

**SINTESIS BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *P*-ANISIDIN DENGAN
VARIASI JUMLAH KATALIS ASAM DARI JUS JERUK NIPIS**

SKRIPSI

Oleh:
ARIF KHASANUDIN
NIM. 13630062



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018**

**SINTESIS BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *P*-ANISIDIN DENGAN
VARIASI JUMLAH KATALIS ASAM DARI JUS JERUK NIPIS**

SKRIPSI

Oleh:

ARIF KHASANUDIN

NIM. 13630062

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
2018**

**SINTESIS BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN P-ANISIDIN DENGAN
VARIASI JUMLAH KATALIS ASAM DARI JUS JERUK NIPIS**

SKRIPSI

Oleh:
ARIF KHASANUDIN
NIM. 13630062

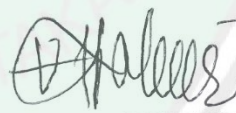
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 25 Januari 2018

Pembimbing I



Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811200801 2 010

Pembimbing II



Nur Aini, M.Si
NIDT. 19840608 20160801 2 070

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia



Elak Kamilah Hayati, M.Si

**SINTESIS BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN P-ANISIDIN DENGAN
VARIASI JUMLAH KATALIS ASAM DARI JUS JERUK NIPIS**

SKRIPSI

Oleh:
ARIF KHASANUDIN
NIM. 13630062

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 02 Februari 2018**

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 : Nur Aini, M.Si
NIDT. 19840608 20160801 2 070

(.....)

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia**



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Arif Khasanudin

Nim : 13630062

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin Dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Jus Jeruk Nipis”

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, 22 Maret 2018

Yang membuat pernyataan,



Arif Khasanudin
NIM. 13630062

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT, karena atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan laporan skripsi dengan judul “Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin Dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Jus Jeruk Nipis”. Sholawat serta salam, tidak lupa penulis ucapkan kepada Nabi besar Muhammad SAW. yang telah menunjukkan jalan kebenaran melalui ajaran agama Islam.

Laporan skripsi ini disusun untuk memenuhi syarat kelulusan studi pada Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Penulis sadar bahwa masih banyak kesalahan dan kekurangan yang tidak lain disebabkan oleh keterbatasan pengetahuan penulis. Sehingga penulis memohon maaf yang sebesar-besarnya jika dalam laporan yang telah disusun terdapat banyak kesalahan dan kekurangan.

Pada kesempatan ini juga tidak lupa penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen pembimbing utama, ibu Nur Aini M,Si selaku dosen pembimbing agama dan bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen konsultan yang telah memberikan bimbingan dan arahan dalam menyelesaikan penelitian dan skripsi ini.
5. Semua pihak yang memberikan bantuan dalam menyelesaikan penelitian dan laporan hasil penelitian ini.

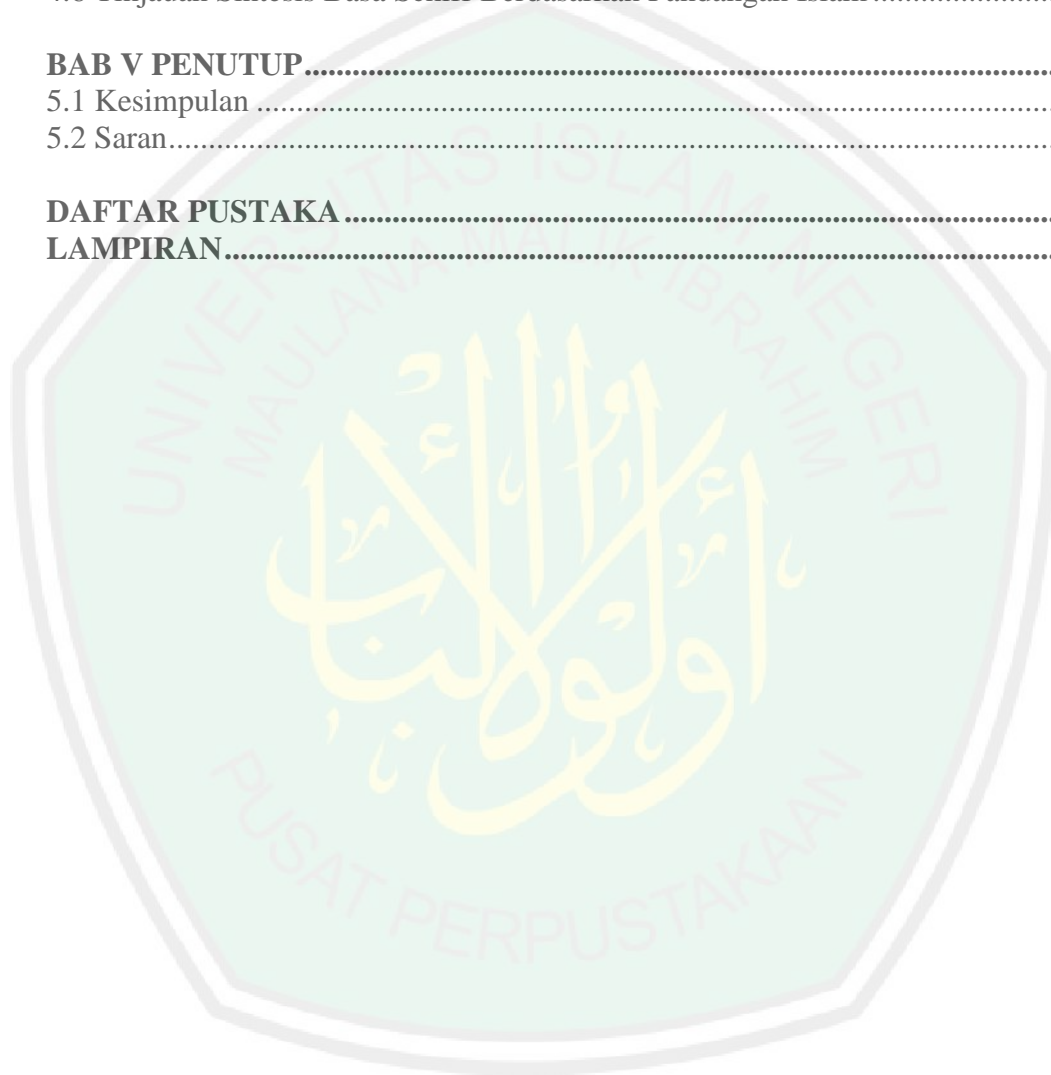
Malang, Februari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
LEMBAR ORISINALITAS	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
ABSTRAK	xi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Vanilin.....	7
2.2 <i>p</i> -Anisidin.....	8
2.3 Basa Schiff	9
2.4 Metode Sintesis Basa Schiff.....	11
2.4.1 Metode Tanpa Pelarut	11
2.4.2 Katalis Alami Dari Air Jeruk Nipis (<i>Citrus aurantifolia</i>).....	12
2.5 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff.....	15
2.5.1 Spektrofotometri UV-Vis.....	15
2.5.2 Spektroskopi FTIR	15
2.5.3 GCMS.....	17
2.6 Manfaat Senyawa Organik Dalam Perspektif Islam	19
BAB III METODE PENELITIAN	23
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan	23
3.2.1 Alat.....	23
3.2.2 Bahan	23
3.3 Tahapan Penelitian	23
3.4 Cara Kerja	24
3.4.1 Preparasi Katalis Asam dari Jeruk Nipis.....	24
3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan Anisidin.....	24
3.4.3 Monitoring dengan Plat KLT.....	25
3.4.4 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis.....	25
3.4.4.1 Pengamatan Sifat Fisik.....	25
3.4.4.2 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis	26
3.4.4.3 Identifikasi Menggunakan FTIR	26
3.4.4.4 Identifikasi Menggunakan GC-MS	26

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Sintesis 2-Metoksi-4-(((4-Metoksifnil)imino)metil)fenol Menggunakan Katalis Jus Jeruk Nipis	28
4.2 Identifikasi Produk Sintesis Dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	31
4.3 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis	33
4.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan FTIR	35
4.5 Karakterisasi Senyawa Produk Dengan GC-MS.....	37
4.6 Tinjauan Sintesis Basa Schiff Berdasarkan Pandangan Islam	42
 BAB V PENUTUP	 46
5.1 Kesimpulan	46
5.2 Saran.....	46
 DAFTAR PUSTAKA	 47
LAMPIRAN.....	51



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Vanilin.....	7
Gambar 2.2	Struktur <i>p</i> -Anisidin.....	9
Gambar 2.3	Pembentukan Basa Schiff Tahap I.....	10
Gambar 2.4	Pembentukan Basa Schiff Tahap II.....	10
Gambar 2.5	Reaksi Sintesis Basa Schiff Tanpa Pelarut.....	12
Gambar 2.6	Reaksi Sintesis Basa Schiff Dengan Katalis Jus Lemon.....	13
Gambar 2.7	Struktur Asam Sitrat.....	14
Gambar 2.8	Spektra FTIR senyawa 4-Kloro-N-(4-metoksi-3-hidroksibenzilid in)aniline	16
Gambar 2.9	Fragmentasi Ion Basa Schiff dari Vanilin dan <i>p</i> -Toluidin	18
Gambar 4.1	Kemungkinan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari vanillin dan <i>p</i> -anisidin dengan katalis asam	29
Gambar 4.2	Hasil uji kelarutan	30
	(a) dalam NaOH 0,5 M.....	30
	(b) dalam akuades.....	30
Gambar 4.3	Proses terlarutnya senyawa produk dalam NaOH.....	31
Gambar 4.4	Hasil KLT penyinaran UV pada 254 nm	32
Gambar 4.5	Hasil spektra UV-Vis	33
Gambar 4.6	Perpanjangan konjugasi pada produk.....	34
Gambar 4.7	Hasil spektra FTIR senyawa produk	35
Gambar 4.8	Kromatogram senyawa produk variasi katalis 1 mL.....	37
Gambar 4.9	Spektra massa puncak 1	38
Gambar 4.10	Struktur Kloroform.....	38
Gambar 4.11	Pola fragmentasi kloroform.....	39
Gambar 4.12	Spektra massa puncak 2	39
Gambar 4.13	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	40
Gambar 4.14	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	41
Gambar 4.15	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	41

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisik senyawa hasil sintesis.....	29
Tabel 4.2 Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk.....	36



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir.....	52
Lampiran 2. Perhitungan.....	56
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi.....	59
Lampiran 4. Dokumentasi.....	66



ABSTRAK

Khasanudin, A. 2018. **Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin Dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Jus Jeruk Nipis. Skripsi.** Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si, Pembimbing II: Nur Aini, M.Si, Konsultan: Ahmad Hanapi, M.Sc.

Kata Kunci: Basa Schiff, vanilin, *p*-anisidin, jus jeruk nipis

Basa Schiff merupakan senyawa yang mengandung gugus imina ($-\text{HC}=\text{N}-$), senyawa hasil kondensasi amina primer dengan senyawa karbonil aktif. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui jumlah katalis jus jeruk nipis yang optimum untuk sintesis 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. Pada penelitian ini disintesis basa Schiff dari vanillin dan *p*-anisidin dengan katalis asam alami dari jus jeruk nipis 20 % tanpa menggunakan media pelarut. Sintesis dilakukan dengan teknik penggerusan menggunakan variasi volume katalis jus jeruk nipis (*Citrus aurantifolia* S.) 0 ; 0,25 ; 0,5 dan 1 mL. Karakteristik sifat fisik dari basa Schiff yang terbentuk yaitu berupa padatan abu-abu kehijauan, memiliki titik lebur 128-131 °C, larut sebagian dalam NaOH 0,5 M dan sedikit larut dalam air. Hasil rendemen senyawa produk volume katalis 0 ; 0,25 ; 0,5 dan 1 mL berturut-turut sebesar 90,02 %, 91,50 %, 93,76% dan 94,67 %. Karakterisasi produk dengan spektrofotometer UV-Vis menghasilkan panjang gelombang maksimum pada 335-338 nm dan 283 nm. Karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan serapan khas gugus imina ($-\text{HC}=\text{N}-$) pada bilangan gelombang 1623 cm^{-1} , dan karakterisasi produk dengan katalis 1 mL dengan GC-MS menunjukkan 2 puncak yaitu kloroform dan senyawa target. Spektra massa senyawa target mempunyai ion melekuler (M^+) dengan nilai m/z sebesar 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target 2-metoksi-4-[[4-metoksifenil]imino]metil}fenol.

ABSTRACT

Khasanudin, A. 2018. **Synthesis of Schiff Base From Vanillin and *p*-Anisidine With Variation Amount of Acid Catalyst From Lime Juice**. Thesis. Department of Chemistry, Science and Technology Faculty, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si, Supervisor II: Nur Aini, M.Si, Consultant: Ahmad Hanapi, M.Sc.

Keywords: Schiff base, vanillin, *p*-anisidine, lime juice

Schiff base is compound containing imine group ($-\text{HC}=\text{N}-$), compound result from condensation of primary amines with active carbonyl compounds. This research aim to understand the best volume of lime juice catalyst for synthesis 2-methoxy-4(((methoxyphenyl)imino)methyl)phenol. In this research Schiff base synthesized from vanillin and *p*-anisidine using natural acid catalyst from lime juice 20 percent without solvent. Synthesis done by using grinding technique with variations catalyst volume of lime juice (*Citrus aurantifolia S.*) 0 ; 0.25 ; 0.50 dan 1 mL. Physical characteristic of Schiff base product is greenish gray's solid, melting point between 128-131 °C, partially soluble in NaOH 0.5 M and slightly soluble in water. Yield of Schiff base product with catalyst variation 0 ; 0.25 ; 0.50 and 1 mL in a row is 90.02 %, 91.50 %, 93.76% and 94.67 %. Product characteristic using spectrophotometer UV-Vis produce maximum wavelength in 335-338 nm and 283 nm. Product characteristic using FTIR showed products have absorption of imine group ($-\text{HC}=\text{N}-$) in wavenumber 1623 cm^{-1} , whereas product with catalyst 1 mL characterization using GC-MS showed 2 peak which is chloroform and target compound. Mass spectra target compound showed molecular ion (M^+) by m/z 257 which is identical with molecular weight of 2-methoxy-4-[[4-methoxyphenyl]imino]methyl}phenol.

الملخص

حسان الدين، أريف. 2018. *التوليفات شيف من الونيلين مركب كيميائي و p-Anisidin باختلاف الجملة حفلز الحامض من عصير ليمون*. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا الجامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانق. المشرفة الأول: رحموتي نينكسيح، الماجستير. المشرفة الثاني: نور عيني الماجستير، المستشار: أحمد حنفي الماجستير.

الكلمة الخاصة: التوليفات شيف ، الونيلين مركب كيميائي، p-Anisidin، عصير ليمون

(، نتيجة HC=N- كان التوليفات شيف مركب الذي يستخدم مجموعة إميना) الهدف من هذا البحث من مركب تكاثف إميना الأولية بمركب كربونلز المنشط. لمعرفة الجملة من حفلز الحامض من عصير ليمون المثالية للتوليفات 2- ميتوكسي 4-((4-ميتوكسيفينيل) إيمينو) ميثيل) فينول. هذا البحث أن توليفها من التوليفات بالحفاز الأحماض الطبيعية من p-Anisidin شيف من الونيلين من مركب كيميائي و عصير ليمون 20% بدون استخدام وصيلة مذيب. أن التركيب يعقد بطريقة نظف الخصائص الطبيعية جنس من التوليفات شيف المشكل صلب، 1mL و بعضهم متأخر في 128-131°C الملون برمادي مخضر، يستحق نقطة الانصهار 0 و متأخر قليلا في الماء. مرآب الإنتاج مجمع باختلاف حجم الحفاز 0,5 NaOH 94,67% و 90,02%, 91,50%, 93,76% متسلسلا قدرة 1 mL و 0,5 ; 0,25 ; 335- ينتج طوالة أقصى الموجات في UV-Vis الخصائص مرآب الإنتاج مع طيفي يظهر أن مركاب الإنتاج FTIR . خصائص الذي يستخدم 283 nm و 338 nm 1623 في عدد الموجات (-HC=N-) يستحق الاميصاص الخاص في المجموعة إمينا يظهر قمتين GC-MS مع 1mL و أما الخصائص من النتائج باختلاف الحفاز cm⁻¹ تعني الكلورو فورم و الهدف المركب. أطيف الشامل لمجموعة الهدف يستحق مطابقا بالوزن الجزئي من الهدف 257 أكثر من m/z بالنتائج (M⁺) إيون ميليكولر 2- ميتوكسي 4-((4-ميتوكسيفينيل) إيمينو) ميثيل) فينول.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Basa Schiff telah dikenal sejak 1864 ketika Hugo Schiff melaporkan kondensasi amina primer dengan senyawa karbonil. Struktur umum dari senyawa ini adalah kelompok azometin dengan rumus umum $RHC=N-R_1$, di mana R dan R_1 adalah alkil, aril, siklo alkil atau kelompok heterosiklik. Senyawa ini juga dikenal sebagai anils, imina atau azometin (Abirami dan Nadaraj, 2014).

Menurut banyak penelitian, basa Schiff memiliki banyak manfaat dalam berbagai bidang. Basa Schiff merupakan salah satu golongan senyawa aktif yang memiliki aktivitas biologi sebagai antituberkular, antikanker, inhibitor pertumbuhan tanaman, insektisida, CNS depresan dan antibakteri (Murhekar dan Khadsan, 2011). Menurut Ibrahim dan Sharif (2007), basa Schiff memiliki kegunaan sebagai indikator perubahan pH. Polimer basa Schiff dilaporkan menunjukkan sifat mekanikal, termal, elektrik dan dielektrik yang superior (Rahim dkk., 2013). Zipora dkk. (2013) menyatakan bahwa senyawa kompleks yang terbentuk dari ligan basa Schiff memiliki aplikasi pada berbagai bidang, seperti bidang pertanian, kimia farmasi dan kimia industri.

Basa Schiff dapat disintesis melalui kondensasi amina primer dengan senyawa karbonil. Secara konvensional, basa Schiff bisa disintesis dengan melakukan refluks terhadap amina primer dan aldehid atau keton dalam suatu pelarut organik dan dengan adanya sedikit asam atau basa. Penggunaan bahan kimia

seperti pelarut dan katalis membuat prosedur kerja metode ini tidak ramah lingkungan dan kurang efisien (Anjali dkk., 2013).

Sintesis basa Schiff dengan metode konvensional telah dilakukan oleh banyak peneliti. Vaghasiya dkk. (2004) melakukan sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan metode refluks dalam pelarut etanol dan memakai katalis asam asetat, hasilnya diperoleh rendemen sebesar 67%. Kemudian Ibrahim dkk. (2011) melakukan sintesis basa Schiff dari asam antranilat dan *p*-nitrobenzaldehyd dalam pelarut etanol dengan hasil rendemen 62%. Selanjutnya Ashraf dkk. (2011) melakukan sintesis basa Schiff dari 4-aminofenol dan vanilin dengan metode refluks dalam pelarut etanol dengan hasil rendemen 57%.

Penggunaan teknik dan metode konvensional dalam melakukan sintesis basa Schiff saat ini mulai ditinggalkan. Karena metode konvensional menggunakan bahan dasar, pereaksi, pelarut, serta menghasilkan produk samping yang berbahaya bagi kesehatan manusia dan dapat merusak lingkungan. Kerusakan lingkungan akibat perbuatan manusia telah difirmankan oleh Allah SWT dalam Q.S Ar-Rum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ

“Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan oleh perbuatan tangan-tangan manusia, supaya Allah menimpakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)” (Q.S Ar-Rum (30): 41).

Tafsir Al Jalalayn: (Telah tampak kerusakan di darat) disebabkan terhentinya hujan dan menipisnya tumbuh-tumbuhan (dan di laut) maksudnya di negeri-negeri yang banyak sungainya menjadi kering (disebabkan perbuatan tangan manusia) berupa perbuatan-perbuatan maksiat (supaya Allah merasakan kepada mereka) dapat dibaca *liyudziiqahum* dan *linudziiqahum*; kalau dibaca

linudziiqahum artinya supaya Kami merasakan kepada mereka (sebagian dari akibat perbuatan mereka) sebagai hukumannya (agar mereka kembali) supaya mereka bertobat dari perbuatan-perbuatan maksiat.

