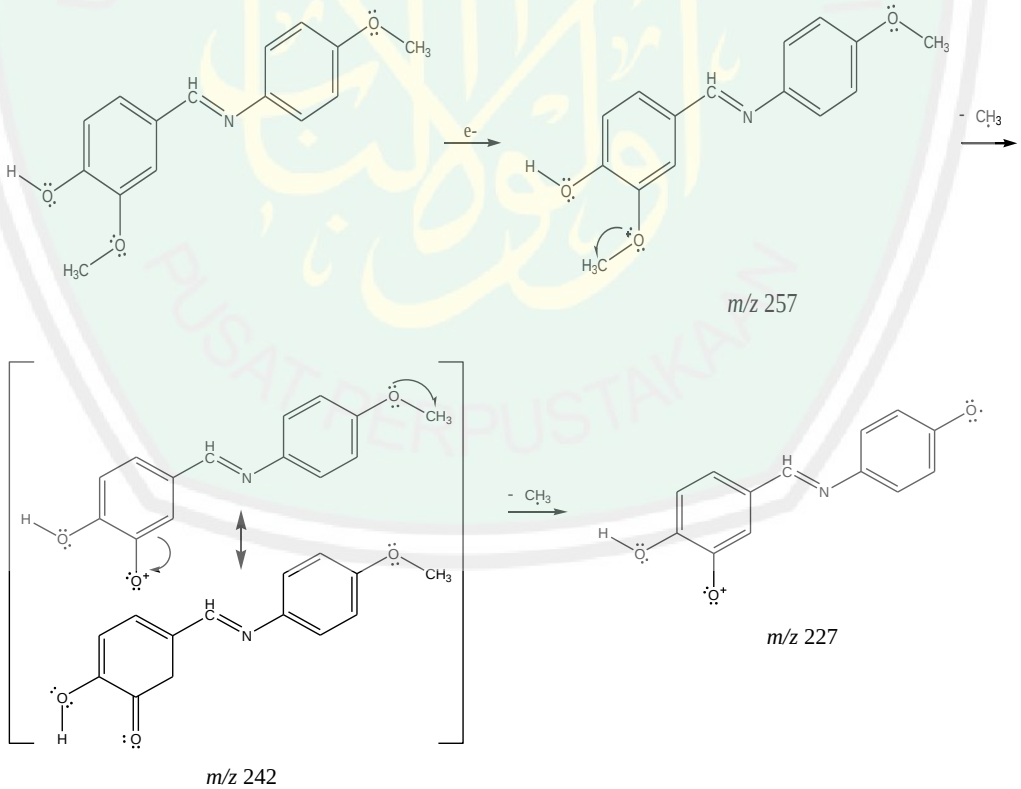
Gambar 4.8 Spektra massa puncak 2

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.9 Pola fragmentasi puncak 2 ke-1

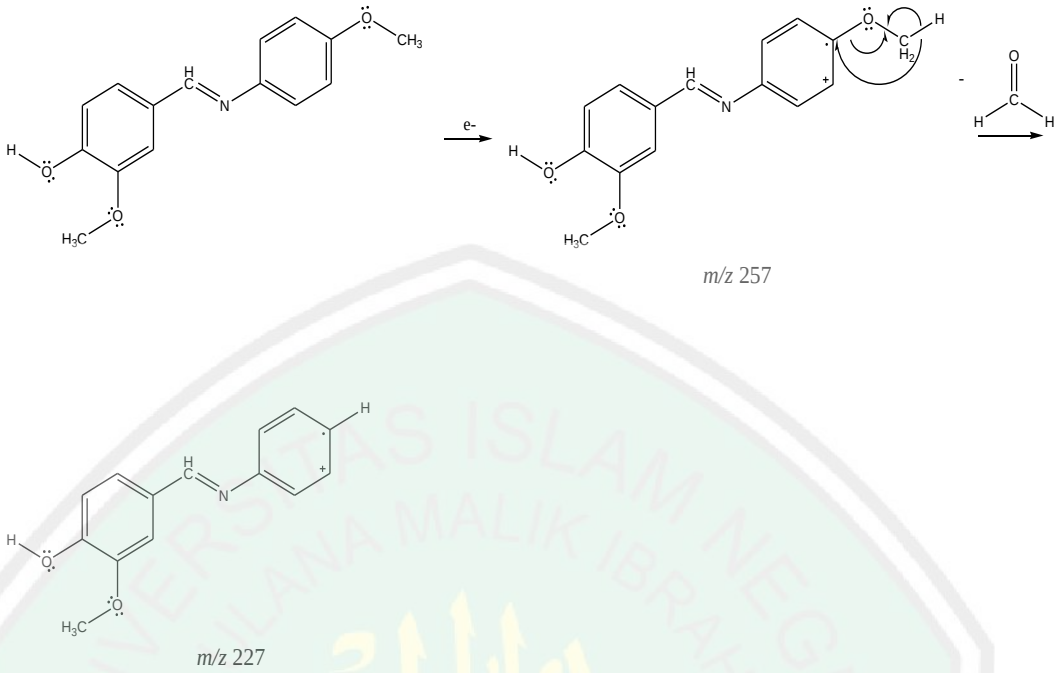
Pola fragmentasi lain:



Gambar 4.10 Pola fragmentasi puncak 2 ke-2

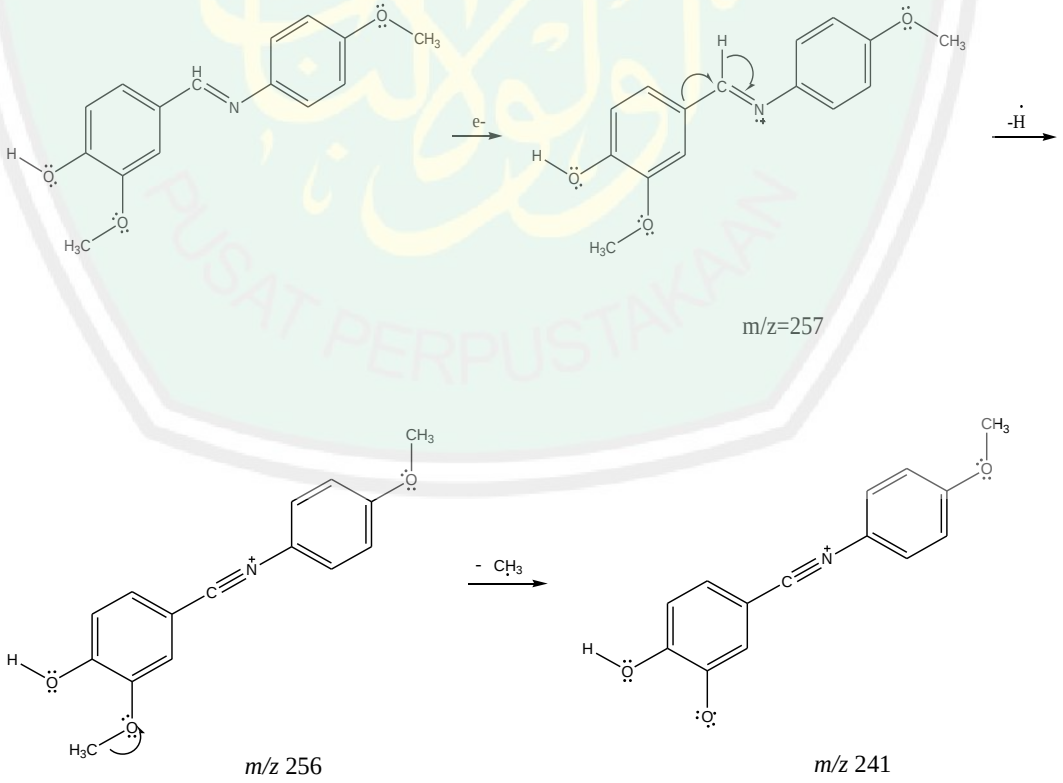
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pola fragmentasi lain:



Gambar 4.11 Pola fragmentasi puncak 2 ke-3

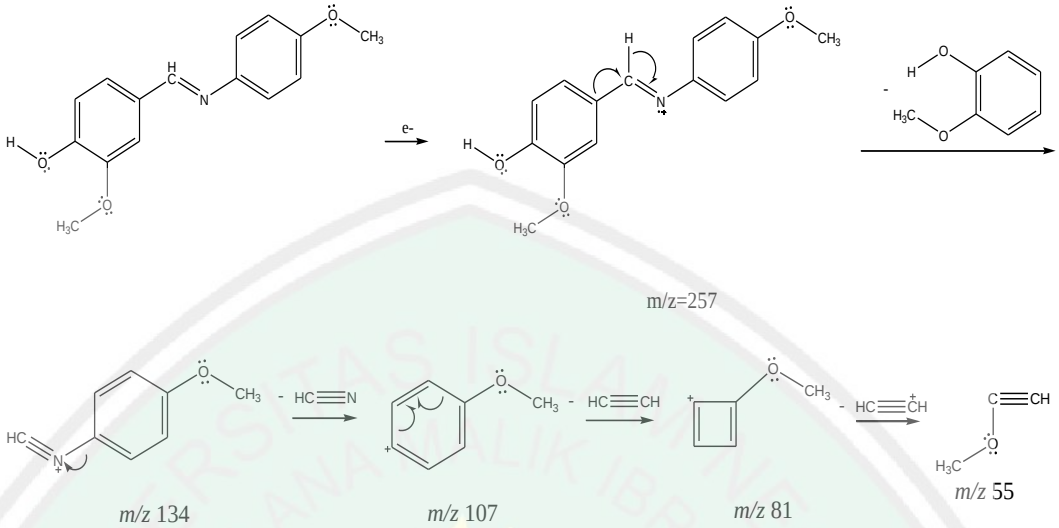
Pola fragmentasi lain:



Gambar 4.12 Pola fragmentasi puncak 2 ke-4

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pola fragmentasi lain:



Gambar 4.13 Pola fragmentasi puncak 2 ke-5

Spektra massa puncak 2 pada Gambar 4.8 menunjukkan bahwa nilai *m/z* 257 dengan kelimpahan 100% merupakan ion molekuler sekaligus *base peak*. Nilai ion molekuler *m/z* 257 sesuai dengan berat molekul senyawa target, sehingga diduga kuat bahwa puncak 2 merupakan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol. Fragmen yang memiliki kelimpahan tinggi selain ion molekuler yaitu pada *m/z* 242, dikarenakan strukturnya dapat mengalami resonansi. Fragmen-fragmen yang memiliki kelimpahan tinggi pada spektra massa menunjukkan kestabilan fragmen yang cukup tinggi. Puncak 2 mempunyai kadar presentase paling tinggi pada kromatogram yaitu sebesar 97,66 %, sedangkan puncak 1 diduga merupakan pelarut kloroform yang terbaca oleh detektor, sehingga diduga bahwa senyawa penyusun produk sintesis variasi 20 menit adalah senyawa target.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4.4 Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol dalam Perspektif Islam

Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol dengan teknik penggerusan tanpa penambahan pelarut dan katalis (*green synthesis*) merupakan salah satu bentuk usaha untuk mengurangi penggunaan bahan-bahan kimia yang dapat menambah terbentuknya limbah kimia. Adanya motode *green synthesis* tersebut dapat membantu menjaga kelestarian lingkungan, sebagaimana firman Allah SWT dalam surat ar Ruum (20): 41;

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ والبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُم بَعْضَ الَّذِي عَمِلُواْ لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

”*Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”.*

Kata ظهر bermakna terjadinya sesuatu di permukaan bumi, yang nampak dengan terang serta diketahui dengan jelas. Kata ٱلفَسَادُ menurut Al-Asfahani adalah keluarnya sesuatu dari keseimbangan, baik sedikit maupun banyak, baik jasmani, jiwa, maupun hal-hal lain. Kata ٱلفَسَادُ juga diartikan sebagai antonim dari *as-shalah* yang berarti manfaat atau berguna. Ulama kontemporer memahaminya dengan arti kerusakan lingkungan. Darat dan laut telah mengalami kerusakan, ketidakseimbangan serta kekurangan manfaat. Laut tercemar sehingga ikan mati dan hasil laut berkurang. Daratan semakin panas sehingga terjadi kemarau panjang. Alhasil, keseimbangan lingkungan menjadi kacau (Shihab, 2002). Menurut Hamka (1979), kerusakan yang dimaksud dalam ayat ini dapat saja

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ditafsirkan sesuai dengan perkembangan zaman sekarang ini, misalnya tentang kerusakan yang terjadi di darat yaitu terjadinya polusi, yang berarti pengotoran udara akibat asap dari zat-zat pembakar. Selain itu, kerusakan juga timbul di lautan akibat dari mengalirnya air dari pabrik kimia yang menyebabkan ikan-ikan menjadi mati.

Produk yang diperoleh dalam penelitian ini adalah senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol. Senyawa basa Schiff memiliki banyak manfaat, diantaranya: antitumor, antimalaria, antikanker, antibakteri, antioksidan, dan juga dapat digunakan sebagai ligan, sehingga senyawa tersebut dapat diaplikasikan sebagai obat melalui uji lanjutan terlebih dahulu. Allah SWT telah menciptakan seluruh makhluk yang ada di bumi memiliki manfaat yang tiada terhitung dan tidak ada yang sia-sia, sebagaimana firman Allah SWT dalam surat al Anbiyaa'ayat 16:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَاعِبِينَ ﴿١٦﴾

"Dan tidaklah Kami ciptakan langit dan bumi dan segala yang ada di antara keduanya dengan bermain-main".

Allah SWT menjelaskan bahwa penciptaan seluruh makhluk, terutama jenis insani dan pengangkatannya sebagai khalifah di muka bumi, didasarkan atas tujuan yang tampak jelas oleh orang-orang berakal. Sebagian hikmah dan tujuan itu telah diketahui oleh orang-orang yang memperhatikan alam dengan segala keajaibannya dan diberi pengetahuan yang benar, sehingga mereka mengetahui sebagian rahasianya dan dapat mengambil manfaat dari apa yang disimpan di dalam perut bumi maupun yang tampak pada permukaannya, yang membawa

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

kemajuan bagi umat manusia (al Maraghi, 1974). Ayat lain yang menjelaskan bahwa tidak ada ciptaan Allah yang sia-sia adalah surat Shaad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِّلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

"Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka".

Allah SWT menciptakan makhluk memuat rahasia-rahasia yang berguna, dan kemaslahatan yang banyak (al Maraghi, 1974). Salah satu ciptaan Allah yang tersimpan adalah senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol, yang dapat memberikan kemaslahatan untuk manusia.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Waktu penggerusan terbaik pada sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol diantara 10, 15 dan 20 menit adalah 20 menit dengan % hasil tertinggi sebesar 94,86%.
2. Produk sintesis yang dihasilkan memiliki karakter fisik antara lain: padatan, berwarna coklat muda, sedikit larut dalam air dan memiliki titik lebur berkisar antara 128-131 ^{o}C. Noda 1 yang berwarna kuning pada hasil KLT diduga sebagai senyawa target dengan nilai Rf 0,84. Spektra FTIR menunjukkan adanya serapan khas dari senyawa target yaitu –C=N pada 1590 cm^{-1}. Hasil KG-SM menunjukkan munculnya puncak pada waktu retensi 23,624 menit dengan luas area sebesar 97,66 %, yang memiliki ion molekuler pada *m/z* 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol.

5.2 Saran

1. Perlu adanya karakterisasi produk sintesis menggunakan ^{1}H-NMR untuk memperkuat dugaan terbentuknya senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol.
2. Perlu dilakukan adanya pengujian aktivitas senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol sebagai senyawa antioksidan, antitumor, antibakteri dan antijamur.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. Perlu dilakukan adanya pengulangan sintesis sebanyak 3 kali untuk menentukan waktu penggerusan terbaik dalam sintesis senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PUSTAKA

Al-Hakimi, N. S. 2016. Sintesis Senyawa Imina dari Vanilin dan Anilina dengan Variasi Jumlah Katalis Air Jeruk Nipis . *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Al-Kahraman, Y. M. S. A., Madkour, H. M. F., Ali, D., and Yasinzai, M. 2010. Antileishmanial, Antimicrobial and Antifungal Activities of Some New Aryl Azomethines. *Molecules*, 15:660-671.

Al-Maraghi, A. M. 1974. *Tafsir al-maraghi juz 14*. Semarang: CV. Toha Putra Semarang.

Al-Maraghi, A. M. 1974. *Tafsir al-maraghi juz 17*. Semarang: CV. Toha Putra Semarang.