Akibat telah terjadinya kerusakan lingkungan yang timbul, banyak peneliti mulai sadar akan kekurangan metode sintesis konvensional. Oleh karena itu, dalam beberapa tahun belakangan mulai dikembangkan metode sintesis basa Schiff yang lebih ramah lingkungan dan efisien. Pengembangan metode tersebut berfokus pada pengurangan pelarut dan katalis yang menghasilkan limbah. Metode yang mulai dikembangkan salah satunya yaitu metode sintesis tanpa pelarut (*solvent free*) dan menggunakan katalis asam alami dari buah-buahan.

Metode sintesis basa Schiff tanpa memakai pelarut dan menggunakan katalis asam alami dari buah telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Garima dan Jyoti (2013) melakukan sintesis basa Schiff dari benzaldehid dan anilina menggunakan katalis dari air perasan buah anggur sebanyak 0,5 mL dengan hasil rendemen 93,6% dan ekstrak mangga muda 5% sebanyak 0,5 mL dengan hasil rendemen 91,11%. Kemudian Wahab dkk. (2014) melakukan sintesis basa Schiff dari benzaldehid dan anilina menggunakan katalis 0,5 mL larutan ekstrak buah asam dengan hasil rendemen sebesar 85%. Sedangkan Maila (2016) melakukan sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin menggunakan katalis 0,25 mL jus jeruk nipis dengan hasil rendemen 84,4%.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis suatu basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan katalis dari air perasan jeruk nipis 20%. Vanilin merupakan senyawa fenol turunan benzena yang memiliki rumus molekul $C_8H_8O_3$ dengan gugus fungsi metoksi ($-OCH_3$) pada posisi orto dan gugus aldehida ($-COH$) pada posisi para (Yuskiya dkk., 2015). Gugus fungsi yang paling mudah bereaksi secara

adisi pada senyawa vanilin adalah gugus aldehida (Kumar dkk., 2012). Variasi jumlah katalis asam dari ekstrak buah asam yang digunakan sesuai dengan Maila (2016) yaitu 0,5 ; 0,25 dan 0 mL, dengan hasil terbaik pada 0 mL dengan rendemen sebesar 90,68%. Produk hasil sintesis yang terbentuk dimonitor menggunakan plat KLT dengan pelarut kloroform (Purwono dkk., 2013).

Metode sintesis basa Schiff tanpa pelarut dengan katalis jeruk nipis pada penelitian ini terinspirasi dari penelitian-penelitian yang telah dilakukan oleh para ilmuwan dari berbagai negara. Penelitian ini merupakan sarana untuk mengamalkan ilmu yang telah diperoleh dan untuk memperluas pengetahuan. Selain itu, juga sebagai bentuk syukur atas nikmat penciptaan jeruk nipis yang telah Allah anugerahkan. Allah telah berfirman tentang keutamaan mensyukuri nikmat dalam Q.S Ibrahim ayat 7.

وَإِذْ تَأَذَّنَ رَبُّكُمْ لَئِن شَكَرْتُمْ لَأَزِيدَنَّكُمْ وَلَئِن كَفَرْتُمْ إِنَّ عَذَابِي لَشَدِيدٌ

“Dan (ingatlah juga), tatkala Tuhanmu memaklumkan; "Sesungguhnya jika kamu bersyukur, pasti Kami akan menambah (nikmat) kepadamu, dan jika kamu mengingkari (nikmat-Ku), maka sesungguhnya azab-Ku sangat pedih" (Q.S Ibrahim (14): 7).

Tafsir Al Jalalayn: (Dan ingatlah pula ketika mempermaklumkan) memberitahukan (Rabb kalian sesungguhnya jika kalian bersyukur) akan nikmat-Ku dengan menjalankan ketauhidan dan ketaatan (pasti Kami akan menambah nikmat kepada kalian dan jika kalian mengingkari nikmat-Ku) apabila kalian ingkar terhadap nikmat-Ku itu dengan berlaku kekafiran dan kedurhakaan niscaya Aku akan menurunkan azab kepada kalian. Pengertian ini diungkapkan oleh firman selanjutnya: ("Sesungguhnya azab-Ku sangat keras").

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dan hasil karakterisasinya?

2. Berapa rendemen hasil sintesis senyawa basa Schiff menggunakan variasi jumlah katalis asam dari jus jeruk nipis ?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui hasil sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dan hasil karakterisasinya.
2. Untuk mengetahui rendemen hasil sintesis senyawa basa Schiff menggunakan variasi jumlah katalis asam dari jus jeruk nipis.

1.4 Batasan masalah

1. Perbandingan mol vanilin dan *p*-anisidin 1:1.
2. Sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dilakukan dalam kondisi tanpa pelarut (*solvent free*).
3. Katalis asam yang digunakan berasal dari air perasan jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*) komersial yang dijual bebas di pasaran.
4. Variasi volume katalis asam dari jus jeruk nipis yaitu sebesar 0 ; 0,25 ; 0,5 dan 1 mL.
5. Karakterisasi senyawa hasil sintesis terbatas hanya pada warna, wujud, titik lebur, kelarutan serta identifikasi menggunakan spektrofotometri UV-Vis, FTIR dan GC-MS.

1.5 Manfaat

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini yaitu untuk memberikan informasi dan memperluas khasanah keilmuan mengenai metode yang lebih ramah

lingkungan dan efisien dalam sintesis senyawa basa Schiff yang lebih murah, lebih cepat, tidak berbahaya dan mudah dilakukan.

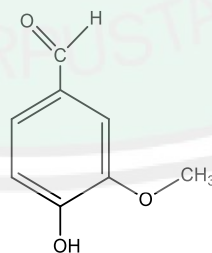


BAB II

STUDI PUSTAKA

2.1 Vanilin

Vanilin merupakan senyawa fenol turunan benzena yang memiliki rumus molekul $C_8H_8O_3$ dengan gugus fungsi metoksi ($-OCH_3$) pada posisi orto dan gugus aldehida ($-COH$) pada posisi para (Yuskiya dkk., 2015). Vanillin (4-hidroksi-3-metoksi benzaldehid) memiliki berat molekul 152.14 g/mol, merupakan komponen utama senyawa aromatik volatil dari polong panili (Baskara dkk., 2010). Vanilin berwarna putih dalam bentuk bubuk kristalin nonhigroskopik, memiliki aroma seperti vanila dan rasa vanila. Vanilin memiliki titik didih $285^{\circ}C$, titik lebur $81-83^{\circ}C$, kelarutan dalam air $>2\%$, sangat larut dalam kloroform, eter dan air panas, densitas 1,056 dan dalam bentuk larutan memiliki pH asam (O Neil, 2013). Ketika dipanaskan akan terdekomposisi dan mengemisikan asap yang berbau tajam dan gas yang mengiritasi (Lewis, 2004).



Gambar 2.1 Struktur vanilin (Baskara dkk., 2010)

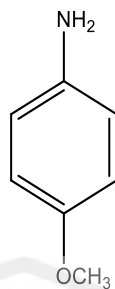
Menurut Kumar dkk. (2012) ketiga gugus fungsi dari vanillin yakni gugus aldehida, eter dan fenol dapat membentuk ikatan hidrogen intramolekul dan

antarmolekul. Gugus fungsi yang paling mudah bereaksi secara adisi pada senyawa vanilin adalah gugus aldehida. Karbonil dari gugus aldehida menunjukkan muatan parsial positif pada atom karbon dan muatan parsial negatif pada atom oksigen, atom karbon yang kekurangan elektron (elektrofil) dapat bereaksi dengan nukleofil (Stanley dkk., 1988). Zarei dan Jarrahpour (2011) telah melakukan sintesis senyawa turunan vanilin dengan mereaksikan gugus aldehida pada vanilin dengan amina primer membentuk senyawa basa Schiff.

2.2 *p*-Anisidin

Anisidin memiliki rumus molekul $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OCH}_3$ dan memiliki sinonim metoksianilin dan aminoanisol. Anisidin memiliki 2 bentuk struktur, yaitu *p*-anisidin dan *o*-anisidin. Berdasarkan bentuk fisiknya, *p*-anisidin berupa padatan berwarna putih. *p*-Anisidin digunakan dalam pembuatan azo dye, sebagai inhibitor korosi dan bahan kimia *intermediate* (Proctor dkk., 2004). *p*-Anisidin dapat disintesis melalui reduksi *p*-nitroanisol dengan kikiran besi dan asam klorida atau metilasi dari *p*-aminofenol (Lewis, 2007). Untuk produksi industri, *p*-anisidin disintesis dengan reduksi 4-nitroanisol dengan natrium sulfida atau dengan hidrogen dengan adanya katalis logam murni atau nikel Raney (Mitchell dkk., 2000)

p-Anisidin memiliki bau seperti amina (NIOSH, 2005), titik didih 243°C dan titik lebur $57,2^\circ\text{C}$ (Lide, 2007), titik nyala 122°C (Pohanish, 2008) dan densitas 1,071 pada 57°C (Lide, 2007). *p*-Anisidin larut dalam aseton dan benzena, sangat larut dalam eter dan etanol (Lide, 2007), kelarutan dalam air $2,10 \times 10^{-4}$ mg/L pada 20°C (Verschueren, 2001), Ketika dipanaskan, *p*-anisidin akan mengalami dekomposisi dan mengemisikan nitrogen oksida yang toksik (Lewis, 2004).



Gambar 2.2 Struktur *p*-anisidin (Patnaik, 2007)

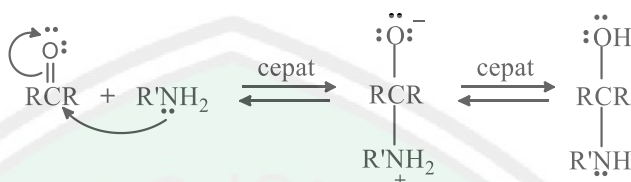
2.3 Basa Schiff

Senyawa basa Schiff atau imina dihasilkan melalui reaksi antara amina primer dengan aldehida atau keton. Struktur umum dari senyawa ini adalah kelompok azometin dengan rumus umum $\text{RHC}=\text{N}-\text{R}_1$, di mana R dan R_1 adalah alkil, aril, siklo alkil atau kelompok heterosiklik. Senyawa ini juga dikenal sebagai anils, imina atau azometin (Abirami dan Nadaraj, 2014).

Menurut Vaghasiya dkk. (2004), basa Schiff terkarakterisasi dengan $\text{-N}=\text{CH-}$ (imina), kelompok yang penting dalam menjelaskan mekanisme reaksi transaminasi dan rasemisasi di sistem biologis. Karena fleksibilitas yang besar dan aspek struktural beragam, berbagai basa Schiff telah disintesis dan perilaku kompleksasinya telah dipelajari. Basa Schiff telah disintesis dari berbagai senyawa, seperti thiazole amino, 2-hidroksi-1-naphthalaniline, gula amino, aldehida aromatik, isatin, cincin triazole, thiosemicarbazones, asam amino, pyrazole, dll. Fessenden dan Fessenden (1982) mengungkapkan bahwa aldehida aromatik (seperti vanilin) atau arilamina (seperti anisidin) menghasilkan imina yang terstabil.

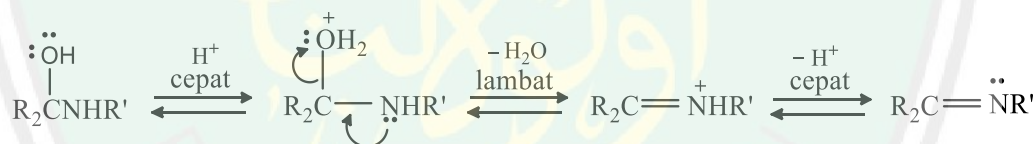
Mekanisme untuk pembentukan imina pada hakekatnya merupakan proses dua tahap. Tahap pertama adalah adisi amina nukleofilik pada karbon karbonil yang

bermuatan positif parsial, yang diikuti dengan lepasnya proton dari nitrogen dan diperolehnya proton oleh oksigen (Fessenden dan Fessenden, 1982).



Gambar 2.3 Pembentukan basa Schiff tahap 1 (Fessenden dan Fessenden, 1982)

Tahap kedua adalah protonasi gugus OH, yang kemudian dapat lepas sebagai air dalam suatu reaksi eliminasi. Laju tahap kedua meningkat dengan bertambahnya konsentrasi asam (Fessenden dan Fessenden, 1982).



Gambar 2.4 Pembentukan basa Schiff tahap 2 (Fessenden dan Fessenden, 1982)

Jika berfokus pada mekanisme perubahan dari aldehida dan amina menjadi basa Schiff, ada 2 metode sintesis yang mungkin. Pada metode I, penyerangan nukleofilik dari amina primer pada karbon karbonil menghasilkan senyawa hidroksil yang mana jika mengalami dehidrasi menjadi basa Schiff. Pembentukan basa Schiff dalam tahap kedua sangat terpengaruh kecepatan penghilangan air dari campuran reaksi. Penghilangan air selama kondensasi ini secara konvensional dibantu penyaring atau aparatus Dean-Stark (Patil dkk., 2012).

Untuk mengatasi kesulitan dalam menghilangkan air, alternatif metode II menggunakan asam Lewis sebagai katalis yang mempercepat penyerangan nukleofilik dari amina pada karbon karbonil dan sebagai agen pendehidrasi untuk menghilangkan air dalam tahap kedua. Beberapa metode yang dimodifikasi untuk sintesis basa Schiff telah dilaporkan dimana asam Lewis digunakan sebagai katalis seperti $ZnCl_2$, $TiCl_4$, alumina dan juga menggunakan bahan seperti hidrotalsit (Patil dkk., 2012).

2.4 Metode Sintesis Basa Schiff

2.4.1 Metode Tanpa Pelarut

Mungkin metode paling umum untuk membuat basa Schiff adalah dengan reaksi dari aldehida dan keton dengan amina primer. Reaksi umumnya dijalankan dengan melakukan refluks terhadap senyawa karbonil dan amina dalam pelarut organik dengan pemisahan air menggunakan sebuah agen *azotroping* atau dengan Na_2SO_4 anhidrat dan $MgSO_4$ (Zarei dan Jarrahpour, 2011).

Zarei dan Jarrahpour (2011) menjelaskan bahwa pada beberapa tahun belakangan banyak dilakukan gerakan untuk meningkatkan efisiensi dari tranfoslasi organik dengan mengurangi jumlah bahan yang terbuang. Banyak pelarut organik yang berbahaya dan volatil serta bisa mengganggu kesehatan manusia dan menyebabkan kerusakan lingkungan dengan mencemari atmosfer. Penggantian pelarut organik yang volatil dalam proses reaksi organik merupakan suatu tujuan yang penting dalam *green chemistry*. Selanjutnya, reaksi tanpa pelarut merupakan metode yang ramah lingkungan dalam sintesis organik yang memiliki

banyak keuntungan seperti mengurangi polusi, berbiaya murah, sederhana dalam proses dan penanganan.

Pada pengerjaan sintesis sekarang, beberapa basa Schiff disintesis dengan metode tanpa pelarut dengan *microwaves*. Basa Schiff dimurnikan dan dikarakterisasi dengan analisis spektroskopi. Abirami dan Nadaraj (2014) melaporkan sebuah jalur yang ramah lingkungan dengan hasil yang baik dalam sintesis basa Schiff dengan metode tanpa pelarut, dan produk bisa dimurnikan melalui rekristalisasi dengan pelarut yang tepat. Metode tanpa pelarut ini tanpa polusi dan tidak menggunakan bahan-bahan yang toksik, yang merupakan pendekatan yang ramah lingkungan untuk sintesis basa Schiff. Murhekar dan Khadsan (2011) menggunakan prosedur sintesis suatu basa Schiff yang baru dengan menghilangkan penggunaan pelarut organik. Mereka juga melaporkan reaksi dapat selesai dalam 30-40 menit dan isolasi dari produk sangat sederhana.



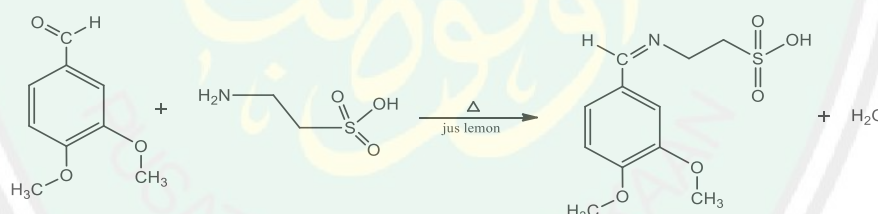
Gambar 2.5 Reaksi sintesis basa Schiff tanpa pelarut (Naqvi dkk., 2019)

2.4.2 Katalis Alami Dari Jus Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*)

Banyak reaksi adisi pada senyawa karbonil dikatalisis oleh asam. Gugus karbonil adalah basa Lewis karena ada elektron tak ikatan pada oksigen. Dalam larutan asam, gugus karbonil akan terprotonkan (asam konjugasi). Asam konjugasi

merupakan sebuah elektrofil yang lebih reaktif daripada gugus karbonil yang netral (Stanley dkk., 1988).

Pembentukan imina atau basa Schiff adalah suatu reaksi yang tergantung dengan pH. Bila larutan terlalu asam, konsentrasi amina bebas menjadi kecil sekali (sehingga bisa diabaikan). Jika hal ini terjadi, tahap adisi yang biasanya cepat akan menjadi lambat. Tetapi laju eliminasi gugus OH yang terprotonkan sebagai air pada tahap akhir reaksi meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi asam. Akibatnya, bertambahnya keasaman menyebabkan tahap adisi amina primer lebih lambat. Sedangkan tahap eliminasi gugus OH yang terprotonkan sebagai air menjadi lebih cepat. Pada kondisi tersebut terdapat pH optimum yaitu sekitar pH 3-4, pada mana laju reaksi keseluruhan adalah paling tinggi (Fessenden dan Fessenden, 1982).



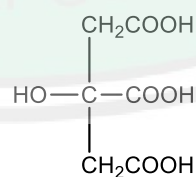
Gambar 2.6 Reaksi sintesis basa Schiff dengan katalis jus lemon (Elemike dkk., 2016)

Jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*) merupakan buah yang tidak asing di Indonesia dan memiliki variasi penggunaan yang lebih banyak dibandingkan dengan jenis jeruk lain sehingga sering disebut sebagai buah serba guna. Jeruk nipis mempunyai aroma yang kuat serta citarasa yang khas. Jeruk nipis memiliki sifat-

sifat khemis yang berbeda dengan jenis buah jeruk yang lain, seperti kadar gula, pH yang sangat rendah dan rasa masam buah jeruk sangat tinggi (Ermawati, 2008).

Buah jeruk nipis mengandung bahan kimia diantaranya asam sitrat sebanyak 7-7,6 %, damar lemak, mineral, vitamin B₁, minyak terbang (minyak atsiri atau *essensial oil*). Selain itu, jeruk nipis juga mengandung vitamin C sebanyak 27 mg/100 g jeruk nipis, Ca sebanyak 40 mg/100 g jeruk nipis dan fosfat sebanyak 22 mg (Hariana dalam Ermawati, 2008). Jeruk nipis memiliki kandungan asam dengan pH 2,0 (Exteberria dkk., 2003). Jumlah total komponen asam dari jeruk nipis bervariasi dari 5-7%, dan komponen utama asam organik dari jeruk nipis adalah asam sitrat (Shrestha dkk., 2012).

Asam sitrat (asam 2-hidroksi propana-1,2,3-trikarboksilat) pertama diisolasi dan dikristalisasi dari jus jeruk nipis oleh Karl Wilhelm Scheele pada 1784. Asam organik ini ditemukan sebagai unsur pokok alami dari varietas buah sitrus, jeruk nipis, jeruk, nanas, pir, persik dan ara. Asam sitrat memiliki keberadaan yang luas dalam tumbuhan dan hewan dengan jaminan asam sitrat yang tidak toksik (Sahar dkk., 2016).



Gambar 2.7 Struktur asam sitrat (Cairns, 2009)

Keasaman asam sitrat disebabkan oleh adanya tiga gugus karboksil (COOH), dimana dalam bentuk larutan masing-masing gugus akan melepaskan ion

protonnya. Jika ini terjadi maka akan terbentuk ion sitrat. Sitrat membuat penyangga yang sangat baik untuk mengendalikan pH (Bunta dkk., 2013).

2.5 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff

2.5.1 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis adalah anggota teknik analisis spektroskopik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultra violet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrument spektrofotometer. Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis. Sehingga spektrofotometri UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif (Mulja dan Suharman, 1995).

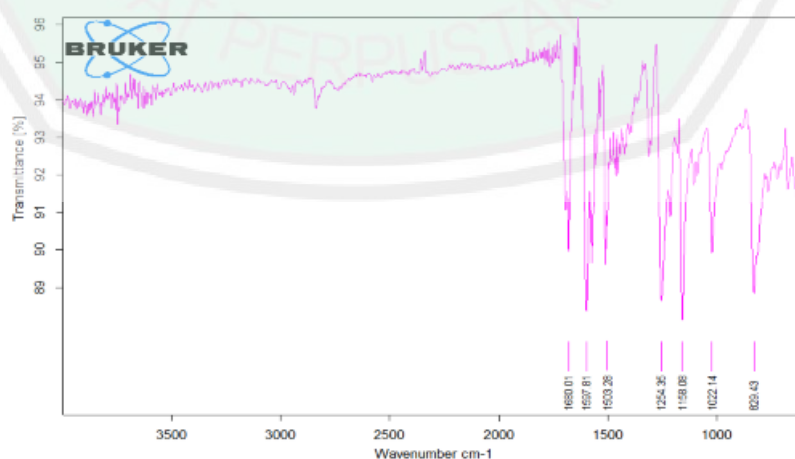
Analisis kualitatif dengan metode spektrofotometri UV-Vis hanya dipakai untuk data sekunder atau data pendukung. Pada analisis kualitatif dengan metode spektrofotometri UV-Vis dapat ditentukan panjang gelombang maksimum (Mulja dan Suharman, 1995). Absorpsi cahaya ultraviolet atau cahaya tampak mengakibatkan transisi elektronik, yaitu promosi elektron-elektron dari orbital keadaan dasar yang berenergi rendah ke orbital keadaan tereksitasi berenergi lebih tinggi. Absorpsi radiasi UV oleh senyawa aromatik yang terdiri dari cincin benzena terpadu bergeser ke panjang gelombang yang lebih panjang dengan bertambah banyaknya cincin itu, karena bertambahnya konjugasi dan membesarnya stabilisasi resonansi dari keadaan eksitasi (Fessenden dan Fessenden, 1982).

2.5.2 Spektrofotometri FTIR

FTIR (*fourier transform infrared*) memiliki banyak keunggulan dibanding spektroskopi inframerah diantaranya yaitu lebih cepat karena pengukuran

dilakukan secara serentak (simultan), serta mekanik optik lebih sederhana dengan sedikit komponen yang bergerak. Jika sinar inframerah dilewatkan melalui sampel senyawa organik, maka terdapat sejumlah frekuensi yang diserap dan ada yang diteruskan atau ditransmisikan tanpa diserap. Serapan cahaya oleh molekul tergantung pada struktur elektronik dari molekul tersebut. Molekul yang menyerap energi tersebut terjadi perubahan energi vibrasi dan perubahan tingkat energi rotasi (Jatmiko dkk., 2008).

Prinsip kerja FTIR adalah mengenali gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut. Pola absorbansi yang diserap oleh tiap-tiap senyawa berbeda-beda, sehingga senyawa-senyawa dapat dibedakan dan dikuantifikasikan (Sankari, 2010). Karakterisasi senyawa basa Schiff dapat dilakukan dengan spektroskopi FTIR. Pada umumnya, basa Schiff memperlihatkan ciri-ciri yang sama dan menunjukkan pita untuk gugus yang khas yang mana ditunjukkan pada senyawa ini sebagai vibrasi uluran C–H dan C=N dalam pita spesifik untuk vibrasi ArC–N (Ibrahim dkk., 2006).



Gambar 2.8 Spektra FTIR senyawa 4-kloro-N-(4-metoksi-3-hidroksibenzilidin)anilina (Pandev dkk., 2015)

Patil dkk. (2012) menggunakan spektroskopi FTIR untuk mengkarakterisasi basa Schiff hasil sintesis dari 2-hidroksi benzaldehid dan *p*-toluidin dengan katalis asam jus lemon. Senyawa basa Schiff yang disintesis menghasilkan serapan yang jelas pada 1642 cm^{-1} (C=N). Sedangkan Chigurupati (2015) mengkarakterisasi basa Schiff dari vanilin dan *p*-metoksi anilin yang menghasilkan pita serapan pada 1658 cm^{-1} (C=N, *stretching*). Kemudian Pandev dkk. (2015) mengkarakterisasi senyawa basa Schiff dari vanillin dan m-kloroanilina dan menghasilkan pita serapan pada 1245 cm^{-1} (C–OH) dan 1680 cm^{-1} (C=N).

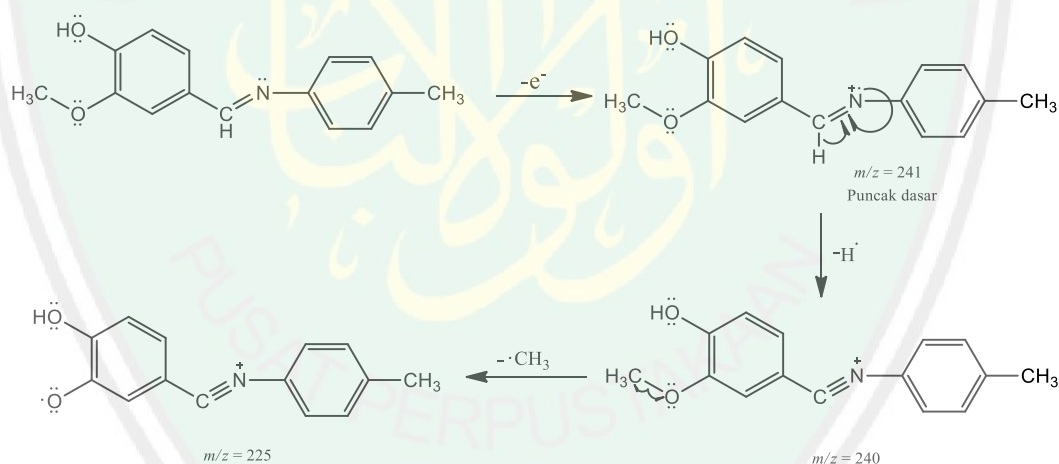
2.5.3 GC-MS

Kromatografi gas merupakan cara atau teknik yang sesuai untuk mengidentifikasi senyawa hasil sintesis basa Schiff, seperti yang dilakukan Zarei dan Jarrahpour (2011). Dalam kromatografi gas, sampel cairan disuntikkan ke dalam ruang injeksi dengan jarum injeksi melalui klep khusus. Sampel akan terbawa melalui kolom. Di dalam kolom, sampel akan dipisahkan satu dengan yang lainnya dan kemudian diteruskan ke detektor berupa signal/isyarat listrik. Selanjutnya akan direkam berupa pulsa-pulsa di rekorder. Puncak-puncak spektrum tersebut akan dilewatkan ke spektrometer massa untuk mengetahui massa molekul relatif (M_r) dan pola fragmentasinya (Lafferty, 1988).

Kromatografi gas merupakan suatu teknik pemisahan senyawa berdasarkan perbandingan distribusi terhadap fasa diam dan fasa gerak. Komponen yang mudah menguap (dan stabil terhadap panas) akan bermigrasi melalui kolom yang berisi fasa diam dengan suatu kecepatan yang tergantung pada rasio distribusinya (Rohman dan Gandjar, 2012).

Spektroskopi massa merupakan metode paling akurat untuk menentukan massa molekular dari senyawa dan komposisi dasarnya. Pada teknik ini, molekul ditembak dengan sinar dari elektron berenergi tinggi. Molekul terionkan dan terputus menjadi banyak fragmen, beberapa fragmen merupakan ion-ion positif. Masing-masing jenis ion memiliki rasio khusus dari massa ke muatan, seperti rasio m/z (nilai) (Garima dan Jyoti, 2013).

Maila (2016) melakukan sintesis senyawa basa Schiff dengan reaktan dari vanilin dan *p*-toluidin. Kemudian hasil produk senyawa basa Schiff yang disintesis dikarakterisasi dengan menggunakan GC-MS dan menghasilkan kemungkinan fragmentasi ion seperti berikut:



Gambar 2.9 Fragmentasi ion basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin (Maila, 2016)

2.6 Manfaat Senyawa Organik dalam Perspektif Islam

Manusia merupakan makhluk ciptaan Allah yang sempurna. Akan tetapi manusia memulai perjalanan hidupnya dengan kekurangan akan pengetahuan. Hal tersebut telah difirmankan oleh Allah SWT dalam Q.S An-Nahl ayat 78:

وَاللَّهُ أَخْرَجَكُمْ مِنْ بُطُونِ أُمَّهَاتِكُمْ لَا تَعْلَمُونَ شَيْئًا وَجَعَلَ لَكُمُ السَّمْعَ وَالْأَبْصَرَ
وَالْأَفْئِدَةَ لَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ

“Dan Allah mengeluarkan kamu dari perut ibumu dalam keadaan tidak mengetahui sesuatupun, dan Dia memberi kamu pendengaran, penglihatan dan hati, agar kamu bersyukur” (Q.S An-Nahl (16) :78).

Tafsir Tafheem (Al Maududi): Ini untuk mengingatkan mereka bahwasanya ketika mereka lahir, mereka dalam keadaan lebih pasrah dan lebih bodoh dari anak hewan, akan tetapi Allah memberi mereka telinga untuk mendengar, mata untuk melihat dan akal untuk berpikir. Hal ini yang membuat mereka mampu untuk mendapatkan segala macam informasi dan pengetahuan untuk melanjutkan urusan keduniaan secara efisien. Semua panca indera ini ditujukan untuk membantu manusia mencapai banyak kemajuan sebagai penguasa di atas bumi.

Allah menciptakan manusia dalam keadaan tidak mengetahui sesuatu apapun. Tetapi Allah menganugrahkan pendengaran, penglihatan dan hati kepada manusia sehingga manusia mampu untuk belajar. Manusia yang ketika lahir tidak mengetahui apapun, seiring berjalannya waktu mulai mempelajari apapun yang ada disekitarnya. Dengan bekal akal pikiran mempelajari semua yang belum diketahui. Proses mempelajari tersebut dilakukan dari generasi ke generasi sehingga pada akhirnya melahirkan ilmu pengetahuan. Pada akhirnya proses tersebut menuntun manusia menyadari akan ciptaan Allah yang sempurna seperti yang diterangkan pada Q.S Ali Imran ayat 191.

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَفُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ
رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

“(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan 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” (Q.S Ali Imran (3): 191).

Tafsir Tafheem (Al Maududi): Dengan bantuan tanda-tanda tersebut seseorang bisa dengan mudah mencapai kebenaran, tidak acuh terhadap Tuhan dan melihat fenomena di alam semesta dengan penuh pertimbangan. Ketika manusia melihat urutan alam semesta secara hati-hati, akan terlihat jelas bagi mereka bahwa hal tersebut merupakan perintah dengan tujuan kearifan dan cerdas.

Pada akhirnya ilmu pengetahuan berkembang menjadi sangat luas. Manusia mempelajari semua apa yang ada di muka bumi maupun di langit. Karena didalam bumi dan langit menyimpan banyak rahasia yang belum diketahui oleh manusia. Berdasarkan surat Ali Imran ayat 191 semua apa yang diciptakan oleh Allah di dunia ini tidak ada yang sia-sia, yang berarti semua hal yang ada di seluruh alam semesta memiliki manfaat.

Semua hal yang telah ditemukan di alam dipelajari sifat-sifatnya yang pada akhirnya diperoleh manfaat secara langsung maupun tidak langsung darinya. Perkembangan tersebut membuat kebudayaan manusia menjadi semakin maju. Sehingga kebutuhan manusia juga semakin berkembang, dan apa yang sudah ada di alam tidak lagi dapat memenuhi kebutuhan yang semakin berkembang tersebut. Untuk mengatasi hal tersebut, manusia yang dibekali akal pikiran oleh Allah melakukan berbagai penelitian dan menciptakan berbagai penemuan. Banyak benda-benda yang baru maupun senyawa-senyawa yang belum pernah ada diciptakan.

Semua senyawa baru yang diciptakan oleh para peneliti di seluruh dunia memiliki kegunaan yang beragam. Baik itu senyawa organik, anorganik maupun biokimia memiliki banyak potensi manfaat bagi manusia. Senyawa-senyawa baru tersebut dapat dimanfaatkan dalam bidang kedokteran, biologi, kimia, farmasi, pertanian, industri maupun bidang yang lainnya. Hal tersebut sesuai dengan firman Allah pada Q.S Sad ayat 27 di bawah:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ذَلِكُمْ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

“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” (Q.S Sad (38): 27).

Tafsir Tafheem (Al Maududi): “Allah tidak menciptakan segala sesuatu di dunia hanya untuk kesenangan tanpa kearifan, tujuan dan keadilan, dan mungkin ada puncak tanpa hasil dari setiap tindakan, baik atau buruk.” Ini merupakan kesimpulan percakapan terdahulu dan pendahuluan untuk tema berikutnya.

Ayat di atas menjelaskan tentang semua yang tercipta pasti memiliki hikmah dan manfaat. Termasuk senyawa organik yang diciptakan oleh para peneliti yang memiliki kegunaan tertentu, baik itu senyawa yang sederhana maupun senyawa kompleks. Kegunaan tersebut merupakan petunjuk dari Allah kepada ciptaan-Nya seperti yang tercatat dalam Q.S Ta Ha ayat 50.

قَالَ رَبُّنَا الَّذِي أَعْطَى كُلَّ شَيْءٍ حَلْفَهُ ثُمَّ هَدَىٰ.

“Musa berkata: ‘Tuhan kami ialah (Tuhan) yang telah memberikan kepada tiap-tiap sesuatu bentuk kejadiannya, kemudian memberinya petunjuk’” (Q.S Ta Ha (20): 50).

Tafsir Tafheem (Al Maududi): Allah sendiri yang menciptakan segala sesuatu dan memberinya struktur, bentuk, kemampuan, sifat, dan lain-lain secara khusus. Misalnya manusia diberikan tangan dan kaki yang memberikan struktur yang paling tepat sesuai dengan fungsinya yang benar. Manusia, hewan, tumbuhan, mineral dan sebagainya, udara, air dan cahaya, semuanya diberikan bentuk khusus yang diperlukan untuk fungsinya masing-masing dalam alam semesta. Kemudian Allah membimbing segala sesuatu untuk berfungsi dengan baik. Dia-lah yang mengajari segala sesuatu jalan untuk memenuhi tujuan benda tersebut diciptakan. Dia yang mengajari telinga untuk mendengar dan mata untuk melihat, ikan cara untuk berenang dan burung cara untuk terbang, tanah untuk menumbuhkan tumbuhan dan pohon untuk berbunga dan berbuah. Singkatnya, Allah bukan hanya Sang Pencipta segala sesuatu tapi juga pemandu dan gurunya.

Berdasarkan ayat tersebut terlihat bahwa apapun yang diciptakan oleh Allah pasti diberikan petunjuk oleh-Nya. Petunjuk di dalam ayat tersebut bisa berarti fungsi, yang artinya setiap benda ataupun makhluk memiliki fungsi khususnya masing-masing. Termasuk senyawa organik yang telah disintesis dari dahulu kala sampai saat ini pasti ada fungsinya. Berdasarkan penelitian-penelitian yang telah dilakukan sampai sekarang, senyawa organik memiliki manfaat di berbagai bidang baik itu senyawanya langsung maupun senyawa turunannya.

Kita bisa melihat bahwa firman Allah pada semua ayat yang disebutkan berkaitan satu sama lain. Allah menciptakan manusia dengan pendengaran, penglihatan dan hati agar manusia mengerti bahwa semua yang tercipta tidaklah sia-sia dan memiliki hikmah. Hal tersebut merupakan tanda kebesaran Allah bagi orang yang berakal. Jika dipikirkan lebih lanjut, itu semua merupakan nikmat dari Allah bagi umat manusia. Karena kita telah merasakan kenikmatan yang telah Allah limpahkan, yang harus kita lakukan adalah mensyukurinya. Selain itu kita juga harus memanfaatkan nikmat-nikmat tersebut demi kemajuan dan kemaslahatan umat manusia, serta tidak mengingkari nikmat-Nya dan berbuat kemaksiatan di muka bumi.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret - Oktober 2017 di Laboratorium Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian antara lain seperangkat alat gelas, termometer 200 °C, mortar dan alu, botol semprot, bola hisap, spatula, kertas saring, neraca analitik, *melting point apparatus* STUART tipe SMPP11, plat KLT GF₂₅₄, indikator universal, lampu UV 254 nm, spektrofotometer FTIR Varian tipe FT 1000, spektrofotometer UV-Vis *Varian carry* dan spektrometer GC-MS QP-2010S/Shimadzu.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah vanilin p.a, *p*-anisidin p.a, NaOH, jeruk nipis komersial, aquades, etanol dan kloroform.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan – tahapan sebagai berikut:

1. Preparasi katalis asam alami dari jeruk nipis.

2. Sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan katalis asam jus jeruk nipis.
3. Monitoring menggunakan plat KLT.
4. Karakterisasi senyawa basa Schiff hasil sintesis menggunakan FTIR, spektrofotometri UV-Vis dan GC-MS.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Katalis Asam dari Jeruk Nipis

Jeruk nipis dibelah menjadi dua bagian, kemudian diperas dengan tangan secara manual untuk mengekstrak jus. Air perasan jeruk kemudian disaring menggunakan kain saring dan dilanjutkan dengan kertas saring untuk menghilangkan material padat dan untuk memperoleh jus yang bersih (Pal, 2013). Kemudian dipipet 2 mL dan dilarutkan dalam aquades sampai volume 10 mL.

3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin

Sebanyak 7,5 mmol (0,9237 gr) senyawa *p*-anisidin dimasukkan ke dalam mortar. Selanjutnya ditambahkan 7,5 mmol (1,1411 gr) vanilin dan katalis asam dari air perasan jeruk nipis dengan variasi volume secara berturut-turut 1 ; 0,5 ; 0,25 dan 0 mL. Campuran selanjutnya digerus pada suhu ruang selama 10 menit. Padatan yang terbentuk kemudian diletakkan diatas kertas saring yang telah ditimbang dan dicuci menggunakan aquades tetes pertetes dan diukur pH filtrat. Pencucian dilakukan hingga pH filtrat sama dengan pH aquades, kemudian padatan dikeringkan dalam desikator (Maila, 2016).

3.4.3 Monitoring dengan plat KLT

Eluen disiapkan dengan mencampur 4,5 mL kloroform dengan 0,5 mL etanol dalam bejana pengembang. Kemudian bejana pengembang ditutup dan eluen dijenuhkan selama 1 jam. Kemudian plat KLT silika GF₂₅₄ dipotong dengan ukuran 7x10 cm, kemudian diberi garis batas 1 cm dari atas dan 1 cm dari bawah. Aktivasi plat KLT silika GF₂₅₄ menggunakan oven pada suhu 105°C selama 30 menit. Selanjutnya, senyawa hasil sintesis dan senyawa reaktan masing-masing dilarutkan dalam kloroform dengan konsentrasi masing-masing ± 50.000 mg/L, kemudian ditotolkan bersebelahan pada plat KLT dengan jarak 1 cm dari tepi bawah plat menggunakan pipa kapiler sebanyak 1 totolan. Lalu totolan dibiarkan mengering dan kemudian plat KLT dimasukkan ke dalam bejana pengembang yang berisikan eluen yang telah dijenuhkan. Dilakukan elusi sampai eluen mencapai batas akhir pada plat KLT. Selanjutnya, plat KLT diangkat dan dikeringkan. Lalu disinari dengan UV pada panjang gelombang 254 nm. Spot yang terbentuk dari masing-masing totolan dari variasi volume ditandai dan dibandingkan dengan hasil KLT reaktan (*starting material*) (Maila, 2016).