Al-Maraghi, A. M. 1974. *Tafsir al-maraghi juz 23*. Semarang: CV. Toha Putra Semarang.

Anand, P., Patil, V. M., Sharma1, V. K., Khosa1, R. L., and Masand N. 2012 Schiff bases: A Review on Biological Insights. *International Journal of Drug Design and Discovery*, 3(3): 851-868.

Ashraf, M. A., Mahmoud K., and Wajid A. 2011. *Synthesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases. IPCBEE*, 10: 1-7.

Bader, N. R. 2010. Applications of Schiff Bases Chelates in Quantitative analysis: a Review. *J. Chem*, 3(4): 660-670.

Bele, A. A., and Khale, A. 2011. An Overview on Thin Layer Chromatography. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 2(2): 256-267.

Bendale, A. R., Bhatt, R., Nagar, A., Jadhav, A. G., and Vidyasagar, G. 2011. Schiff Base Synthesis By Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*, 3(2): 34-38.

Bhagat, S., Sharma, N., and Chundawat, T. S. 2013. Synthesis of Some Salcyladehyde-Based Schiff Bases in Aqueous Media. *Journal of Chemistry*, 1-4.

Bhai, D., Girija, C. R., and Reddy, R. 2014. Green Syntesis of Novel Schiff Bases Derived from 2,6 Diamino Pyridine Characrerization and Biological Activity, *Journal of Advances in chemistry*, 10(5): 2705-2710.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Bose, A. K., Pednekar, S., Ganguly, S. N., Chakraborty, G., and Manhas, M. S. 2004. A Simplified Green Chemistry Approach to The Biginelli Reaction Using 'Grindstone Chemistry'. *Tetrahedron Letters*, 8531-8353.

Brodowska, K., and Lodgya, E. 2014. Schiff Bases-Interesting Range of Applications in Various Fields of Science. *CHEMIK*, 68(2): 129-134.

Cahyana, H., dan Pratiwi, P. 2015. Sintesis Ramah Lingkungan Senyawa Imina Turunan Vanilin dan 2-Hidroksi Asetofenon Serta Uji Aktivitas Biologi dan Antioksidan. *Original Article*, 2(1): 47-58.

Chakraborty, D. S. 2016. Instrumentation of FTIR and Its Herbal Appliactions. *Wourld Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science*, 5(3):498-505.

Chaluvaraju dan Zaranappa. 2011. Synthesis and Biological Evaluation of some Isatin derivatives for Antimicrobial Properties. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 2(1): 541-546.

Chavan, S. B. Synthesis ad Evaluation of Antimicrobial Activity of Some New Schiff Bases and Formans. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 3(1): 262-269.

Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga.

Gandjar, I. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

Gandjar, I. G., dan Rohman, A. 2012. *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

Hamka. 1976. *Tafsir Al-Azhar Juz XXI*. Surabaya: Yayasan Latimojong.

Hanapi, A. 2016. Variasi Waktu Penggerusan pada Sintesis Senyawa Basa Schiff Turunan Vanilin Tanpa Pelarut. *Laporan Penelitan*. Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Handayani, S., Arianingrum, R., and Haryadi, W. 2011. Vanillin Structure Modification of Isolated Vanilla Fruit (Vanilla Planifolia Andrews) to form Vanillinacetone. *Proceedings at 14th Asian Chemical Congress 2011*, 252-257.

Hassan, F. 2014. Synthesis, Charazterization and Antioxidant of Some 4-Amino-Phenyl-4h-1, 2, 4-Triazole-3-hiol Derivatives. *International Journal of Applied Science and Technology*, 4(2): 202-211.

Himaja, M. Poppy, D., and Asif, K. 2011. Green Technique-Solvent Free Synthesis and It's Advantages. Review. *IJRAP*, 2(4): 1079-1086.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Hussain, S. Z., and Maqbool, K. 2014. GC-MS: principle, Technique and Its Application in Food Science. *INT J CURR SCI*, 13(E): 116-126.

Jovanovic, M. B., Konstantinovic, S. S., Ilic, S. B., and Veljkovic, V. B. 2013. The Synthesis of Vanillin-semicarbazone in Crude Glyserol Green Solvent. *Advantages Technologies*, 2(2): 38-44.

Kouznetsov, V. K., Arenas, D. R. M., Bonilla, C. A. M., Macias, M. A., Rousset, P., and Gauthier, G. H. 2016. Grinding and Milling: Two Efficient Methodologies in the Solvent-Free Phospomolybidic Acid-Catalyzed and Mechanochemical Synthesis of cis-4-Amido-*N*-yl-2-methyl-tetrahydroquinolines. *J. Braz. Chem. Soc*, 00(00): 1-10.

Kumar, R., Sharma, P.K., and Mishra, P. S. 2012. A Review on the Vanillin Derivatives Showing Various Biological Activities. *International Journal of PharmTech Research*, 4(1): 266 - 279.

Kumar, S., Jyotirmayee, K., and Sarangi, M. 2013. Thin Layer Chromatography: A Tool of Biotechnology for Isolation of Bioactive Compounds from Medicinal Plants. *Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res.*, 18(1): 126-132.

Maila, W. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan *P*-Toluidin Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia S.*). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

March, J., dan Smith M.B. 2001. *March's Advanced Organic Chemistry Reactions, Mechanisms, and Structure Fifth Edition*. John Wiley & Sons. Inc. New York.

McMurry, J. 2007. *Organic Chemistry*. New York: Baker Laboratory.

Metzger, J. O., and Eissen, M. 2004. Concepts on The Contribution of Chemistry to a Sustainable Development Renewable Raw Materials. *C.R. Chimie*, 7:1-13.

Mulyono. 2005. Kamus Kimia. Jakarta: Bumi Aksara.

Patil, S., Jadhav, S. D., and Shinde, S. K. 2012. CES as an Efficient Natural Acid Catalyst for Synthesis of Schiff Bases Under Solvent-Free Condition: An Innovative Green Approach. *Organic Chemistry International*, 1-5.

Prabawati, Y. S., Setiawan, F. A., and Agustina, F. A. 2012. Sintesis Senyawa 1,4-bis[(2-hidroksi-3-metoksi-5-formaldehid-fenil)-metil]piperazin dari Bahan Dasar Vanilin dan Uji Aktivitasnya Sebagai Zat Antioksidan. *Kaunia*, 8(1): 30-43.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Rao, V. K., Reddy, S. S., Krishna, B. S., Naidu, K. R. M., Raju, C. N., and Ghosh, S. K. 2016. Synthesis of Schiff's Base in Aqueous Medium: A green Altrenative Approach with Effective Mass Yield and High Reaction Rates. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 3(3): 217-223.

Reddy C. S. K., Khan, K. K. A., and Nagaraja, C. 2012. A Review on the Determination of Melting Point Measurement System. *International Journal of Advanced Research in Electrical, Electronics and Instrumentation Engineering*, 5(2): 975-979.

Sana, S., Reddy, K. R., Rajanna, K. C., Venkateswarlu, M., and Ali, M. M. 2012. Mortar-Pestle and Microwave Assisted Regioselective Nitration of Aromatic Compounds in Presence of Certain Group V and VI Metal Salts Under Solvent Free Conditions. *International Journal of Organic Chemistry*, 2: 233-247.

Sembiring Z., Hastiawan, I., Zainuddin, A., and Bahti, H. H. 2013. Sintesis Basa Schiff Karbazona Variasi Gugus Fungsi: Uji Kelarutan dan Analisis Struktur Spektroskopi UV-Vis. *Semirata 2013 FMIPA UNILA*, 484-487.

Shaikh, R. U., Shaikh, N.S., anad Tayade, D. T. 2013. Eco-friendly Synthesis of Schiff Bases. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science Research*, 3(3): 100-102.

Shihab, Q. 2002. *Tafsir Al Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur`an Vol. 11*. Jakarta: Lentera Hati.

Silverstein, R. M., Webster, F. X., and Kiemle, D. J. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Hoboken: John Willey & Sons Inc.

Singh, N. B., Das, S. S., Gupta, N. B., Gupta, A., and Frohlich, R. 2008. Vanillin–*p*-Anisidine System: Solid-State Reaction and Density Functional Theory Studies. *Molecular Crystal Liquid Crystal*, 490: 106-123.

Sun, J., Yin, Y., Sheng, G. H., Yang, Z. B., and Zhu, H. L. 2013. *Journal of Molecular Structure*, 1039(2013): 214-218.