3.4.4 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis

3.4.4.1 Pengamatan Sifat Fisik

Padatan hasil sintesis kering yang telah dimurnikan diamati sifat fisiknya meliputi massa, warna, wujud, titik lebur dan kelarutan. Titik lebur senyawa diamati dengan *melting point apparatus*. Padatan dimasukkan dalam pipa kapiler, lalu dimasukkan dalam blok kecil diatas blok termometer pada alat. Penentuan titik lebur dibuat dengan *range* dimana titik bawah terukur sejak sampel pertama kali

melebur dan titik atas terukur ketika sampel melebur sempurna. Perlakuan dilakukan sebanyak tiga kali pada masing-masing produk.

Senyawa hasil sintesis diuji kelarutannya dalam aquades dan larutan NaOH 0,5 M. Senyawa hasil sintesis ditimbang sebanyak 30 mg dan dimasukkan dalam tabung reaksi. Kemudian ditambahkan aquades sebanyak 4 mL dan diamati kelarutannya. Uji kelarutan dalam larutan NaOH 0,5 M dilakukan dengan prosedur yang sama dengan aquades.

3.4.4.2 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Senyawa hasil sintesis dilarutkan dalam etanol dengan konsentrasi 0,5 mM. Kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dianalisis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm dengan spektrofotometer UV-Vis *Varian Carry*. Sehingga diperoleh spektrum dan panjang gelombang maksimumnya.

3.4.4.3 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer yang digunakan untuk identifikasi adalah spektrofotometer FTIR *Varian* tipe FT 1000. Mula-mula dicampurkan senyawa hasil sintesis dengan KBr lalu digerus dalam mortar agate. Selanjutnya dipress dengan alat press hingga membentuk pelet, lalu pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dianalisis spektrum IR senyawa hasil sintesis pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

3.4.4.4 Identifikasi Menggunakan GC-MS

Identifikasi produk terbaik hasil reaksi pembentukan basa Schiff menggunakan instrumen GC-MS QP-2010S/Shimadzu. Pertama dibuat larutan senyawa hasil sintesis dengan konsentrasi ± 70.000 ppm dalam pelarut kloroform. Kemudian senyawa hasil sintesis yang telah dilarutkan dengan kloroform

diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* kedalam tempat GC-MS dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: AGILENT J&W VF-5MS
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: QP2010
Oven	: 100 °C
Temperatur injektor	: 310 °C
Waktu mulai	: 0 menit
Waktu akhir	: 30 menit
Tekanan gas	: 20,8 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,49 mL/menit (konstan)
Start m/z	: 28 m/z
End m/z	: 600 m/z



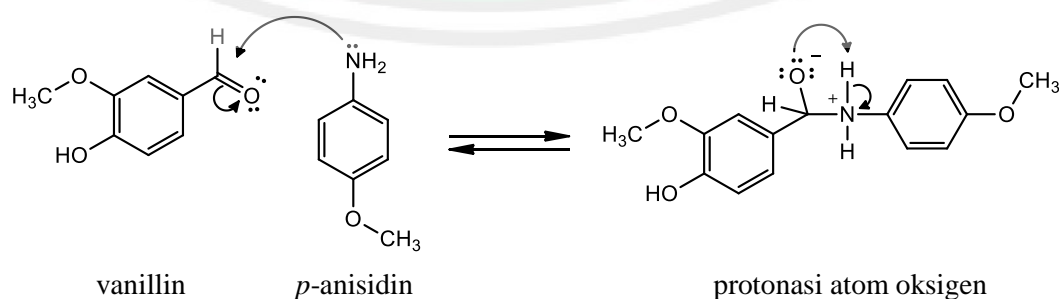
BAB IV

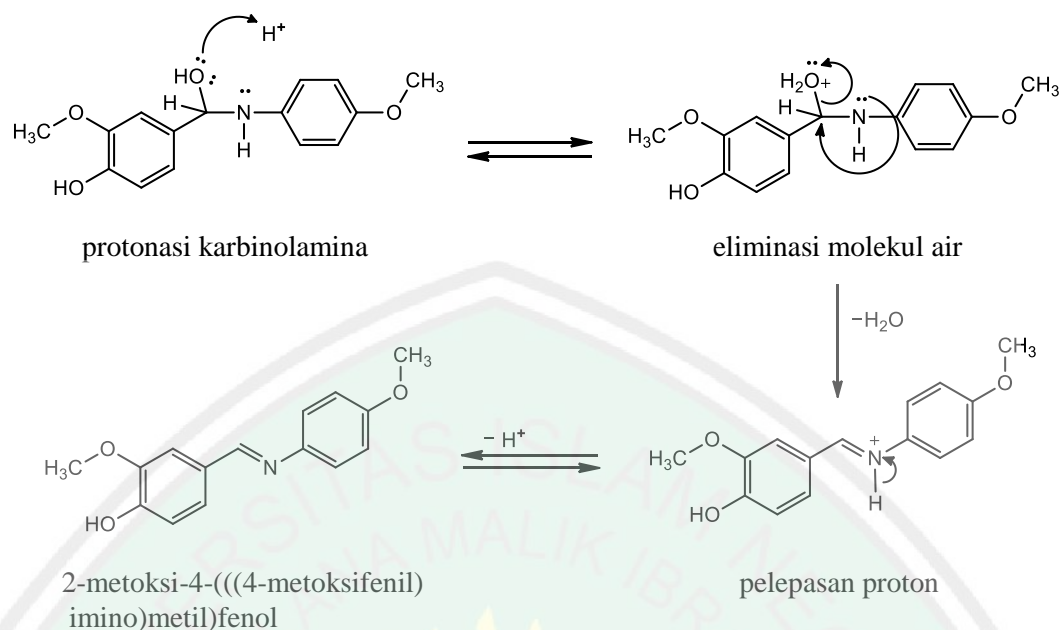
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol Menggunakan Katalis Jus Jeruk Nipis

Basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol disintesis dari vanilin (penyedia gugus aldehida) dan *p*-anisidin (penyedia gugus amina primer). Sintesis dilakukan dengan metode penggerusan pada suhu ruang dengan bantuan katalis jus jeruk nipis yang telah diencerkan hingga 20%. Pada proses penggerusan terjadi proses konversi energi mekanik menjadi energi panas yang menjadi gaya pendorong aktivasi molekul (Sana dkk, 2012). Energi tersebut dibutuhkan agar molekul-molekul reaktan bertumbukan secara efektif dan membentuk produk.

Reaksi antara molekul vanilin dengan molekul *p*-anisidin melibatkan proses serah terima pasangan elektron, dimana vanilin bertindak sebagai penerima pasangan elektron (asam Lewis) dan *p*-anisidin bertindak sebagai pendonor pasangan elektron (basa Lewis). Berikut disajikan mekanisme reaksi yang diasumsikan berlangsung selama proses sintesis:





Gambar 4.1 Kemungkinan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan katalis asam.

Setelah produk terbentuk, dilakukan proses pencucian menggunakan akuades untuk menghilangkan katalis dan reaktan yang tersisa. Kemudian dilakukan pengeringan menggunakan desikator untuk mengikat sisa molekul air pada produk. Berikut disajikan tabel hasil pengamatan sifat fisik dari senyawa produk yang dihasilkan :

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisik senyawa hasil sintesis

Pengamatan	P1	P2	P3	P4
Wujud	Padat	Padat	Padat	Padat
Warna	Abu-abu kehijauan	Abu-abu kehijauan	Abu-abu kehijauan	Abu-abu kehijauan
Massa (gr)	1,7409	1,7656	1,8092	1,8267
Rendemen	90,02%	91,50%	93,76%	94,67%
Titik Lebur (°C)	128,0 – 131,7	127,7 – 130,3	128,7 – 131,3	128,7 – 132,0

Keterangan: P1 = Produk 1 (variasi katalis 0 mL)
 P2 = Produk 2 (variasi katalis 0,25 mL)
 P3 = Produk 3 (variasi katalis 0,50 mL)
 P4 = Produk 4 (variasi katalis 1 mL)

Berdasarkan Tabel 4.1 senyawa produk berwujud padatan dengan warna abu-abu kehijauan. Penghitungan rendemen yang diperoleh menunjukkan persentase rendemen bertambah seiring dengan peningkatan jumlah katalis yang diaplikasikan. Pada proses penggerusan, katalis yang berfasa cair membuat reaktan yang berfasa padat semakin mudah bercampur, sehingga interaksi antara kedua molekul reaktan menjadi lebih maksimal. Jadi diduga air perasan jeruk nipis tidak hanya bertindak sebagai katalis tetapi juga berperan sebagai media pencampur reaktan.

Sedangkan dari hasil uji titik lebur menunjukkan senyawa produk memiliki rentang titik lebur pada 128-131 °C. Hasil tersebut mirip dengan hasil uji titik lebur basa Schiff yang disintesis dari vanillin dan *p*-anisidin yang dilakukan oleh Singh dkk (2008) dengan rentang antara 128,5-133,8 °C dan Schemeyers dkk (1998) pada 132 °C.



(a)

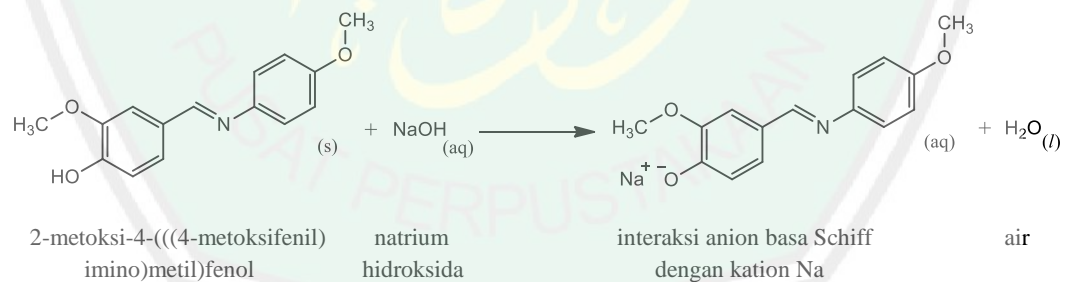


(b)

Gambar 4.2 Hasil uji kelarutan (a) dalam NaOH 0,5 M (b) dalam akuades

Gambar 4.2 menunjukkan hasil uji kelarutan senyawa produk. Pada larutan NaOH 0,5 M menghasilkan warna kuning tua dengan sedikit endapan tersisa. Sedangkan pada larutan akuades menghasilkan warna kuning yang samar-samar dengan banyak senyawa produk mengapung di permukaan. Berdasarkan perbedaan warna dan endapan dapat disimpulkan jika senyawa produk lebih larut dalam NaOH 0,5 M.

Kelarutan senyawa produk dalam larutan NaOH berkaitan dengan reaksi asam basa antara molekul produk dengan NaOH. Pada senyawa produk yang diuji diduga terdapat gugus fenolat dalam strukturnya yang berkarakter asam (mampu melepas ion hidrogen). Proses pelepasan ion hidrogen dari gugus fenolat akan lebih mudah dengan adanya ion OH^- yang berasal dari NaOH. Anion basa Schiff (hasil pelepasan ion hidrogen) yang terbentuk lebih mudah terlarut dalam air karena interaksi elektrostatis. Reaksi asam basa yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.3:

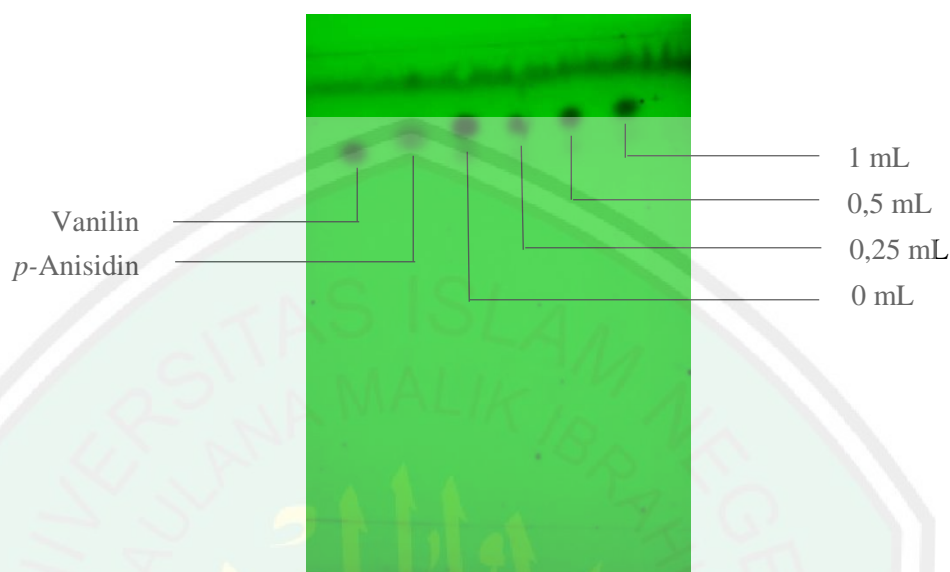


Gambar 4.3 Proses terlarutnya senyawa produk dalam NaOH

4.2 Identifikasi Produk Sintesis Dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Identifikasi dengan plat KLT dimaksudkan untuk mengetahui terbentuknya produk hasil dari sintesis. Keberhasilan terbentuknya produk ditandai dengan

adanya noda senyawa produk hasil sintesis yang memiliki nilai Rf yang berbeda dengan noda dari reaktan vanillin dan *p*-anisidin yang digunakan sebagai kontrol.



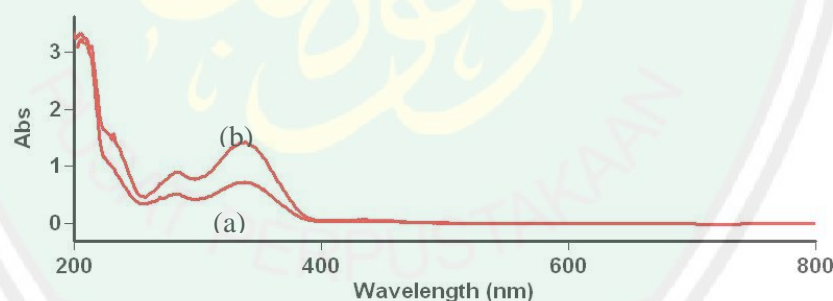
Gambar 4.4 Hasil KLT penyinaran UV pada 254 nm

Hasil penyinaran plat KLT dengan sinar ultra ungu pada panjang gelombang 254 nm menyebabkan plat KLT berwarna hijau (fluorosensi senyawa yang diimbangkan pada plat KLT yang menyerap radiasi ultra ungu). Sedangkan noda sampel nampak seperti noda hitam dari fluoresensi (Mulja dan Suharman, 1995). Gambar 4.4 di atas menunjukkan senyawa produk memiliki noda dengan nilai Rf yang berbeda dibandingkan dengan Rf noda dari vanilin dan *p*-anisidin yang digunakan sebagai kontrol. Senyawa vanilin memiliki Rf sebesar 0,74 dan senyawa *p*-anisidin memiliki Rf sebesar 0,76. Sedangkan nilai Rf dari senyawa produk dengan variasi katalis asam 0 ; 0,25 ; 0,50 dan 1 mL memiliki nilai antara 0,79-0,81. Hasil tersebut hampir sama dengan hasil KLT senyawa 2-metoksi-4-(4-metoksifenil)imino)metil)fenol yang dilakukan oleh Adawiyah (2017) dengan nilai

Rf 0,84. Berdasarkan data KLT yang diperoleh, diduga senyawa basa Schiff telah berhasil terbentuk.

4.3 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum dari senyawa produk. Terbentuknya senyawa produk diketahui jika panjang gelombang maksimum dari senyawa produk berbeda dengan panjang gelombang maksimum dari reaktan vanillin dan *p*-anisidin. Analisis dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm yang merupakan spektrum sinar ultraungu dan sinar tampak. Spektra yang dihasilkan sebagai berikut:



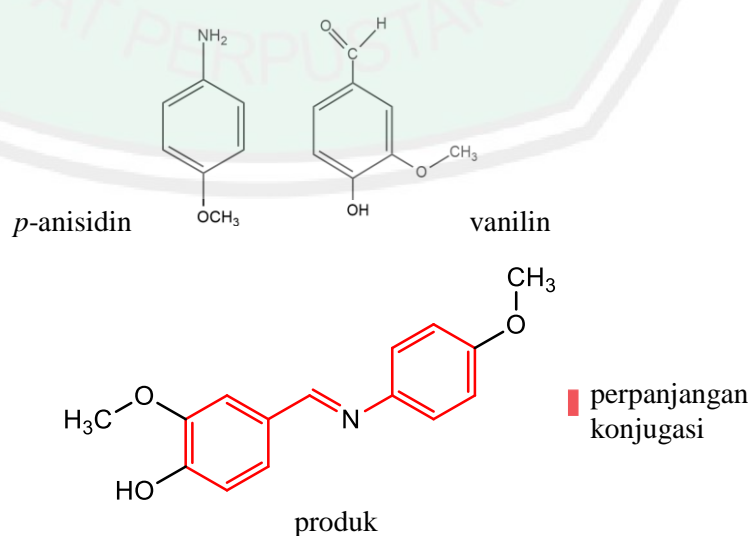
Gambar 4.5 Hasil spektra UV-Vis

Gambar 4.5 menyajikan hasil spektra UV-Vis dari keempat variasi senyawa produk hasil sintesis. Puncak (a) merupakan hasil tumpang tindih 3 spektra (variasi katalis 0; 0,25 dan 0,50) yang memiliki nilai absorbansi dan panjang gelombang yang sangat mirip. Sedangkan puncak (b) merupakan spektra dari produk variasi

katalis 1 mL. Perbedaan nilai absorbansi antara puncak (a) dan puncak (b) diduga akibat perbedaan konsentrasi larutan saat dianalisis.

Spektra tersebut dihasilkan karena senyawa produk menyerap radiasi elektromagnetik. Energi yang diserap menyebabkan elektron pada molekul senyawa produk mengalami eksitasi dari tingkat energi dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Berdasarkan spektra yang dihasilkan diperoleh panjang gelombang maksimum untuk variasi katalis 0; 0,25; 0,50 dan 1 mL secara berturut-turut yaitu 336 nm, 335 nm, 338 nm dan 338 nm untuk transisi $n \rightarrow \pi^*$. Selain itu senyawa produk juga mengalami transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ yang menghasilkan panjang gelombang maksimum pada 283 nm untuk semua variasi.

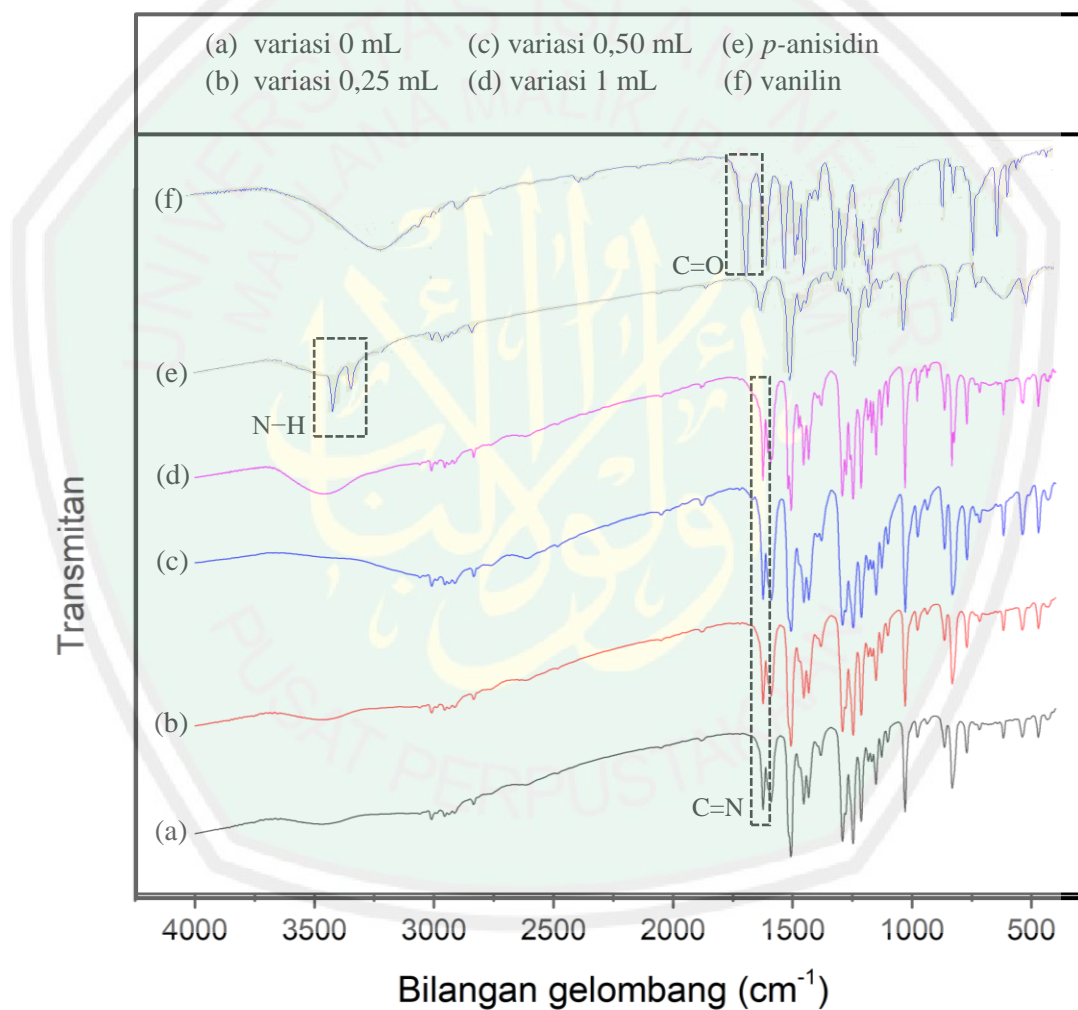
Panjang gelombang maksimum yang diperoleh berbeda dengan panjang gelombang maksimum dari reaktan vanilin pada 279 nm (transisi $\pi \rightarrow \pi^*$) dan 309 nm (transisi $n \rightarrow \pi^*$) (Weast, 1979) serta panjang gelombang maksimum *p*-anisidin pada 300 nm (transisi $\pi \rightarrow \pi^*$) (Lide dan Milne, 1994). Perbedaan tersebut kemungkinan diakibatkan adanya perpanjangan konjugasi pada senyawa produk yang terbentuk.



Gambar 4.6 Perpanjangan konjugasi pada produk

4.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan FTIR

FTIR merupakan suatu analisa yang bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada suatu senyawa. Pembacaan spektra inframerah dilakukan pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Kemudian hasil puncak-puncak yang muncul pada spektra dibandingkan dengan literatur yang sudah ada.



Gambar 4.7 Hasil spektra FTIR senyawa produk

Hasil spektra FTIR dari senyawa produk ditampilkan pada Gambar 4.7. Gambar tersebut menunjukkan keempat variasi senyawa produk memiliki spektra

inframerah yang sangat mirip. Puncak-puncak yang muncul untuk setiap variasi dihasilkan pada bilangan gelombang yang hampir sama dengan intensitas sedikit berbeda. Tabel 4.2 menyajikan gugus fungsi yang terbaca berdasarkan bilangan gelombangnya terhadap keempat variasi senyawa produk.

Tabel 4.2 Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
	P1	P2	P3	P4
-C=N-	1623	1623	1623	1623
C-O-C	1291	1290	1290	1291
-OH	3466	3462	3460	3459
C _{sp3} -H	2951	2951	2949	2950
C _{sp2} -H	3009	3009	3009	3010
C-O	1212	1212	1211	1213
C=C	1589	1589	1589	1592
-CH ₃	1453	1452	1452	1453

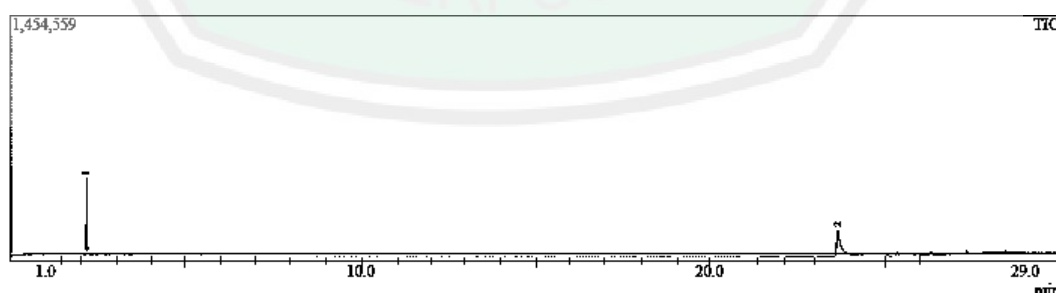
Keterangan: P1 = Produk 1 (variasi katalis 0 mL)
 P2 = Produk 2 (variasi katalis 0,25 mL)
 P3 = Produk 3 (variasi katalis 0,50 mL)
 P4 = Produk 4 (variasi katalis 1 mL)

Tabel 4.2 menunjukkan serapan khas gugus C=N (imina/basa Schiff) senyawa produk yang terbaca pada bilangan gelombang 1623 cm⁻¹. Hasil serapan gugus imina tersebut mirip dengan serapan senyawa basa Schiff yang sama yang dilakukan oleh Yasser dkk (2010) yang muncul pada bilangan gelombang 1621 cm⁻¹. Selain itu, spektra senyawa produk tidak memperlihatkan adanya serapan khas vibrasi ulur gugus C=O aldehida dari vanilin pada bilangan gelombang sekitar 1700 cm⁻¹ dan serapan khas vibrasi ulur N-H dari *p*-anisidin pada 3400 cm⁻¹ dan 3500 cm⁻¹. Munculnya serapan gugus C=N dan tidak terlihatnya serapan C=O dan N-H memperkuat dugaan senyawa produk merupakan senyawa target 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.

Tabel 4.2 juga memperlihatkan serapan vibrasi ulur gugus $-OH$ dari senyawa produk yang terbaca pada bilangan gelombang antara $3468 - 3459 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu juga muncul serapan vibrasi ulur gugus $C-O-C$ (eter) pada bilangan gelombang antara $1290-1291 \text{ cm}^{-1}$ dan gugus $-CH_3$ pada bilangan gelombang $1452-1453 \text{ cm}^{-1}$.

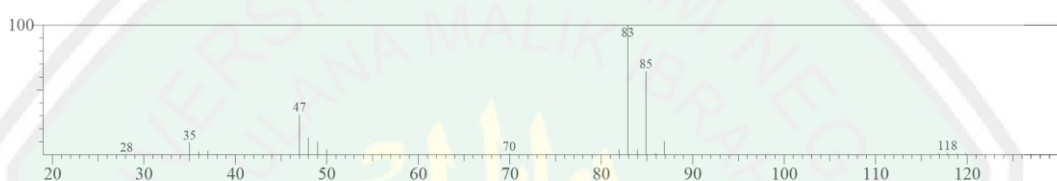
4.5 Karakterisasi Senyawa Produk Dengan GC-MS

Analisis dengan menggunakan GC-MS dilakukan untuk memperkuat bukti jika senyawa target yang disintesis telah terbentuk. Analisis ini merupakan metode yang dapat digunakan untuk mengetahui jumlah senyawa yang terdapat dalam sampel berdasarkan pada kromatogram yang dihasilkan. Sedangkan spektroskopi massa digunakan untuk melihat struktur senyawa yang berhasil dipisahkan berdasarkan puncak-puncak m/z yang dihasilkan. Karakterisasi dilakukan pada senyawa produk yang memiliki hasil rendemen tertinggi, yakni senyawa produk hasil sintesis dengan katalis jus jeruk nipis 1 mL . Kromatogram yang dihasilkan tersaji pada Gambar 4.8 berikut:



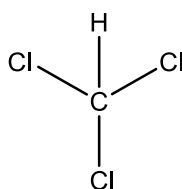
Gambar 4.8 Kromatogram senyawa produk variasi katalis 1 mL

Gambar 4.8 di atas menunjukkan kromatogram hasil pemisahan melalui kromatografi gas dari senyawa produk variasi katalis 1 mL. Kromatogram tersebut memperlihatkan adanya 2 puncak yang menunjukkan adanya 2 senyawa yang terpisah dari sampel yang dianalisis. Puncak pertama memiliki waktu retensi 2,178 menit dan puncak kedua memiliki waktu retensi 23,641 menit. Puncak pertama menunjukkan hasil spektra massa sebagai berikut:

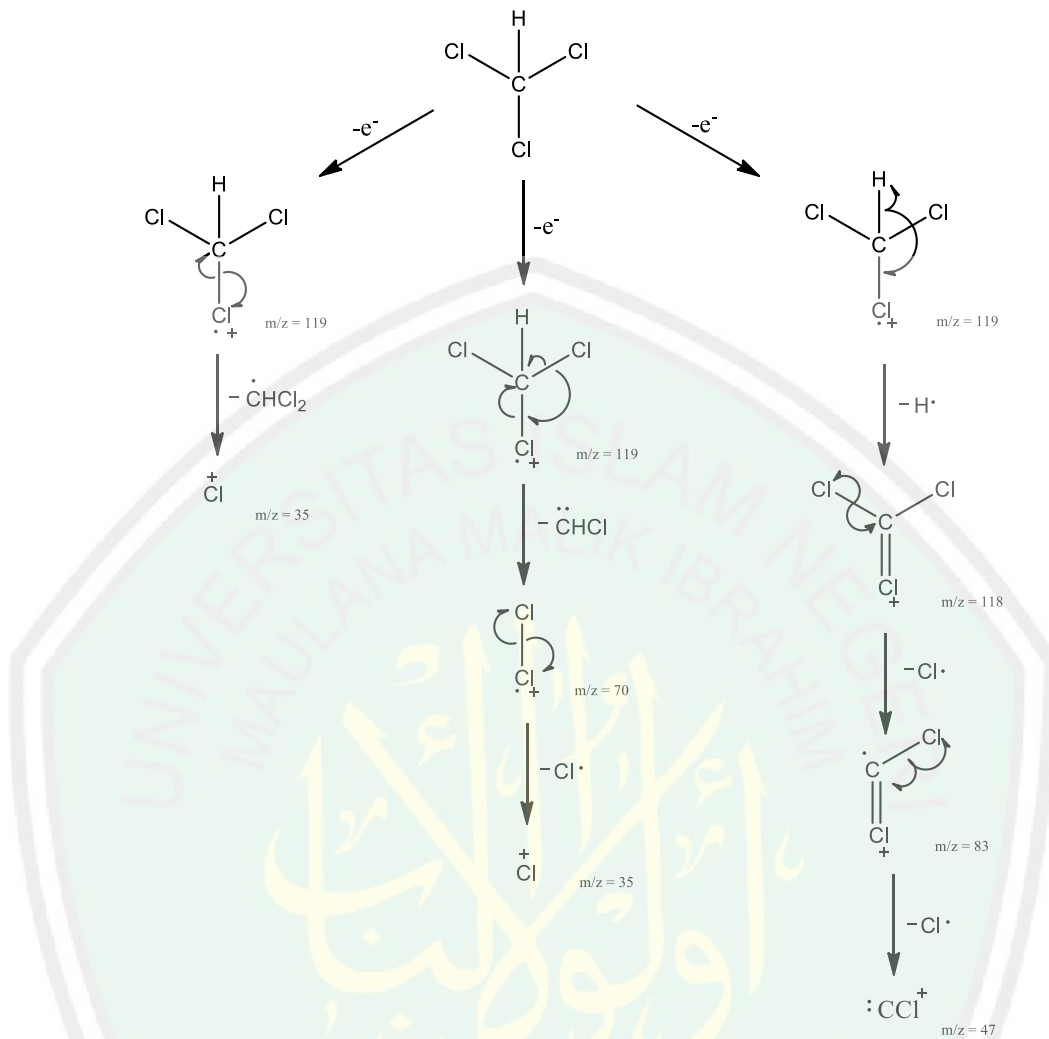


Gambar 4.9 Spektra massa puncak 1

Spektra massa pada Gambar 4.9 di atas memiliki *base peak* pada nilai m/z 83. Kemudian terdapat puncak yang sangat kecil pada nilai m/z 119 yang merupakan ion molekular (M^+). Nilai tersebut sesuai dengan massa molekul relative dari kloroform sebesar 119,38 g/mol. Berdasarkan hasil analisa struktur melalui fragmentasi ion, diduga kuat senyawa pada puncak 1 merupakan kloroform. Kloroform merupakan pelarut yang digunakan untuk melarutkan senyawa basa Schiff yang dianalisis.

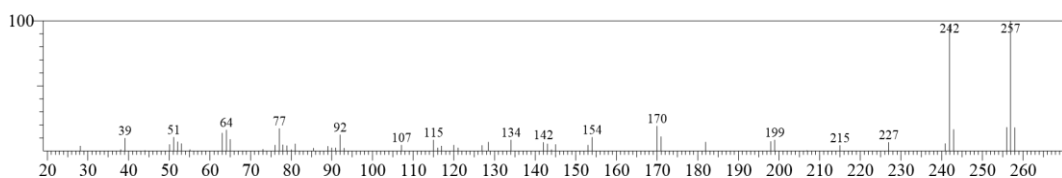


Gambar 4.10 Struktur kloroform



Gambar 4.11 Pola fragmentasi kloroform

Kemudian puncak kedua yang muncul pada kromatogram menghasilkan spektra massa sebagai berikut:

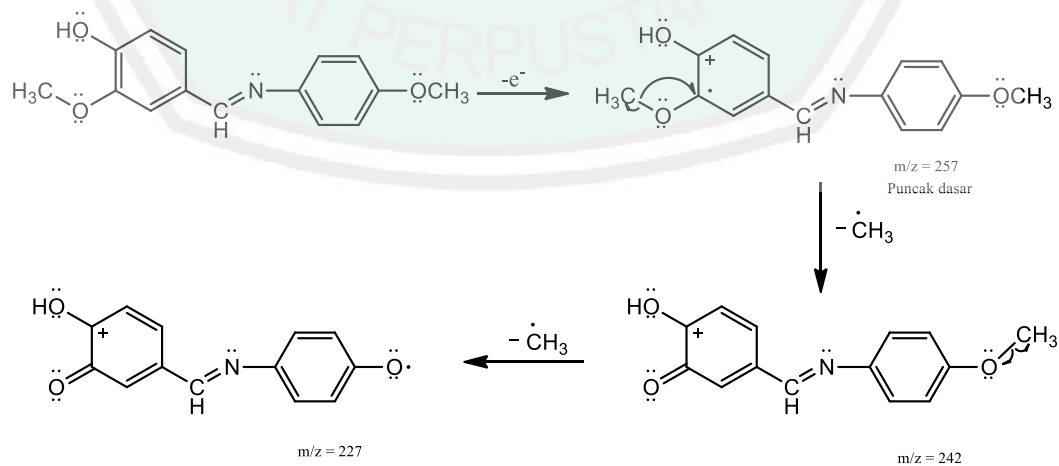


Gambar 4.12 Spektra massa puncak 2

Pada spektra massa tersebut terlihat *base peak* pada nilai m/z 257 yang merupakan puncak dengan kelimpahan relatif terbesar (100 %). Nilai tersebut sama dengan berat molekul senyawa target basa Schiff 2-metoksi-4-[[4-metoksifenil)imino]metil]fenol yaitu sebesar 257 g/mol. Terlihat juga puncak dengan nilai m/z 258 yang kemungkinan besar merupakan isotop ^{15}N dari senyawa yang ditargetkan.

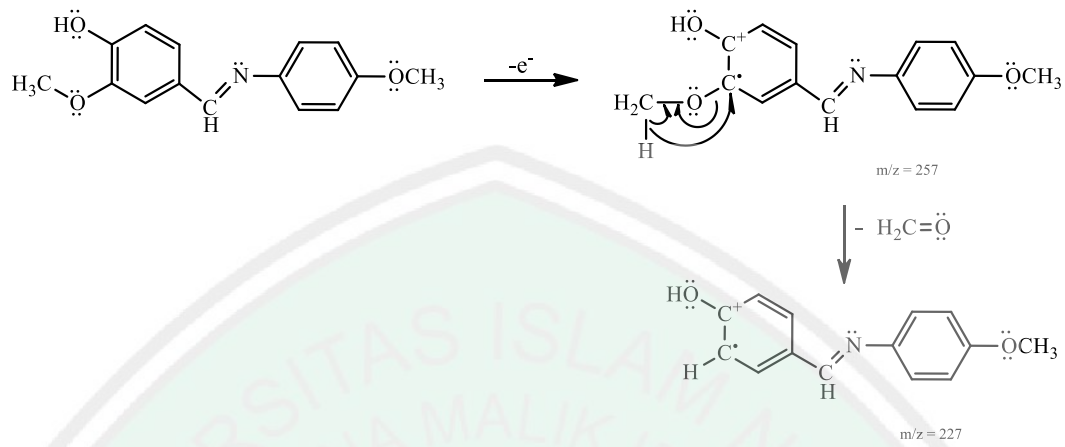
Gambar 4.12 menunjukkan adanya 2 puncak dengan nilai kelimpahan relatif yang tinggi pada nilai m/z 242 dan m/z 257. Puncak dengan kelimpahan relatif yang tinggi menunjukkan fragmen dengan nilai m/z tersebut lebih stabil dibandingkan dengan fragmen lainnya. Puncak dengan nilai m/z 257 merupakan ion molekular (M^+) dengan kelimpahan relatif tertinggi (100%). Sedangkan puncak yang lain merupakan fragmen yang terbentuk dari pemecahan ion molekular.

Struktur dari senyawa target pada puncak 2 dapat dianalisis berdasarkan pola fragmentasi dari puncak-puncak yang muncul. Berikut pola fragmentasi yang diperkirakan terjadi:



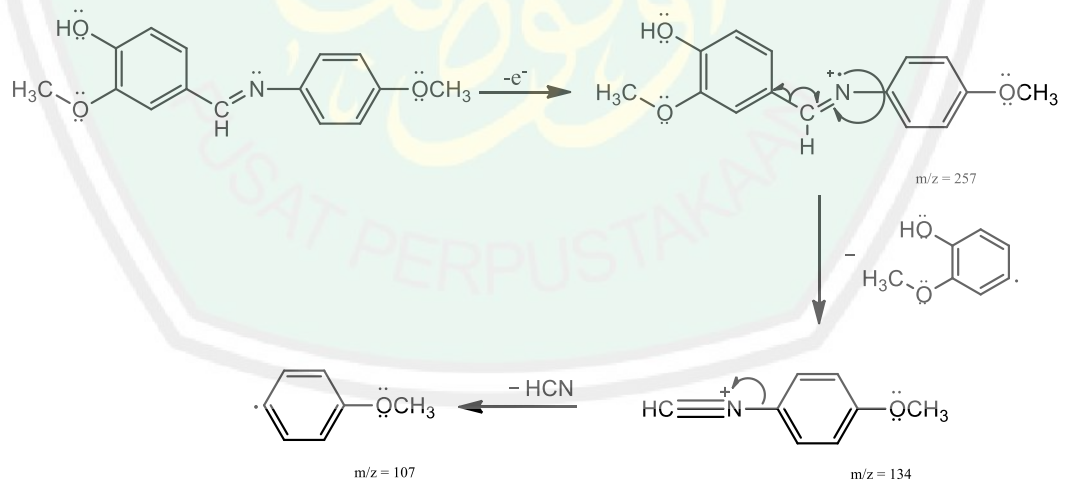
Gambar 4.13 Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenil)imino)metil]fenol

Pola fragmentasi lain:



Gambar 4.14 Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)methyl)fenol

Pola fragmentasi lain:



Gambar 4.15 Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)methyl)fenol

Berdasarkan hasil KLT menunjukkan adanya senyawa baru yang terbentuk. Hasil UV-Vis memperlihatkan jika senyawa baru tersebut memiliki panjang gelombang yang berbeda dari reaktan yang digunakan. Berdasarkan data FTIR senyawa tersebut memiliki serapan khas gugus C=N (imina) pada bilangan gelombang 1623 cm^{-1} . Selain itu juga terbaca serapan gugus -OH pada $3468 - 3459\text{ cm}^{-1}$ dan gugus C-O-C (eter) pada $1290-1291\text{ cm}^{-1}$. Dari data tersebut diduga senyawa baru yang terbentuk merupakan 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. Asumsi tersebut diperkuat dengan elusidasi struktur berdasarkan fragmetasi ion hasil pemisahan GC-MS.