Supratman, U. 2010. *Elusidasi Struktur Molekul Organik.* Bandung: Widya Pajajaran.

Sykes, P. 1989. *Penuntun Mekanisme Reaksi Kimia Organik*. PT Gramedia: Jakarta.

Ummathur, M .B, Sayudevi, P., and Krishnankutty, K. 2009. Schiff Bases Of 3-[2-(1,3-Benzothiazol-2-Yl)Hydrazinylidene] Pentane-2,4-Dione With Aliphatic Diamines And Their Metal Complexes. *J. Argent. Chem. Soc.*, 2009, *97(2)*, 31-39.

Vibhute, A.Y., Mokle, S. S., Nalwar, Y. S., Vibhute, Y. B., and Gurav, V. M. 2009. An Efficient and Operationally Simple Synthesis of Some New Schiff Bases

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Using Grinding Technique. *Bulletin of the Catalysis Society of India*, (8): 164-168.

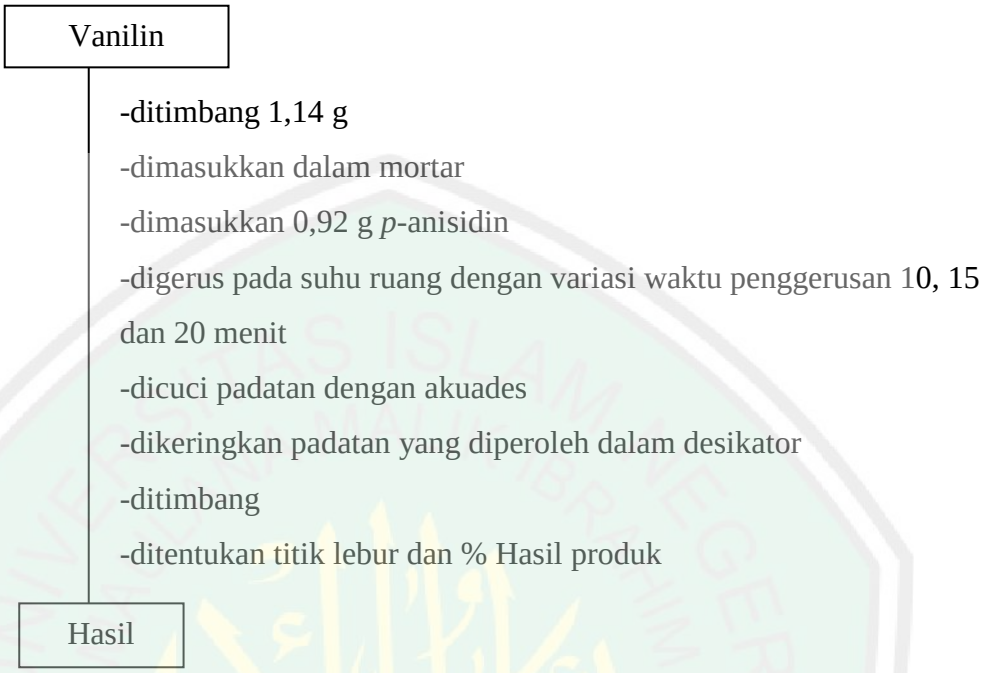
Yadav, Z. G., and Mani, J. V. 2015. Green Synthesis of Schiff Base by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Research*, 4(2): 121-127.

Zarei, M., and Jarrahpour, A. 2011. Green and Efficient Synthesis of Azo Schiff Bases. *Iranian Journal of Science & Technology A3*, 235-242.

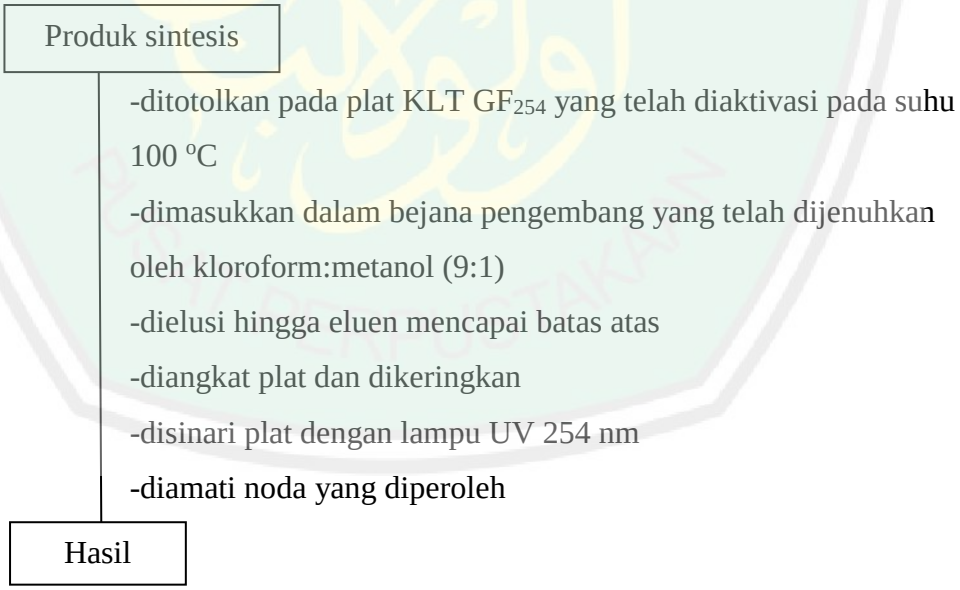
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 1. Diagram Alir

L.1.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol



L.1.2 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.1.3 Uji Titik Lebur Produk Sintesis

Produk sintesis

-dimasukkan dalam pipa kapiler

-dimasukkan pipa kapiler ke dalam blok kecil di atas blok termometer

-dinyalakan *heating control* dengan memutar pemutar suhu hingga 20 ^{o}C/menit

-diturunkan suhu menjadi 10 ^{o}C/menit, ketika suhu pada termometer mencapai 60% dari titik lebur senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol berdasarkan literatur yang ada (132,9 ^{o}C)

- diturunkan suhu menjadi 1 ^{o}C/menit, ketika suhu pada termometer kurang 15 ^{o}C dari titik lebur senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol berdasarkan literatur yang ada (132,9 ^{o}C)

-diamati peleburan sampel pada kaca pengamatan sambil melihat suhu pada termometer

Hasil

L.1.4 Karakterisasi Produk Sintesis dengan Uji Kelarutan

Produk sintesis

-dimasukkan 0,003 gram dalam tabung reaksi

-ditambahkan 5 ml akuades

-dikocok sepanjang 10 cm

-ditambahkan NaOH 2M (jika tidak larut sempurna) tetes per tetes hingga endapan larut sempurna

Hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.1.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Produk sintesis

-digerus dengan KBr

-ditekan untuk membentuk pelet

-diletakkan campuran dalam sel holder

-dilewatkan berkas sinar inframerah pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1}

-diamati hasil spektra FTIR yang diperoleh

Hasil

L.1.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)

Produk sintesis

-dilarutkan dengan kloroform dengan konsentrasi 70.000 ppm

-diinjeksikan ke dalam instrumen KG-SM dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: AGILENTJ%W DB-1
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: QP2010
Oven	: terprogram 100 ^oC (5 menit) →310^oC (15 menit)
Temperatur injektor	: 310 ^oC
Tekanan gas	: 20,8 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,49 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium
MS (m/z)	: 28 *m/z* – 600 *m/z*

-diamati pola kromatogram yang dihasilkan

Hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Penentuan Massa Vanilin 0,0075 mol yang Digunakan (1)

Rumus molekul senyawa **(1)** = $C_8H_8O_3$

BM senyawa **(1)** = 152,1473 g/mol

Mol senyawa **(1)** = 0,0075 mol

Massa senyawa **(1)** = mol x BM

= 0,0075 mol x 152,1473 g/mol

= 1,1410 g

L.2.2 Penentuan Massa *p*-Anisidin 0,0075 mol yang Digunakan (2)

Rumus molekul senyawa **(2)** = C_7H_9NO

BM senyawa **(2)** = 123,1565 g/mol

Mol senyawa **(2)** = 0,0075 mol

Massa senyawa **(2)** = mol x BM

= 0,0075 mol x 123,1565 g/mol

= 0,9237 g

L.2.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol

Reaksi :

vanilin **(1)** + *p*-anisidin **(2)** → 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol **(3)** + air