4.6 Tinjauan Sintesis Basa Schiff Berdasarkan Pandangan Islam

Basa Schiff merupakan senyawa yang dapat disintesis dari aldehyd/keton dengan amina primer. Pada penelitian ini berhasil disintesis basa Schiff dari vanillin dan *p*-anisidin. Sintesis yang dilakukan tidak mungkin bisa berhasil jika tanpa ridha dari Allah. Semua makhluk hidup dan benda mati yang ada di bumi maupun di langit semua tercipta atas kehendak dari Allah. Semua penciptaan di dunia terjadi atas izin dari Allah, termasuk terbentuknya senyawa basa Schiff. Basa Schiff tidak akan terbentuk dari reaksi antara amina primer dengan aldehyda atau keton jika Allah tidak menghendakinya untuk terbentuk. Berhasilnya sintesis yang telah dilakukan dalam penelitian ini merupakan buah kerja keras dari peneliti dan juga pasti karena kehendak Allah. Karena Allah-lah Yang Maha Menciptakan segala sesuatu di dunia ini maupun di alam yang lain, dan semuanya tercipta berdasarkan suatu ukuran tertentu seperti yang dijelaskan dalam Q.S Al Qamar ayat 49 dan Q.S Al Furqon ayat 2.

إِنَّا كُلُّ شَيْءٍ خَلَقْنَاهُ بِقَدَرٍ

“*Sesungguhnya Kami menciptakan segala sesuatu menurut ukuran*” (Q.S Al Qamar (54): 49).

Tafsir Tafheem (Al Maududi): Tidak ada sesuatu di dunia ini yang diciptakan secara acak, semuanya memiliki tujuan dan takdir. Sesuatu terjadi pada waktu yang telah ditetapkan, menerima suatu bentuk dan kondisi khusus, berkembang dengan maksimal, bertahan dalam masa tertentu, dan membusuk dan mati pada waktu yang ditentukan. Bahkan berdasarkan prinsip umum ini di dunia juga memiliki takdir sesuai dengan fungsinya sampai waktu yang ditentukan dan berakhir pada waktu yang ditentukan. Semuanya tidak akan berakhir lebih cepat dari waktu yang ditentukan dan bertahan lebih lama dari waktu yang telah ditetapkan, semuanya tidak ada yang kekal.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُن لَّهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلُّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا

“*yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya*” (Q.S Al Furqon (25): 2).

Tafsir Tafheem (Al Maududi): Allah tidak hanya menciptakan segala sesuatu di alam semesta tapi juga menentukan bentuk, ukuran, kemampuan, sifat, masa kehidupan, dan segala sesuatu berkaitan dengannya. Kemudian Dia menciptakan maksud dan perlengkapan untuk membuatnya berfungsi dengan baik di lingkungannya.

Berdasarkan kedua ayat tersebut bisa dipahami bahwa segala sesuatu yang tercipta sesuai dengan ukuran yang telah ditetapkan oleh Allah. Ukuran tersebutlah yang membuat segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah menjadi sempurna. Semua makhluk hidup maupun benda mati disusun dari senyawa-senyawa tertentu dengan takaran atau ukuran yang telah ditetapkan. Senyawa-senyawa tersebut tersusun dari atom-atom tertentu yang ukurannya juga telah ditetapkan. Atom-atom

itu pun juga tersusun dari elektron, proton dan neutron yang telah ditetapkan ukurannya. Semua bentuk kehidupan maupun benda mati telah ditetapkan ukuran komponennya dari hal yang paling kecil. Hal tersebut merupakan suatu bentuk kebesaran Allah yang tidak mungkin bisa disamai oleh makhluk ciptaanya.

Sulit dipungkiri dalam ilmu kimia kita mempelajari ukuran-ukuran yang telah ditetapkan oleh Allah. Kita mempelajari ukuran besar atom yang berbeda-beda, jumlah elektron dan proton yang berbeda pula. Ukuran panjang ikatan kita pelajari, ukuran jumlah energi yang diserap maupun yang dilepaskan dalam reaksi juga. Semua penelitian dilakukakn dengan tujuan untuk menerapkan ukuran yang telah ditetapkan maupun mencari ukuran yang telah ditetapkan yang belum diketahui. Baik itu ukuran mol reaktan, suhu reaksi, jumlah katalis maupun lama waktu reaksi berlangsung.

Sama halnya dalam sintesis basa Schiff, ukurannya telah ditetapkan oleh Allah dengan serapi-rapinya. Baik itu ukuran dalam arti perbandingan mol reaktan yang harus digunakan, jumlah katalis yang optimum, lama waktu reaksi dan energi yang dibutuhkan agar terbentuk senyawa basa Schiff. Jika tidak sesuai dengan ukuran, maka tidak akan terbentuk produk atau hasilnya kurang optimal.

Hal yang sama juga terjadi pada penggunaan katalis asam dari jus jeruk nipis dalam sintesis basa Schiff. Jika jumlah (ukuran) H^+ yang digunakan dalam mengkatalis 7,5 mmol vanillin dan 7,5 mmol *p*-anisidin pada reaksi tidak optimum, maka hasilnya tidak akan maksimal. Penelitian ini bertujuan untuk mencari jumlah (ukuran) katalis asam dari jus jeruk nipis yang optimum dalam sintesis basa Schiff dari vanillin dan *p*-anisidin.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dengan variasi jumlah katalis jus jeruk jipis 0; 0,25; 0,50 dan 1 mL, didapatkan jumlah rendemen terbanyak dengan katalis 1 mL. Jadi bisa diasumsikan jika jumlah katalis jus jeruk nipis yang optimum untuk sintesis basa Schiff dari vanillin dan *p*-anisidin adalah 1 mL. Data yang diperoleh tersebut dan keberhasilan penelitian ini merupakan suatu nikmat dari Allah, sehingga peneliti merasa harus bersyukur atas nikmat tersebut dan nikmat-nikmat yang lain yang telah dianugerahkan. Allah telah berfirman tentang keutamaan mensyukuri nikmat dalam Q.S Ibrahim ayat 7.

وَإِذْ تَأَذَّنَ رَبُّكُمْ لَئِن شَكَرْتُمْ لَأَزِيدَنَّكُمْ ۖ وَلَئِن كَفَرْتُمْ إِنَّ عَذَابِي لَشَدِيدٌ

“Dan (ingatlah juga), tatkala Tuhanmu memaklumkan; "Sesungguhnya jika kamu bersyukur, pasti Kami akan menambah (nikmat) kepadamu, dan jika kamu mengingkari (nikmat-Ku), maka sesungguhnya azab-Ku sangat pedih" (Q.S Ibrahim (14): 7).

Tafsir Al Jalalayn: (Dan ingatlah pula ketika mempermaklumkan) memberitahukan (Rabb kalian sesungguhnya jika kalian bersyukur) akan nikmat-Ku dengan menjalankan ketauhidan dan ketaatan (pasti Kami akan menambah nikmat kepada kalian dan jika kalian mengingkari nikmat-Ku) apabila kalian ingkar terhadap nikmat-Ku itu dengan berlaku kekafiran dan kedurhakaan niscaya Aku akan menurunkan azab kepada kalian. Pengertian ini diungkapkan oleh firman selanjutnya: ("Sesungguhnya azab-Ku sangat keras").

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol memiliki sifat fisik berupa padatan berwarna abu-abu kehijauan, titik lebur antara 128-131 °C, larut sebagian dalam NaOH 0,5 M dan sedikit larut dalam air. Karakterisasi senyawa produk dengan spektrofotometer UV-Vis menghasilkan panjang gelombang maksimum pada 335-338 nm. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR menghasilkan puncak khas gugus imina ($-C=N-$) pada bilangan gelombang 1623 cm^{-1} . Sedangkan karakterisasi menggunakan GC-MS memunculkan ion molekuler pada m/z 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target. Hasil sintesis dengan variasi jumlah katalis asam jus jeruk nipis 20% 0 ; 0,25 ; 0,5 dan 1 mL menghasilkan rendemen berturut-turut 90,02 %, 91,50 %, 93,76 % dan 94,67 %.

5.2 Saran

1. Masih diperlukannya penelitian terhadap proses pengeringan senyawa hasil sintesis yang lebih cepat dan efisien.
2. Masih diperlukan karakterisasi dengan H-NMR dan C-NMR untuk menguatkan bukti dugaan terbentuknya senyawa 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.
3. Masih dibutuhkan penelitian terkait lama waktu menjenuhkan eluen KLT yang optimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Abirami, M. dan V. Nadaraj. 2014. Synthesis of Schiff Base under Solvent-free Condition: As a Green Approach. *International Journal of ChemTech Research*. Vol. 6, No. 4, pp 2534-2538
- Aneela, W., Syed S.H., Iffat M., Talat M., Sikandar K.S. dan Sandaleen K. 2014. Synthesis of Schiff Bases From Natural Products and Their Remarkable Antimicrobial and Antioxidant Activity. (2014), *Fuuast J. Biol.*, 4(1): 27-32
- Anjali J., S. Yashmeen dan D.N. Kumar. 2013. An Innovative Green Synthesis of Some Schiff Bases and Their Antimicrobial Activity. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, 4(4): (P) 197-204
- Ashraf, M.A., Mahmood, K., Wajid, A. 2011. Synthesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases. *International Conference on Chemistry and Chemical Process, IPCBEE*. Vol. 10
- Bunta, S.M., Weni J.A.M., dan Lukman, A.L.R. 2013. *Pengaruh Penambahan Variasi Konsentrasi Asam Sitrat Terhadap Kualitas Sintesis Sabun Transparan*. Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Negeri Gorontalo
- Donald Cairns. 2009. *Intisari Kimia Farmasi Edisi Kedua*. Jakarta: EGC
- Elemike, E.E., Dare, E.O., Samuel, I.D. dan Onwuka, J.C. 2016. 2-Imino-(3,4-dimethoxybenzyl) Ethanesulfonic Acid Schiff Base Anchored Silver Nanocomplex Mediated by sugarcane Juice and Their Antibacterial Activities. *Journal of Applied Research and Technology*, 14: 38-46
- Ermawati, D. 2008. Pengaruh Penggunaan Ekstrak Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia swingle*) Terhadap Residu Nitrit Daging Curing Selama Proses Curing. *Skripsi*, Fakultas Pertanian Universitas Sebelas Maret Surakarta
- Exteberria, E., Gonzales, P., Luttge U., Ratajczak, R. 2003. Malate and Malate-Channel Antibodies Inhibit Electrogenic and ATP-dependent Citrate Transport across The Tonoplast of Citrus Juice Cells. *Journal Plant Physiology*, 160: 1313-1317
- Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*, Jakarta: Erlangga
- Garima Y. dan Jyoti V. Mani. 2013. Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Research (IJSR)* ISSN (Online): 2319-7064

- Jatmiko E.S., dan K. Sofjan F. 2008. Rancang Bangun Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk Penentuan Kualitas Susu Sapi. *Berkala Fisika*, Vol 11 , No.1, Januari 2008 hal. 23-28
- Kumar, R., Sherma, P.K., dan Meshra, P.S. 2012. A Review on the Vanillin Derivates Showing Various Biological Activities. *International Journal of Pharm Tech Research*, Vol. 4, No. 1, page 266-279
- Lafferty, F.W. 1988. *Interpretasi Spektra Massa*, Edisi Ketiga, a.b. Hardjono Sastrohamidjojo, Fakultas MIPA, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta
- Lewis, R.J. Sr. (ed). 2004. *Sax's Dangerous Properties of Industrial Materials. 11th Edition*. Wiley-Interscience, Wiley & Sons, Inc. Hoboken, NJ., p. 3661
- Lewis, R.J. Sr. 2007. *Hawley's Condensed Chemical Dictionary 15th Edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc. NY, p. 84
- Lide, D.R. 2007. *CRC Handbook of Chemistry and Physics 88TH Edition 2007-2008*. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis, FL, p. 3-328
- Lide, D.R. dan G.W.A. Milne. 1994. *Handbook of Data on Organic Compounds Volume I*. Boca Raton: CRC Press Inc., p. V1: 527
- M.N. Ibrahim, K.J. Hamad dan S.H. Al-Joroshi. 2006. Synthesis and Characterization of Some Schiff Bases. *Asian Journal of Chemistry*, 2006, 18(3): 2404-2406.
- Mohamed N. Ibrahim dan Salah E.A. Sharif. 2007. Synthesis, Characterization and Use of Schiff Bases as Fluorometric Analytical Reagents. *E-Journal of Chemistry*, Vol. 4, no. 4, pp. 531-535
- Mitchell S, Waring R. 2000. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry 7th ed. (2008)*. NY, NY: John Wiley & Sons; Aminophenols. Online Posting Date: September 15
- Muhammad Mulja dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Airlangga University Press
- Murhekar, M.M. dan R.E. Khadsan. 2011. Synthesis of Schiff Bases by Organic Free Solvent Method. *J. Chem. Pharm. Res.*, 2011, 3(6):846-849
- Naqvi, A., Shahnawaaz, M., Aritkala V.R., Seth, D.S. dan N.K. Sharma. 2009. Synthesis of Schiff Bases via Environmentally Benign and Energy-Efficient Greener Methodologies. *E-Journal of Chemistry*. 6(S1), S75-S78
- Nick H. Proctor, James P. Hughes, Gloria J. Hathaway. 2004. *Proctor and Hughes' Chemical Hazard of The Workplace*. New York: John Wiley and Sons

- NIOSH. 2005. *NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards & Other Databases CD-ROM. Department of Health & Human Services. Centers for Disease Prevention & Control. National Institute for Occupational Safety & Health. DHHS (NIOSH) Publication No. 2005-151*
- O'Neil, M.J. 2013. *The Merck Index - An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals. Cambridge. UK: Royal Society of Chemistry, p. 1843*
- Patil, S., Jadhav, M.B. dan Deshmukh. 2011. Natural Acid Catalyzed Multi-Component Reactions as a Green Approach. *Arch. Appl. Sci. Res.* 3(1): 203-208.
- Pohanish, R.P. 2008. *Sittig's Handbook of Toxic and Hazardous Chemical Carcinogens 5th Edition Volume 1: A-H, Volume 2: I-Z. William Andrew, Norwich, p. 218*
- Pradyot Patnaik. 2007. *A Comprehensive Guide to the Hazardous Properties of Chemical Substances. New Jersey: John Wiley & Sons*
- R. Baskara K.A., Basito dan H.T. Handayani. 2010. Kinetika Penurunan Kadar Vanilin Selama Penyimpanan Polong Panili Kering Pada Berbagai Kemasan Plastik. *AGROINTEK*, Vol. 4, No. 2
- Rahim U.S., Nida S.S. dan Dipak T.T. 2013. Eco-Friendly Synthesis of Schiff Bases. Original Article, *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science Research*.
- Rammohan P., Shampa K. dan Taradas S. 2013.. First Application of Fruit Juice of *Citrus limon* for Facile and Green Synthesis of Bis- and Tris (Indolyl) Methanes in Water. *Chemistry Journal (2013)*, Vol. 03, Issue 01, pp. 7-12
- Rohman, A. dan Gandjar, I.G. 2012. *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi. Yogyakarta : Pustaka Pelajar*
- S. Patil, S.D. Jadhav dan U.P. Patil. 2012. Natural Acid Catalyzed Synthesis of Schiff Base under Solvent-free Condition: As a Green Approach, *Archives of Applied Science Research*, 4 (2):1074-1078.
- Sana, S., K.R. Reddy, K.C. Rajanna, M. Venkateswarlu dan M.M. Ali. 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
- Sankari, G., E. Kriahnamoorthy, S. Jayakumaran, S. Gunaeakaran, V.V. Priya, S. Subramanlam dan S.K. Mohan. 2010. Analysis of Serum Immunoglobulins Using Fourier Transform Infrared Spectral Measurements. *Biol. Med.* 2(3):42-48.

- Sahar S., Ali R., Seyed J., Tabatabaei R., Asemeh M.M., Pegah A.A., dan Sang W.J. 2016. Citric Acid As An Efficient and Green Catalyst for The Synthesis of Hexabenzyl Hexaazaisowurtzitane (HBIW). *Iranian Journal of Catalysis* 6(1), 2016, 65-68
- Schmeyers, J., F. Toda, J. Boy dan G. Kaupp. 1998. Quantitative Solid-Solid Synthesis of Azomethins. *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*
- Shrestha, R.L., Dhakal, D.D., Gautum, M.G., Paudyal, K.P. dan Srhestha, S. 2012. Variation of Physiochemical Components of Acid Lime (*Citrus aurantifolia* Swingle) Fruits at Different Sides of Tree in Nepal. *American Journal of Plant Sciences*, 3, 1688-1692
- Singh, N.B., S.S. Das, P. P. Gupta, A. Gupta dan R. Frohlich. 2008. Vanillin-p-Anisidine System: Solid-State Reaction and Density Fuctional Theory Studies. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 490:1, 106-123
- Sridevi Cigurupati. 2015. Designing New Vanillin Schiff Bases and Their Anti bacterial Studies. *Journal of Medical and Bioengineering*, Vol. 4, No. 5
- Stanley H.P., J.B. Hendrickson, Donald J.Cram, G.S. Hammond. 1988. *Kimia Organik I*. Bandung: ITB
- Verschueren, K. 2001. *Handbook of Environmental Data on Organic Chemicals. Volumes 1-2. 4th ed.* John Wiley & Sons. New York, p. V1: 212
- Wardah El Maila. 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 Maulana malik Ibrahim Malang
- Weast, R.C. 1979. *Handbook of Chemistry and Physics. 60th ed.* Boca Raton, Florida: CRC Press Inc., p. C-143
- Yasser M.S.A. Al-Kahraman, H.M.S. Madkour, D. Ali dan M. Yasinzai. 2010. Antileishmanial, Antimicrobial and Antifungal Activities of Some New Aryl Azomethines. *Molecules*, 15, 660-671
- Yogesh, K.Vaghasiyaa, Rathish N., Mayur S., Shipra B. dan Sumitra C. 2004. Synthesis, Structural Determination and Antibacterial Activity of Compounds Derived From Vanillin and 4-Aminoantipyrine. *J. Serb. Chem. Soc.* 69 (12) 991-998
- Yuskiya A., A. Hanapi dan Tri K.A. 2015. Synthesis of 3-(4-Hydroxy-3-Metoxiphenyl)-1-Phenyl-2-Propen-1-on and its Antioxidant Activity Assay using DPPH. *Alchemy*, Vol. 4 No. 1 Maret 2015, hal 67-72

Zarei, M. dan Jarrahpour, A. 2013. Green and Efficient Synthesis of Azo Schiff Bases. *Iranian Journal of Science & Technology*. IJST (2011) A3: 235-242