Reaksi	senyawa **(1)**	+	senyawa **(2)**	→	senyawa **(3)**
Mula-mula	0,0075 mol		0,0075 mol		-
Bereaksi	0,0075 mol		0,0075 mol		0,0075 mol
Setimbang	-		-		0,0075 mol

Rumus molekul senyawa **(3)** = $C_{15}H_{15}O_3N$

BM senyawa **(3)** = 257,1565 g/mol

Mol senyawa **(3)** = 0,0075 mol

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Massa senyawa = mol x BM

= 0,0075 mol x 257,15 g/mol

= 1,9287 g

L.2.4 Penentuan % Hasil Produk Sintesis

$$\textbf{\textit{Rendemen}}\ (\%) = \frac{\textbf{\textit{massa produk sintesis}}}{\textbf{\textit{massa teoritis}}} \textbf{\textit{x}}100\%$$

1. P1 (P. 10 menit)

$$\%\ \text{Hasil} = \frac{1{,}9104 - 1{,}0987\ \text{gr}}{1{,}9287\ \text{gr}} = \frac{1{,}8117\ \text{gr}}{1{,}9287\ \text{gr}} x100\% = 93{,}9337\%$$

2. P2 (P. 15 menit)

$$\%\ \text{Hasil} = \frac{2{,}8821 - 1{,}0748\ \text{gr}}{1{,}9287\ \text{gr}} = \frac{1{,}8073\ \text{gr}}{1{,}9287\ \text{gr}} x100\% = 93{,}7056\%$$

3. P3 (P. 20 menit)

$$\%\ \text{Hasil} = \frac{2{,}7734 - 0{,}9438\ \text{gr}}{1{,}9287\ \text{gr}} = \frac{1{,}8296\ \text{gr}}{1{,}9287\ \text{gr}} x100$$

$$= 94{,}8618\%$$

% Hasil berdasarkan GC-MS diperoleh sebagai berikut:

$$\%\ \textbf{\textit{Hasil}} = \frac{\%\textbf{\textit{GC x massa produk sintesis}}}{\textbf{\textit{massa teoritis}}} \textbf{\textit{x}}100\%$$

$$\%\ \text{Hasil}\ (\%) = \frac{1{,}0000\ x\ 1{,}8296\ \text{gr}}{1{,}9287\ \text{gr}} x100\% = 94{,}8618$$

L.2.5 Penentuan Rf Hasil KLT

$$\textbf{\textit{Rf}} = \frac{\textbf{\textit{Jarak tempuh senyawa}}}{\textbf{\textit{Jarak tempuh pelarut}}}$$

Rf vanilin $= \frac{6{,}15}{8} = 0{,}77$

Rf *p*-anisidin $= \frac{6{,}55}{8} = 0{,}82$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Rf P1 (P. 10 menit)

Spot 1 $=\frac{6,7}{8} = 0,84$

Spot 2 $= \frac{6,15}{8} = 0,77$

Rf P2 (P. 15 menit)

Spot 1 $=\frac{6,7}{8} = 0,84$

Spot 2 $=\frac{6,15}{8} = 0,77$

Rf P3 (P. 20 menit)

Spot 1 $=\frac{6,7}{8} = 0,84$

Spot 2 $=\frac{6,15}{8} = 0,77$

L.2.6 Pengamatan Titik Lebur Produk Sintesis

Ulangan	Titik Lebur (°C)		
	P1	P2	P3
1	127-130	128-130	128-130
2	129-131	128-130	130-132
3	127-130	128-130	130-132
Rata-rata	128-130	128-130	129-131

Keterangan:
P1 : produk variasi waktu penggerusan 10 menit
P2 : produk variasi waktu penggerusan 15 menit
P3 : produk variasi waktu penggerusan 20menit

Suhu ketika temperatur pada termometer diturunkan menjadi

10 *derajat Celcius/menit*

$$= \frac{60}{100} x132 = 79$$

Suhu ketika temperatur pada termometerditurunkan menjadi

1 *derajat Celcius/menit*

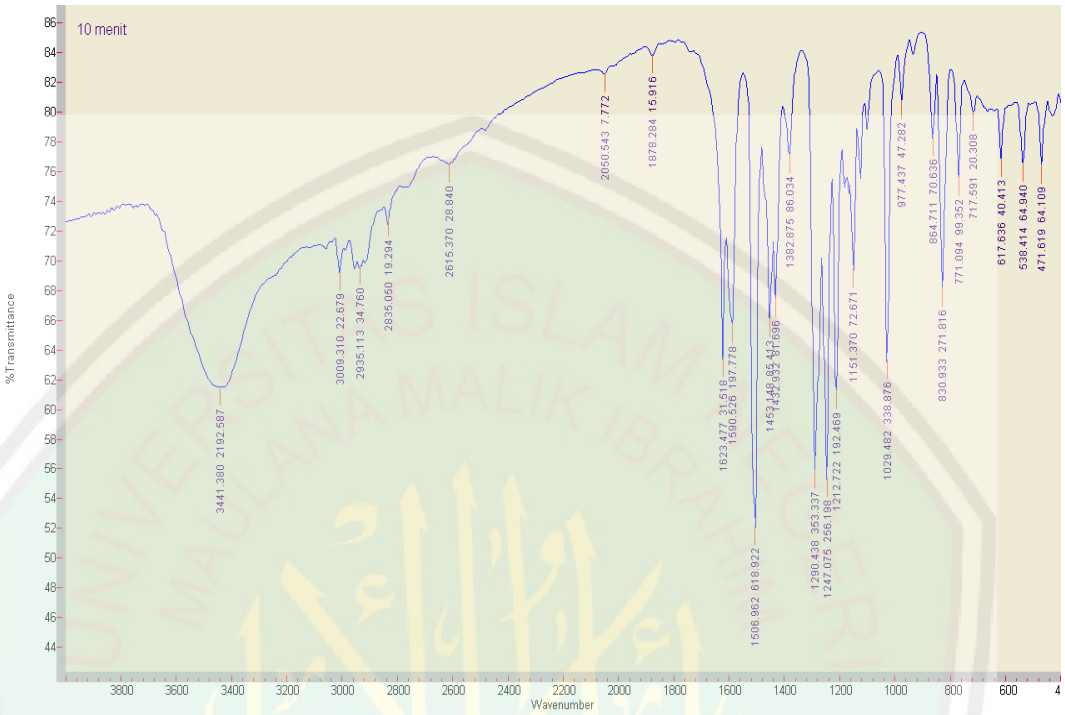
$$= 132 - 15 = 117$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

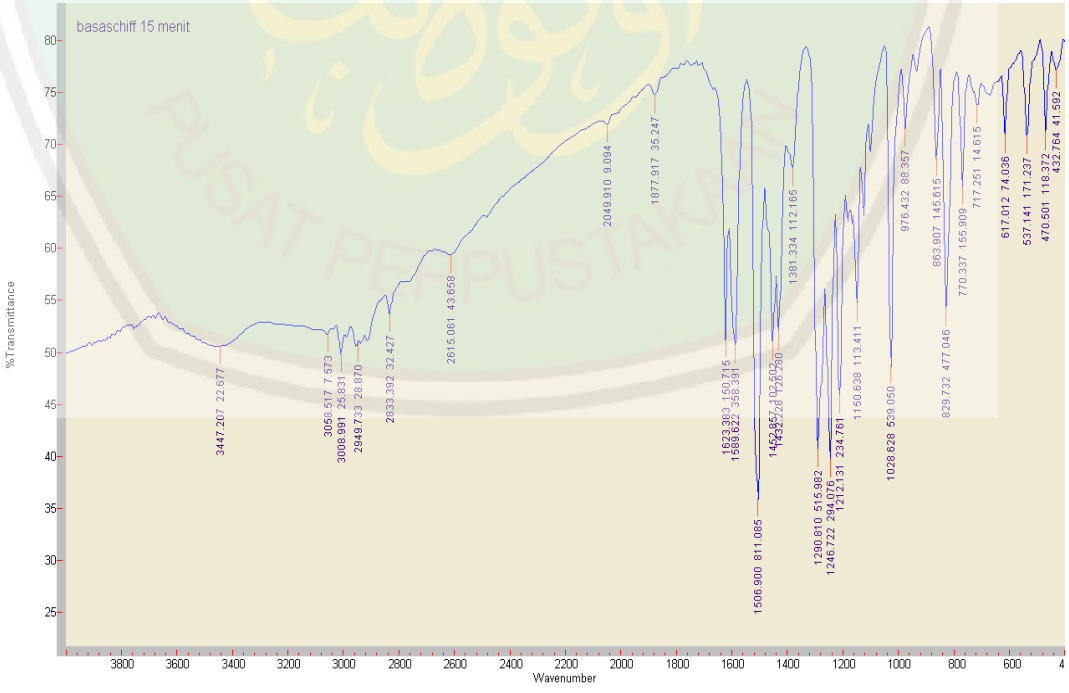
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi

L.3.1 Hasil Karakterisasi FTIR

L.3.1.1 Spektra FTIR Produk Sintesis Variasi Waktu Penggerusan 10 Menit

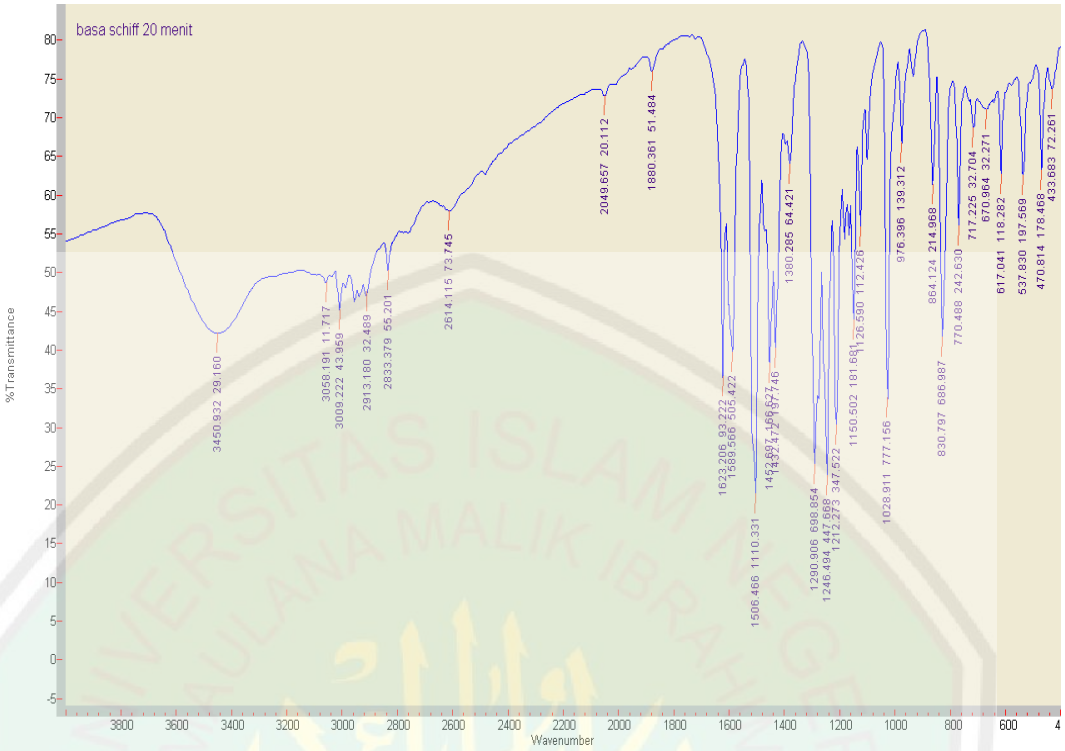


L.3.1.2 Spektra FTIR Produk Sintesis Variasi Waktu Penggerusan 15 Menit

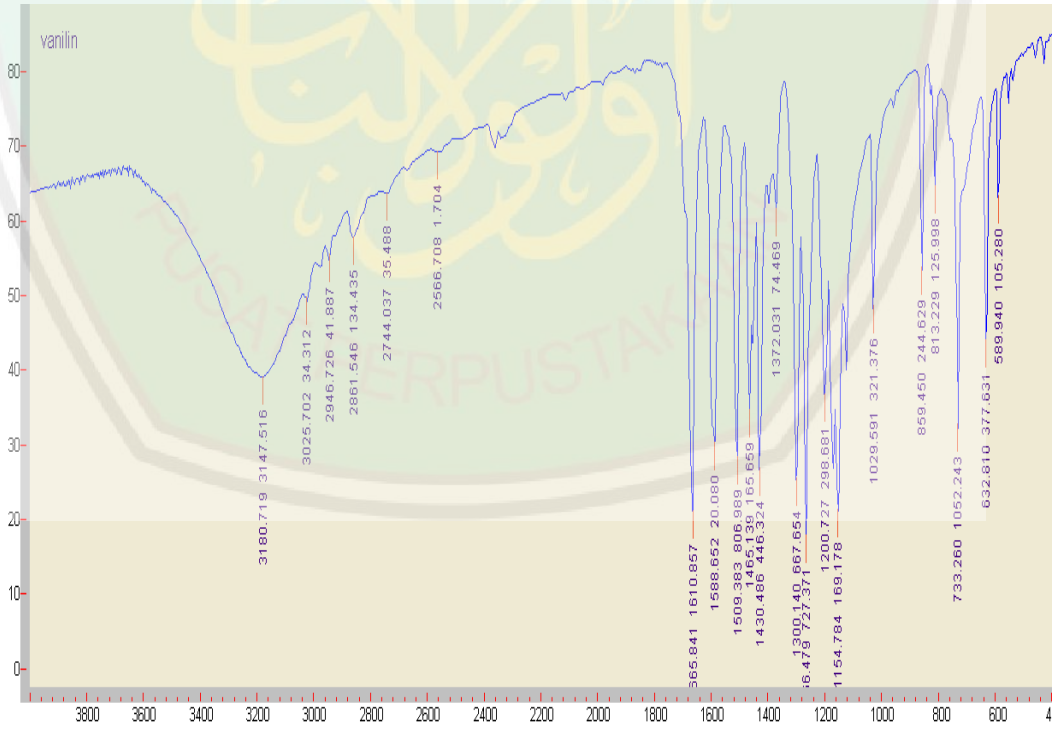


CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.3.1.3 Spektra FTIR Produk Sintesis Variasi Waktu Penggerusan 20 menit