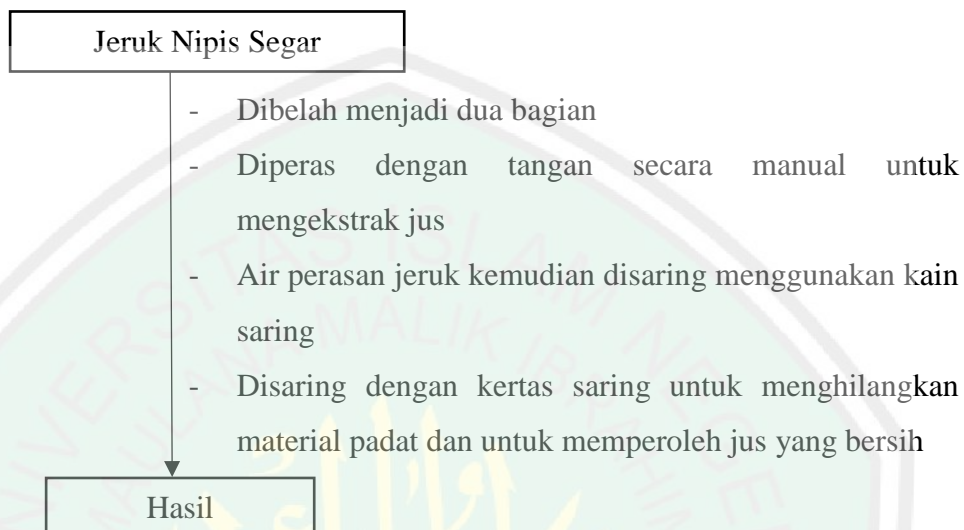
Zipora S., Iwan H., A. Zainuddin dan Husein H.B. 2013. Sintesis Basa Schiff Karbazona variasi Gugus Fungsi: Uji kelarutan dan Analisis Struktur spektroskopi Uv-Vis. *Prosiding Semirata*, FMIPA Universitas Lampung



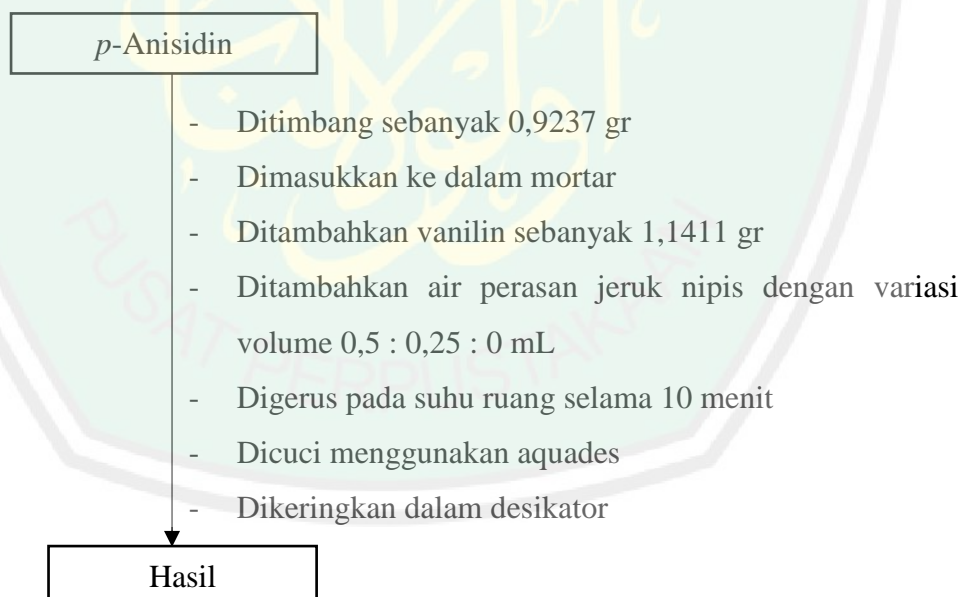
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

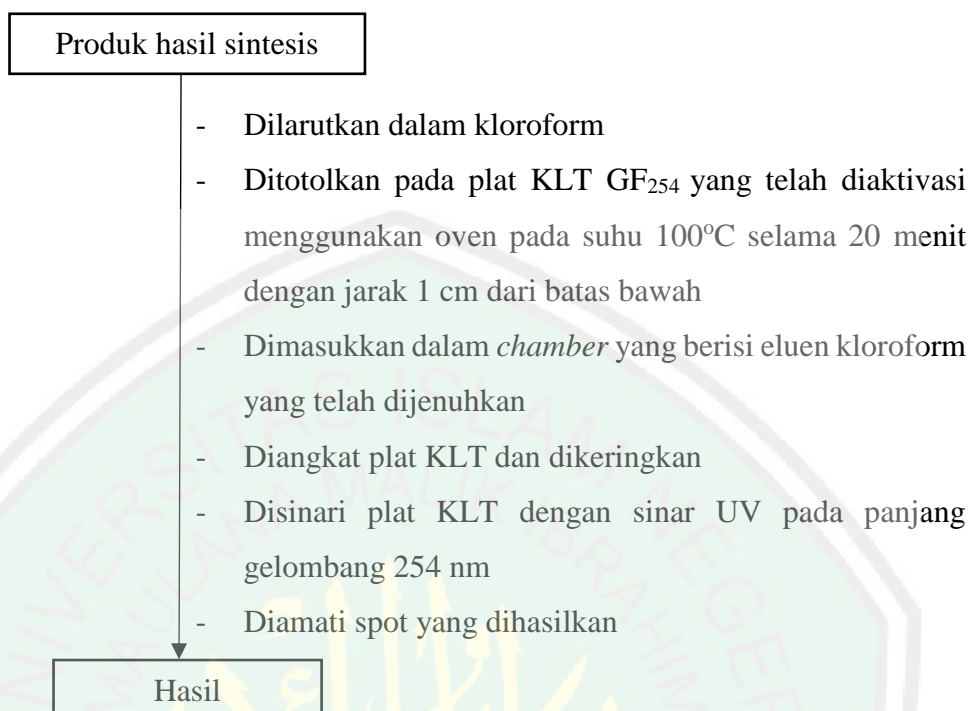
L.1.1 Preparasi katalis asam dari jeruk nipis



L.1.2 Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan anisidin



L.1.3 Monitoring produk dengan plat KLT

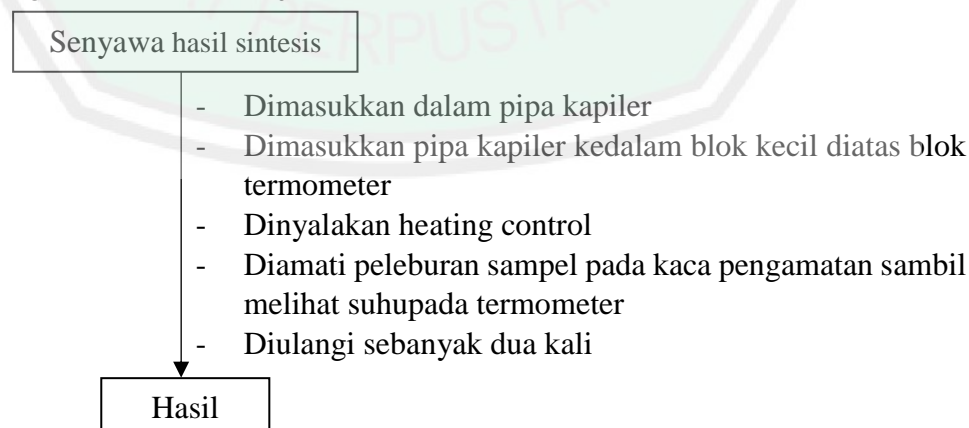


L.1.4 Karakterisasi senyawa hasil sintesis

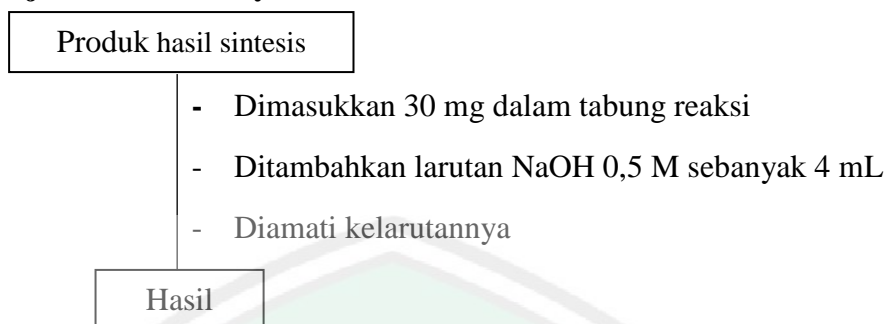
L.1.4.1 Karakterisasi sifat fisik



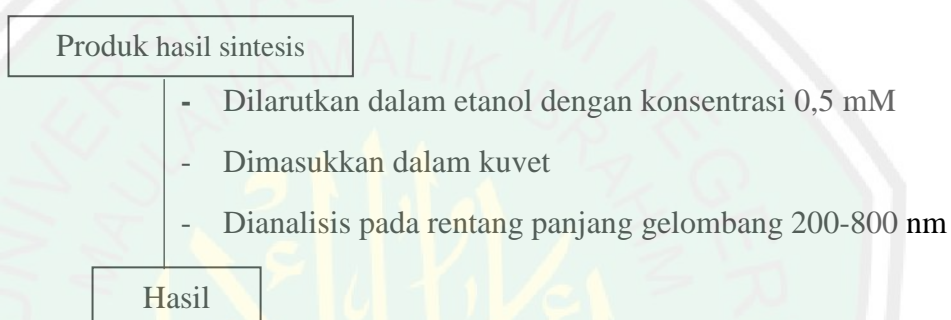
L.1.4.2 Uji Titik Lebur Senyawa Hasil Sintesis



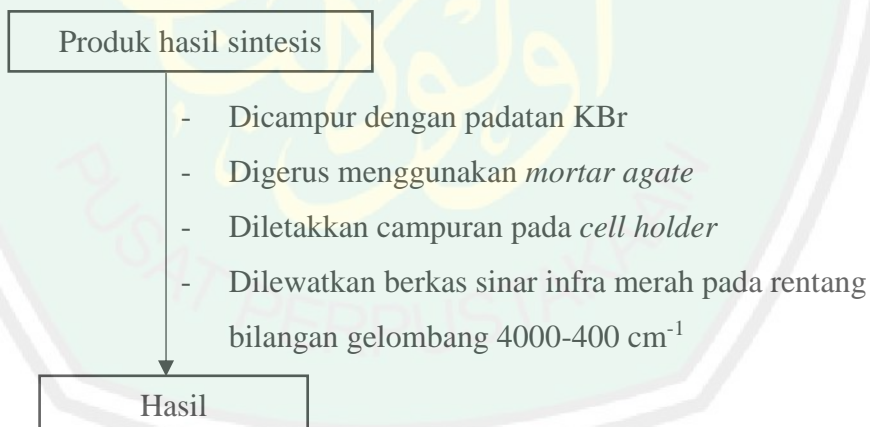
L.1.4.3 Uji Kelarutan Senyawa Hasil Sintesis



L.1.4.4 Karakterisasi senyawa produk menggunakan spektrofotometri UV-Vis



L.1.4.5 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan FTIR



L.1.4.6 Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan GC-MS

Produk hasil sintesis

- Dilarutkan dengan kloroform
- Diinjeksikan menggunakan *syringe* ke dalam tempat GC-MS QP-2010S/Shimadzu dengan kondisi operasional:

Jenis kolom : AGILENT J&W VF-5MS
Panjang kolom : 30 meter
Detektor : QP2010
Oven : terprogram 100°C (5 menit)
→ 290 °C (25 menit)
Temperatur injektor : 310 °C
Tekanan gas : 20 kPa
Kecepatan aliran gas : 0,49 mL/menit (konstan)
Gas pembawa : Helium

- Diamati hasil kromatogram dan spektra yang diperoleh

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

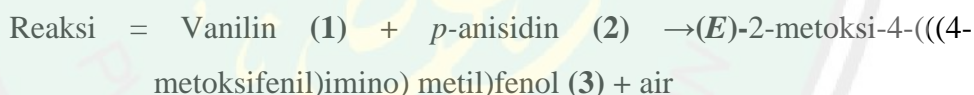
L.2.1 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin 7,5 mmol (1)

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa (1)} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\ \text{BM senyawa (1)} &= 152,15 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa (1)} &= 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (1)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 152,15 \text{ g/mol} \\ &= 1,1411 \text{ g} \end{aligned}$$

L.2.2 Perhitungan Pengambilan Massa *p*-toluidin 7,5 mmol (2)

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa (2)} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \\ \text{BM senyawa (2)} &= 123,16 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa (2)} &= 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 123,16 \text{ g/mol} \\ &= 0,9237 \text{ g} \end{aligned}$$

L.2.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa (*E*)-2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol (3) yang diharapkan terbentuk



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

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa (3)} &= \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3 \\ \text{BM senyawa (3)} &= 257,28 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa (3)} &= 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (3)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 257,28 \text{ g/mol} \\ &= 1,9296 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa yang didapat

$$\begin{aligned}
 1. \text{ Volume } 0 \text{ mL} &= 1,7409 \text{ g} \\
 \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\
 &= \frac{1,7409 \text{ g}}{1,9296 \text{ g}} \times 100 \% = 90,22 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 2. \text{ Volume } 0,25 \text{ mL} &= 1,7656 \text{ g} \\
 \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\
 &= \frac{1,7656 \text{ g}}{1,9296 \text{ g}} \times 100 \% = 91,50 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 3. \text{ Volume } 0,5 \text{ mL} &= 1,8092 \text{ g} \\
 \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\
 &= \frac{1,8092 \text{ g}}{1,9296 \text{ g}} \times 100 \% = 93,76 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 4. \text{ Volume } 1 \text{ mL} &= 1,8267 \text{ g} \\
 \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\
 &= \frac{1,8267 \text{ g}}{1,9296 \text{ g}} \times 100 \% = 94,77 \%
 \end{aligned}$$

L.2.4 Perhitungan Rf Hasil KLT

$$\text{Rf Vanilin} = \frac{5,9 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,7375 \text{ cm}$$

$$\text{Rf } p\text{-Anisidin} = \frac{6,1 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,7625 \text{ cm}$$

$$\text{Rf Produk I (0 mL)} = \frac{6,3 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,7875 \text{ cm}$$

$$\text{Rf Produk II (0,25 mL)} = \frac{6,3 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,7875 \text{ cm}$$

$$\text{Rf Produk III (0,5 mL)} = \frac{6,4 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,8000 \text{ cm}$$

$$\text{Rf Produk IV (1 mL)} = \frac{6,5 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,8182 \text{ cm}$$

L.2.5 Perhitungan Persen Luas Area Hasil GC-MS

$$\% \text{ Luas Area} = \frac{\text{Area Puncak1}}{\sum \text{Area Puncak}} \times 100 \%$$

1. Puncak 1 = $\frac{781131}{1993367} \times 100 \%$ = 39,19 %
2. Puncak 2 = $\frac{1212236}{1993367} \times 100 \%$ = 60,81 %

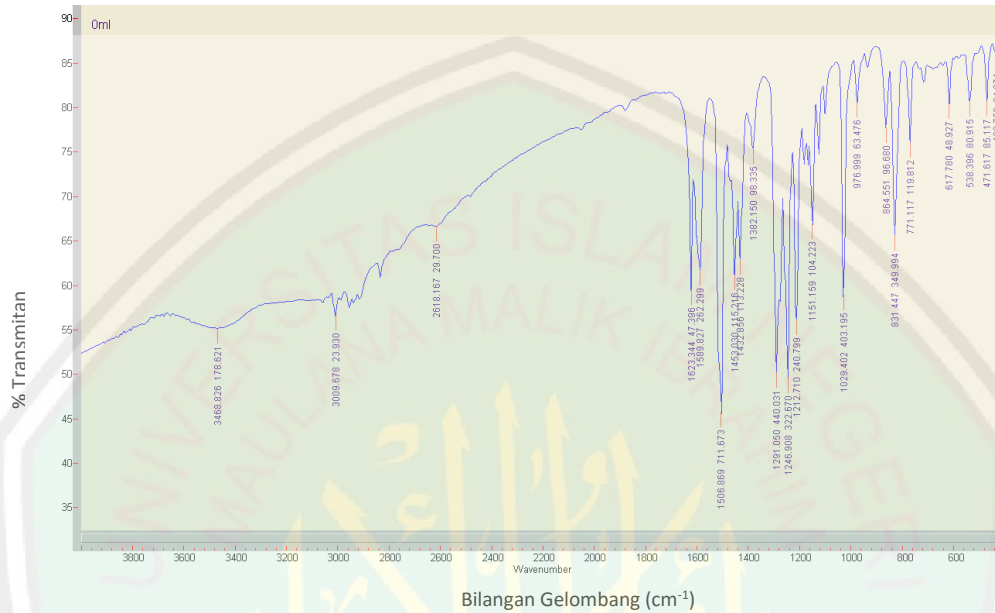
L.2.6 Pengamatan Titik Leleh Produk

Ulangan	Titik Leleh (°C)			
	Produk 1 (0 mL)	Produk 2 (0,25 mL)	Produk 3 (0,50 mL)	Produk 4 (1 mL)
1	128-131	129-132	129-132	130-134
2	128-132	127-130	129-131	128-132
3	128-132	127-129	128-131	128-130
Rata-rata	128,0-131,7	127,7-130,3	128,7-131,3	128,7-132,0

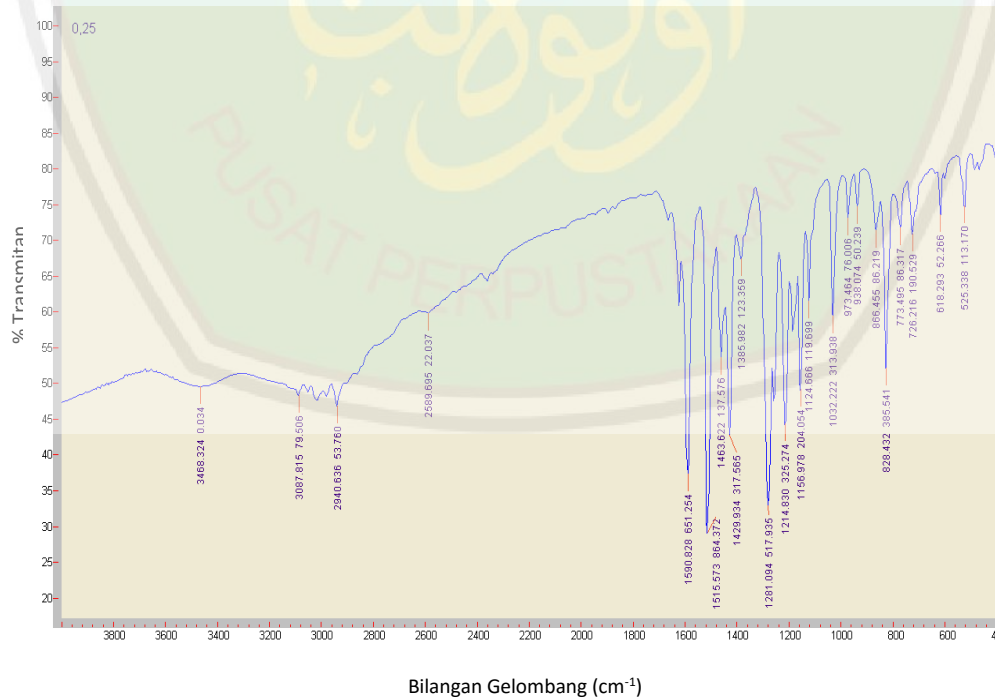
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi

L.3.1 Hasil Karakterisasi menggunakan FTIR

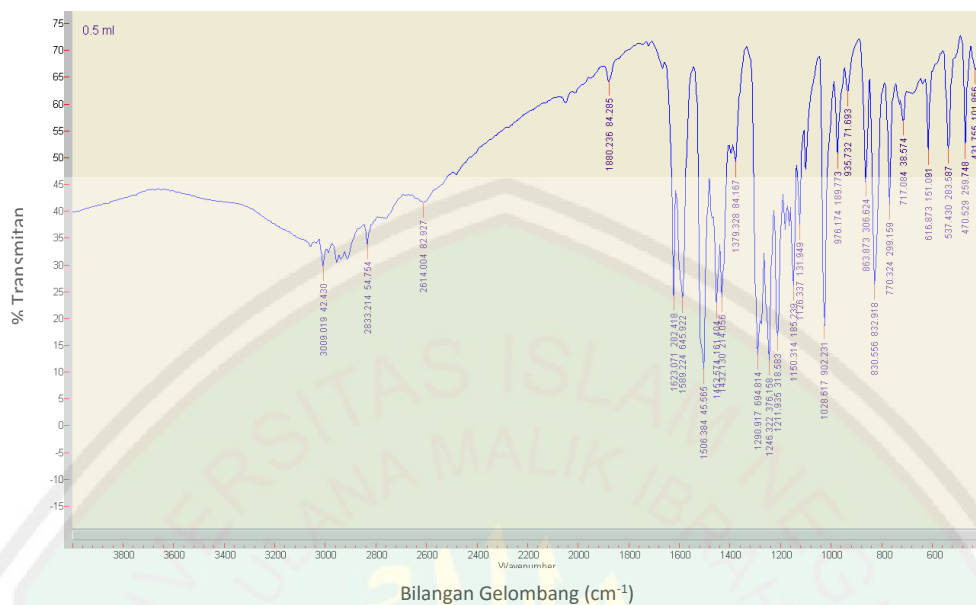
L.3.1.1 Hasil Karakterisasi Produk 1 (katalis 0 mL)



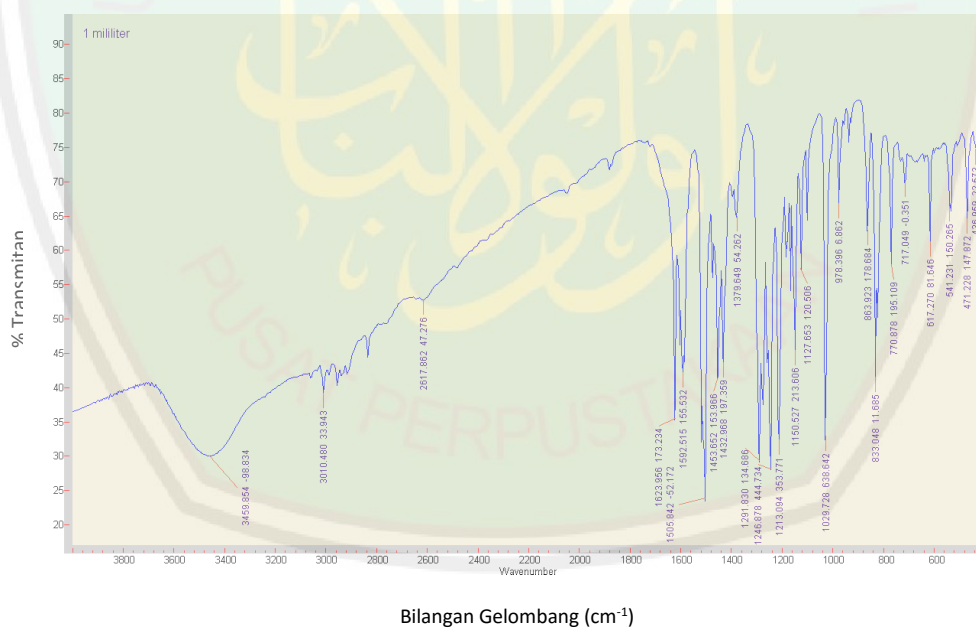
L.3.1.2 Hasil Karakterisasi Produk 2 (katalis 0,25 mL)



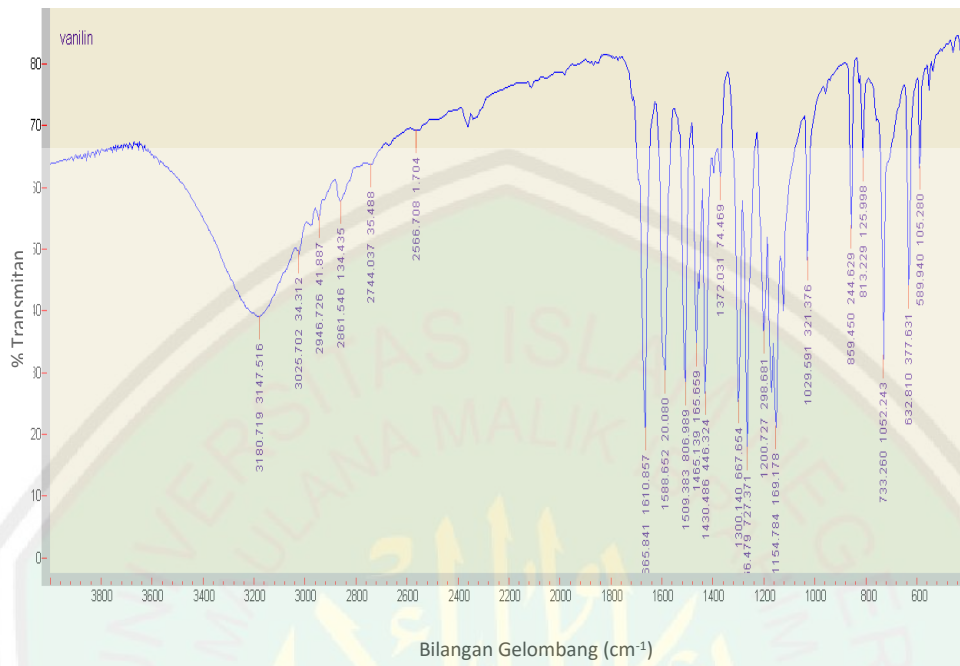
L.3.1.3 Hasil Karakterisasi Produk 3 (katalis 0,5 mL)



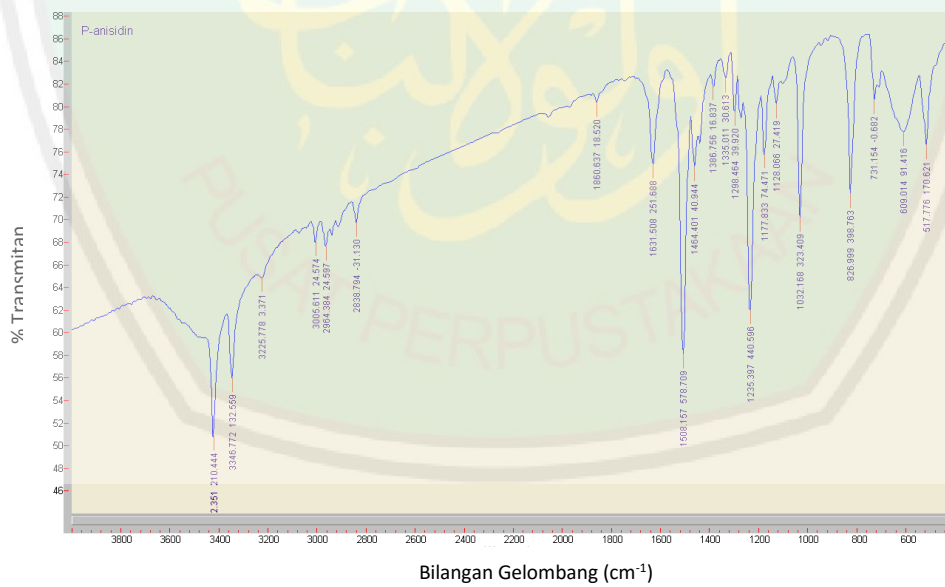
L.3.1.4 Hasil Karakterisasi Produk 4 (katalis 1 mL)



L.3.1.5 Spektra FTIR Vanilin

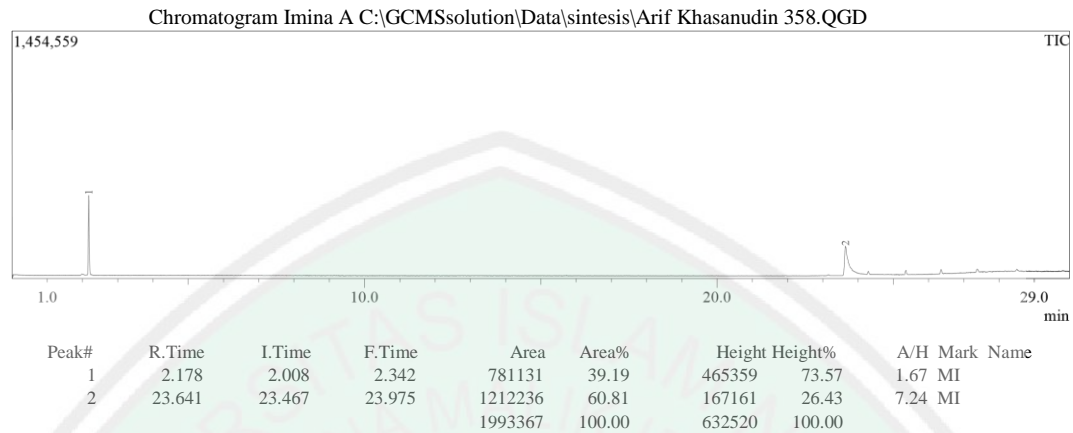


L.3.1.6 Spektra FTIR *p*-Anisidin



L.3.2 Hasil Karakterisasi Senyawa Sintesis menggunakan KG-SM

L.3.2.1 Hasil Kromatografi Gas



L.3.3.2 Hasil Spektroskopi Massa

Library

<< Target >>

Line#:1 R.Time:2.175(Scan#:262) MassPeaks:20

RawMode:Averaged 2.167-2.183(261-263) BasePeak:82.90(147401)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

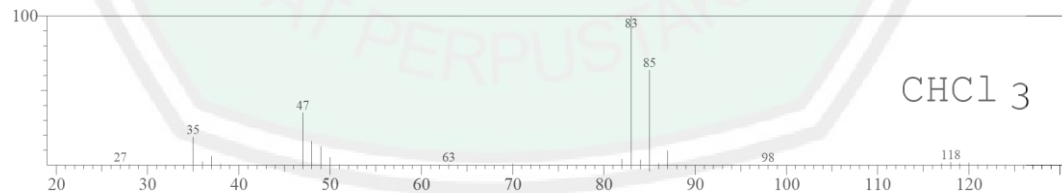


Hit#:1 Entry:14466 Library:WILEY7.LIB

SI:97 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

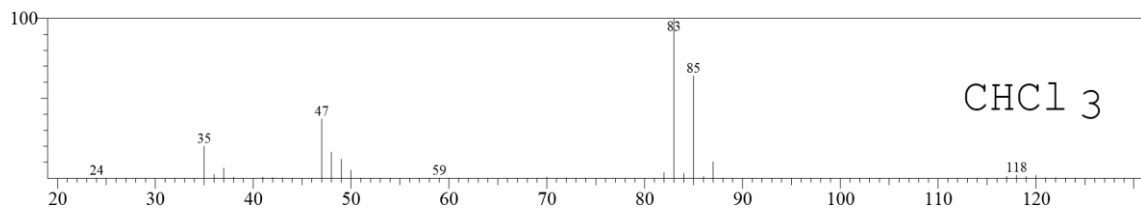


Hit#:2 Entry:14465 Library:WILEY7.LIB

SI:97 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) \$\$

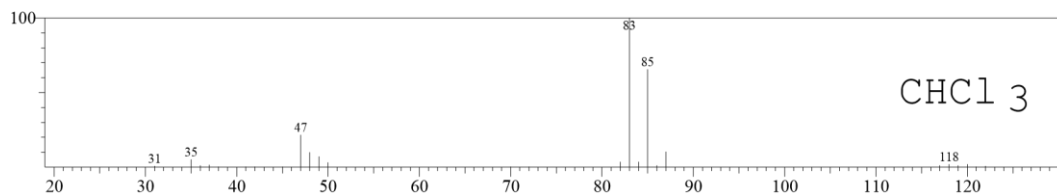
Chloroform



Hit#:3 Entry:14462 Library:WILEY7.LIB

SI:97 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:23.642(Scan#:2838) MassPeaks:54
RawMode:Averaged 23.633-23.650(2837-2839) BasePeak:256.95(29634)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

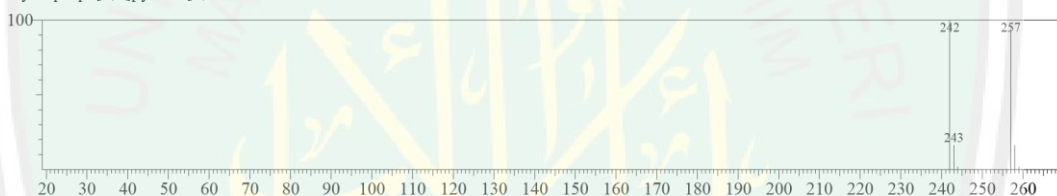


Hit#:1 Entry:164958 Library:WILEY7.LIB

SI:58 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 \$\$

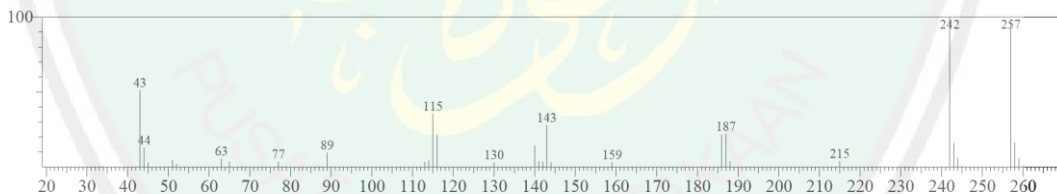
Cyclopropa[3,4]pyrrolo[1,2



Hit#:2 Entry:164836 Library:WILEY7.LIB

SI:58 Formula:C14 H11 N O2 S CAS:0-00-0 MolWeight:257 RetIndex:0

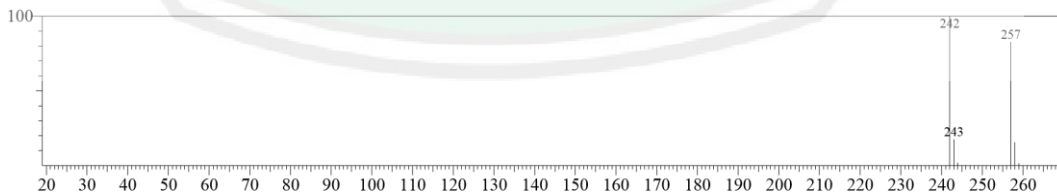
CompName:4-methyl-2-acetyl-thiazole[3,2-a]quinolinium-1-oxide \$\$



Hit#:3 Entry:165056 Library:WILEY7.LIB

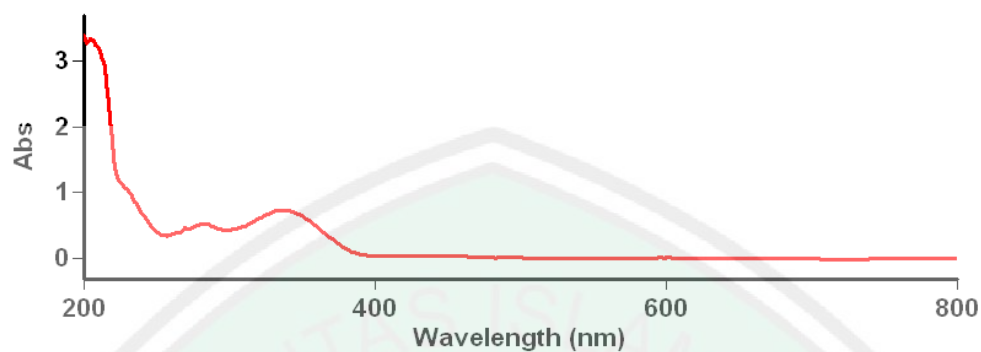
SI:57 Formula:C16 H19 N O2 CAS:137793-11-4 MolWeight:257 RetIndex:0

CompName:1,2-Dihydro-1,1,2,2,5-pentamethylfuro[2,3-c]quinolin-4(5H)-one \$\$



L.3.3 Hasil Karakterisasi Senyawa Sintesis menggunakan UV-Vis

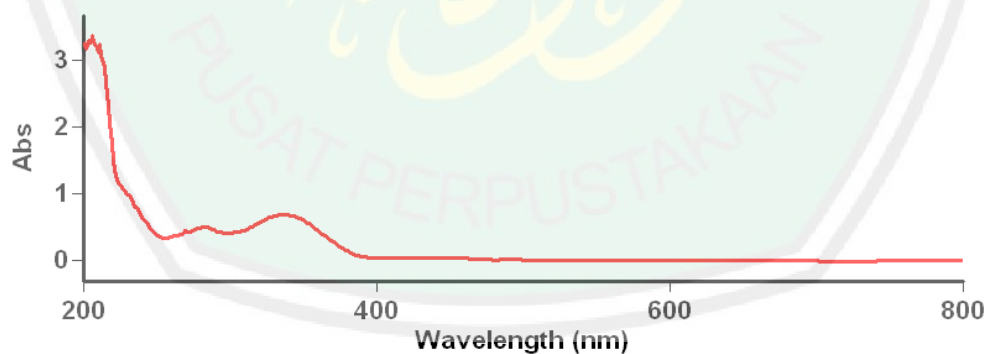
L.3.3.1 Spektra UV-Vis Produk 1 (Katalis 0 mL)



Peak Table
 Peak Style Peaks
 Peak Threshold 0.0100
 Range 800.0nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
597.0	0.009
336.0	0.731
283.9	0.524
270.0	0.464
207.0	3.323
204.1	3.342

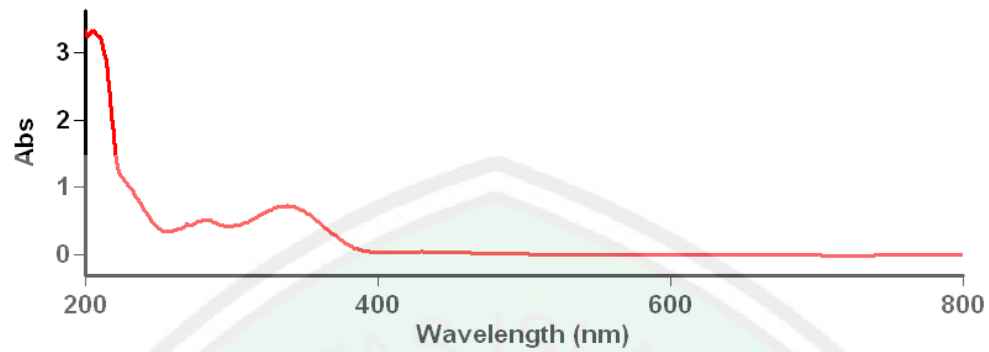
L.3.3.2 Spektra UV-Vis Produk 2 (Katalis 0,25 mL)



Peak Table
 Peak Style Peaks
 Peak Threshold 0.0100
 Range 800.0nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
584.9	0.005
335.1	0.686
283.9	0.496
270.0	0.443
211.0	3.233
205.9	3.368
203.0	3.287
201.1	3.259

L.3.3.3 Spektra UV-Vis Produk 3 (Katalis 0,5 mL)

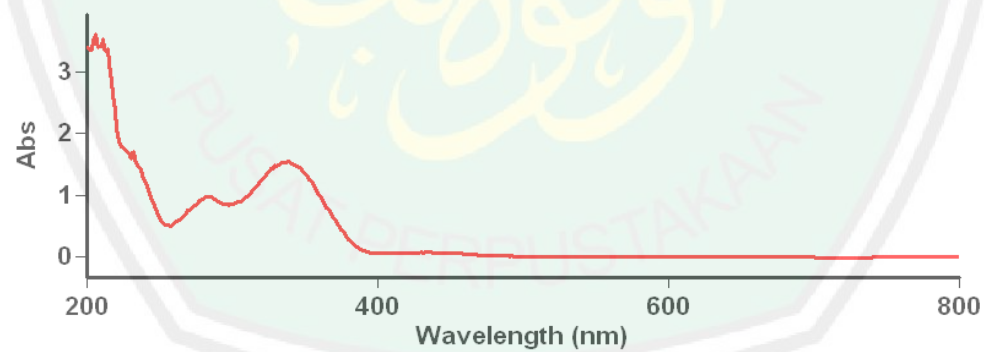


Peak Table
 Peak Style
 Peak Threshold
 Range

Peaks
 0.0100
 800.0nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
608.1	0.006
338.0	0.725
283.0	0.516
270.0	0.458
205.9	3.334
204.1	3.335

L.3.3.4 Spektra UV-Vis Produk 4 (Katalis 1 mL)

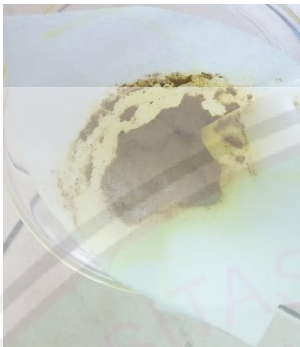