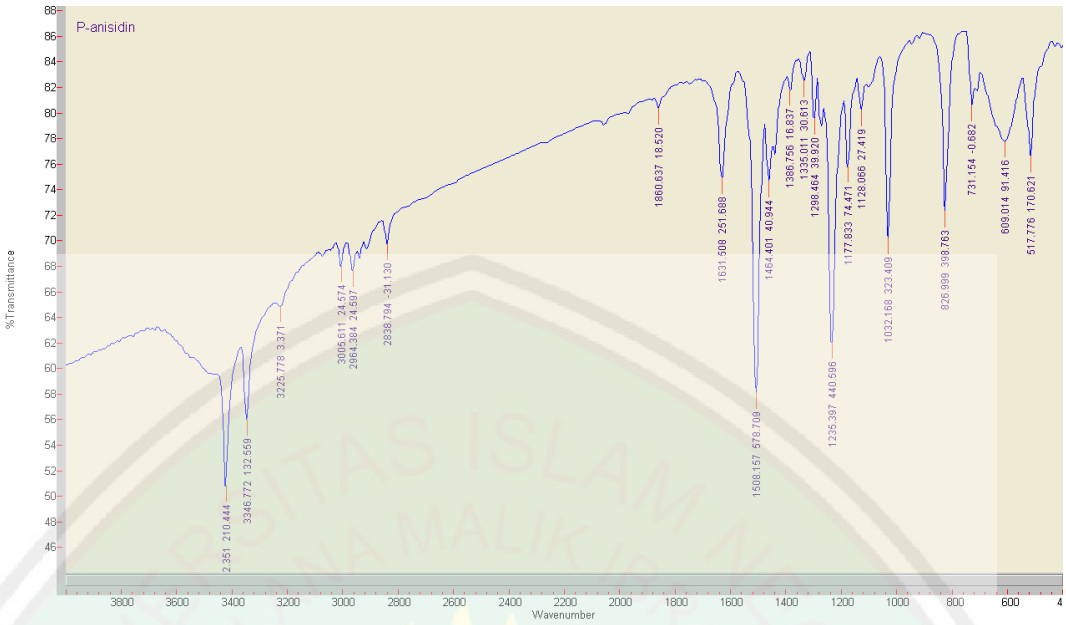


L.3.1.4 Spektra FTIR Vanilin



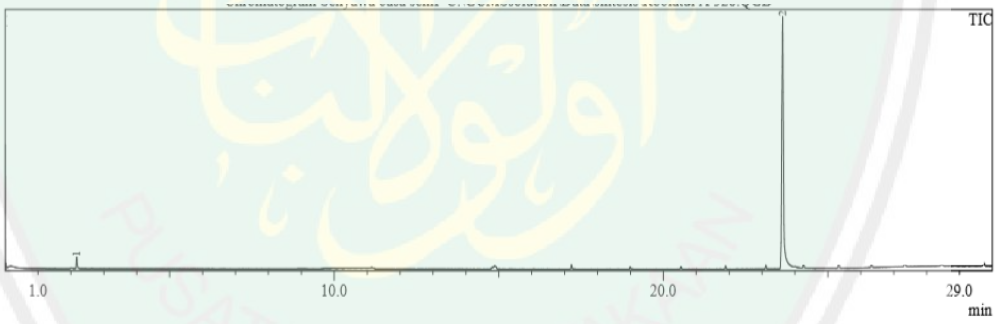
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.3.1.5 Spektra FTIR *p*-Anisidin



L.3.2 Hasil Karakterisasi KG-SM

L.3.2.1 Hasil Kromatogram

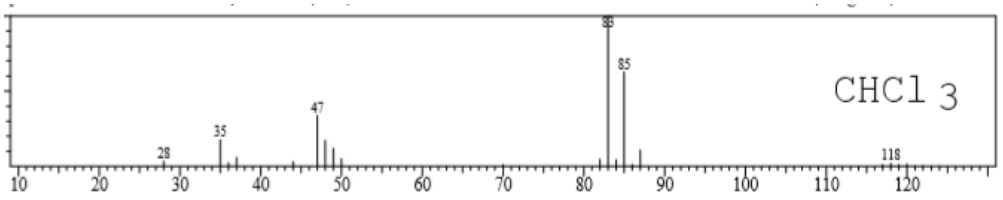


Peak Report TIC

Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	2.174	2.142	2.217	236939	2.34	130803	4.37	1.80	MI	
2	23.624	23.542	23.750	9904269	97.66	2864064	95.63	3.45	MI	
				10141208	100.00	2994867	100.00			

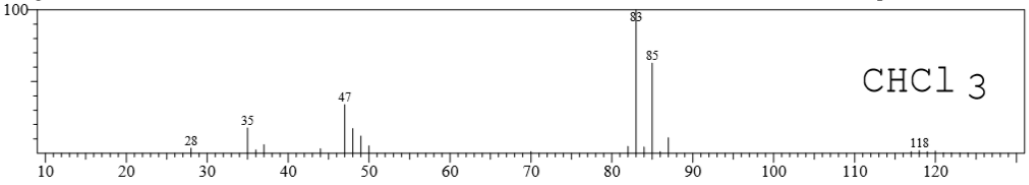
L.3.2.2 Hasil Spektra Massa

Library
<< Target >>
Line#:1 R.Time:2.175(Scan#:262) MassPeaks:14
RawMode:Averaged 2.167-2.183(261-263) BasePeak:82.90(42441)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

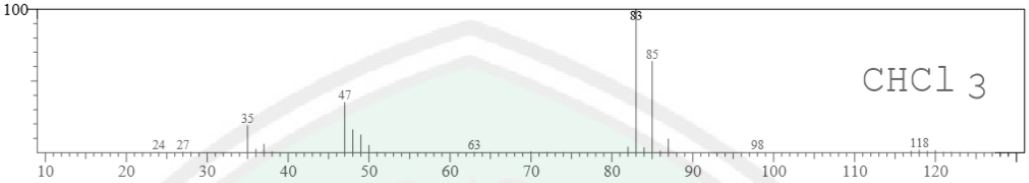


CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

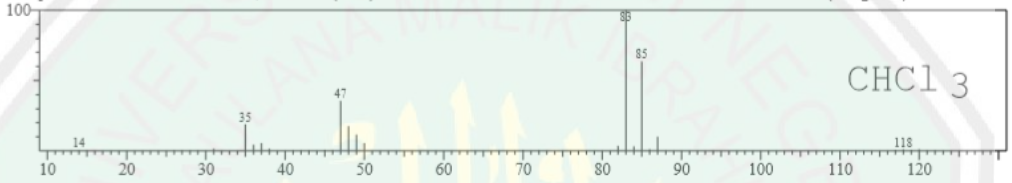
Hit#:1 Entry:14463 Library:WILEY7.LIB
SI:96 Formula:C H CL3 CAS:67-66-3 MolWeight:118 RetIndex:0
CompName:Chloroform $$ Methane, trichloro- (CAS) R 20 $$ Freon 20 $$ Trichloroform $$ Trichloromethane $$ R 20 (refrigerant) $$ Chloroform



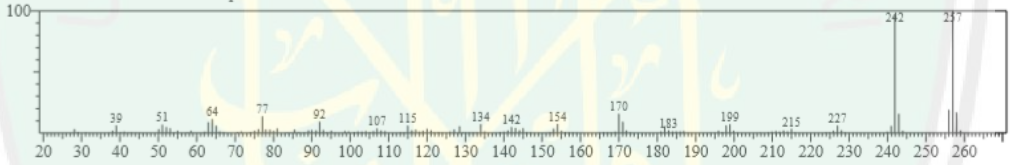
Hit#:2 Entry:14466 Library:WILEY7.LIB
SI:96 Formula:C H CL3 CAS:67-66-3 MolWeight:118 RetIndex:0
CompName:Chloroform $$ Methane, trichloro- (CAS) R 20 $$ Freon 20 $$ Trichloroform $$ Trichloromethane $$ R 20 (refrigerant) $$ Chloroform



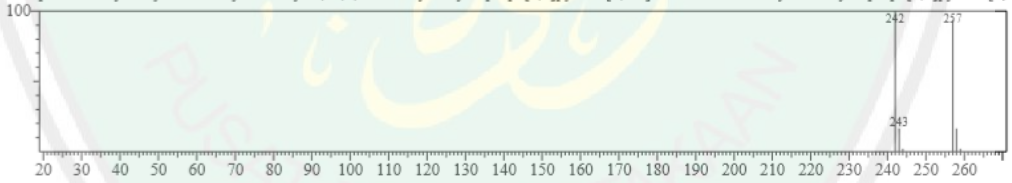
Hit#:3 Entry:14461 Library:WILEY7.LIB
SI:95 Formula:C H CL3 CAS:67-66-3 MolWeight:118 RetIndex:0
CompName:Chloroform $$ Methane, trichloro- (CAS) R 20 $$ Freon 20 $$ Trichloroform $$ Trichloromethane $$ R 20 (refrigerant) $$ Chloroform



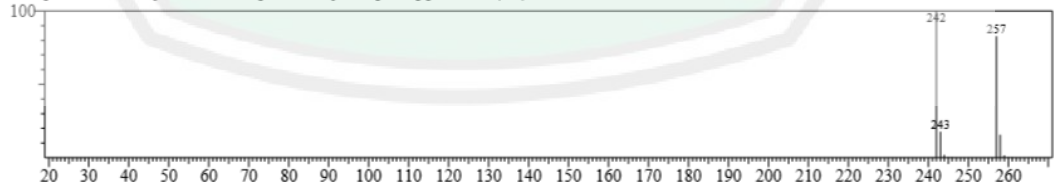
<< Target >>
Line#:2 R.Time:23.625(Scan#:2836) MassPeaks:159
RawMode:Averaged 23.617-23.633(2835-2837) BasePeak:257.00(471458)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



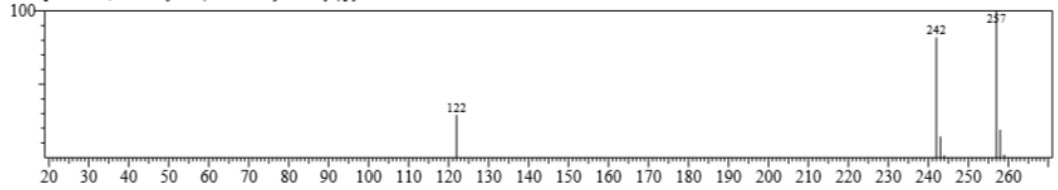
Hit#:1 Entry:164958 Library:WILEY7.LIB
SI:64 Formula:C15 H15 N O3 CAS:127506-12-1 MolWeight:257 RetIndex:0
CompName:7-hydroxy-6-methoxy-5-methyl-1,1a,2,8b-tetrahydrocyclopropa[3,4]pyrrolo[1,2-a]indole-8-carbaldehyde $$ Cyclopropa[3,4]pyrrolo[1,



Hit#:2 Entry:165056 Library:WILEY7.LIB
SI:62 Formula:C16 H19 N O2 CAS:137793-11-4 MolWeight:257 RetIndex:0
CompName:1,2-Dihydro-1,1,2,2,5-pentamethylfuro[2,3-c]quinolin-4(5H)-one $$



Hit#:3 Entry:165054 Library:WILEY7.LIB
SI:60 Formula:C16 H19 N O2 CAS:0-00-0 MolWeight:257 RetIndex:0
CompName:3,4-Diethyl-2-(2-methoxybenzoyl)pyrrole $$



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Method

===== Analytical Line 1 =====

[GC-2010]

Column Oven Temp.	:100.0 °C
Injection Temp.	:310.00 °C
Injection Mode	:Split
Flow Control Mode	:Pressure
Pressure	:20.8 kPa
Total Flow	:71.7 mL/min
Column Flow	:0.49 mL/min
Linear Velocity	:26.1 cm/sec
Purge Flow	:3.0 mL/min
Split Ratio	:139.1
High Pressure Injection	:OFF
Carrier Gas Saver	:OFF
Splitter Hold	:OFF

Oven Temp. Program

Rate	Temperature(°C)	Hold Time(min)
-	100.0	5.00
10.00	310.0	15.00

< Ready Check Heat Unit >

Column Oven	: Yes
SPL1	: Yes
MS	: Yes

< Ready Check Detector(FTD) >
< Ready Check Baseline Drift >
< Ready Check Injection Flow >

===== Analytical Line 1 =====

[GCMS-QP2010]

IonSourceTemp	:200.00 °C
Interface Temp.	:300.00 °C
Solvent Cut Time	:0.00 min
Detector Gain Mode	:Relative
Detector Gain	:0.00 kV
Threshold	:1000

[MS Table]

--Group 1 - Event 1--

Start Time	:0.00min
End Time	:30.00min
ACQ Mode	:Scan
Event Time	:0.50sec
Scan Speed	:1250
Start m/z	:28.00
End m/z	:600.00
Sample Inlet Unit	:GC

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

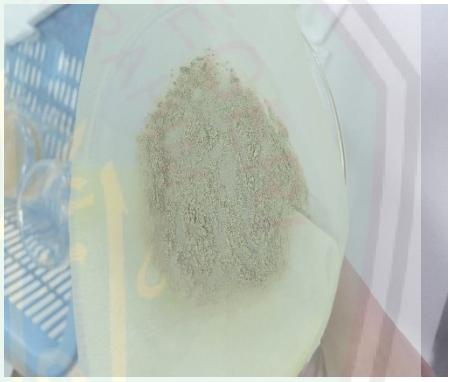
Lampiran 4. Dokumentasi

L.4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol

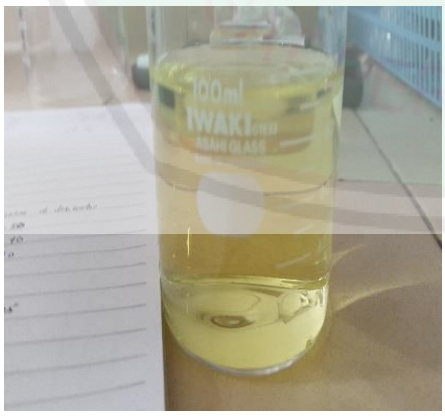
Vanilin

p-Anisidin

Hasil penggerusan vanilin dan *p*-anisidin



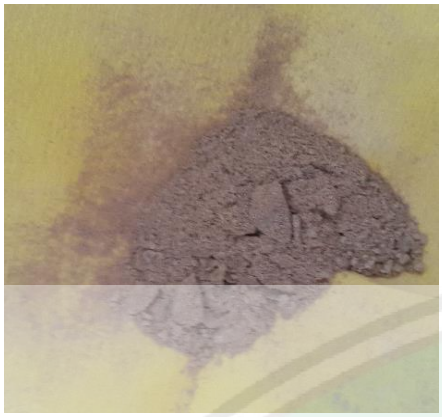
Proses pencucian produk sintesis dengan air



Filtrat pencucian berwarna kuning

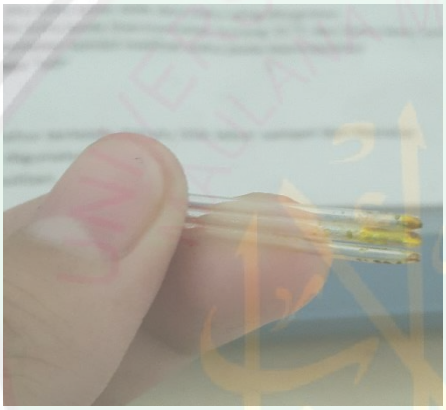
Produk sintesis setelah dimasukkan dalam desikator (P. 10 menit)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Produk sintesis setelah dimasukkan dalam desikator (P. 15 menit)

Produk sintesis setelah dimasukkan dalam desikator (P. 20 menit)



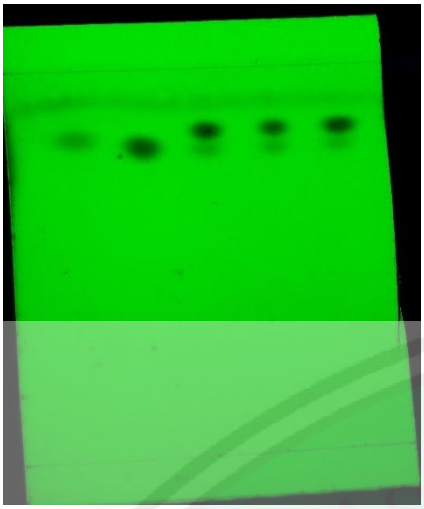
Hasil uji titik lebur

L.4.2 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT

Proses elusi produk sintesis, vanilin dan *p*-anisidin

Plat KLT tanpa penyinaran lampu UV 254 nm

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

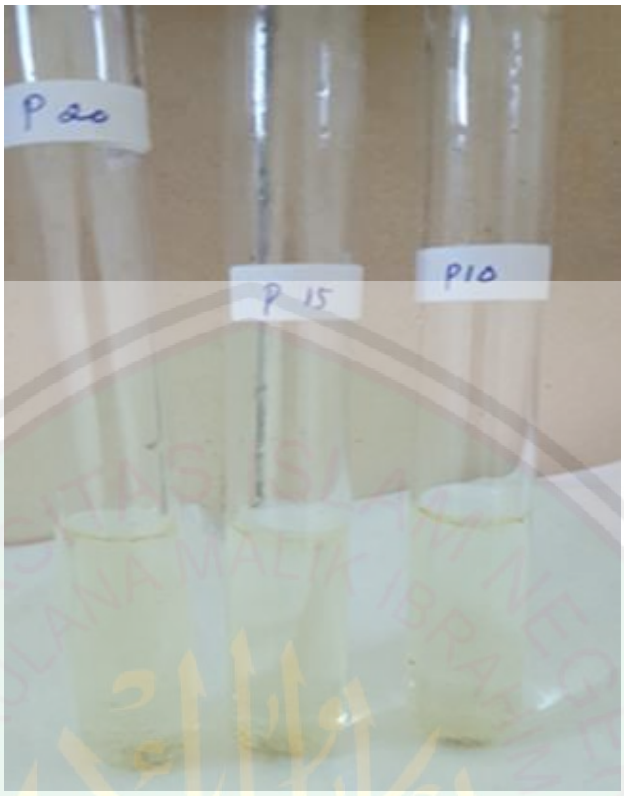


Plat KLT dengan penyinaran
lampu UV 254 nm

L.4.3 Uji Kelarutan

Vanilin dan *p*-anisidin dalam pelarut air

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Hasil uji kelarutan produk sintesis dalam pelarut air (sebelum penambahan NaOH 2M)

Hasil uji kelarutan produk sintesis dalam pelarut air setelah penambahan NaOH 2M

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG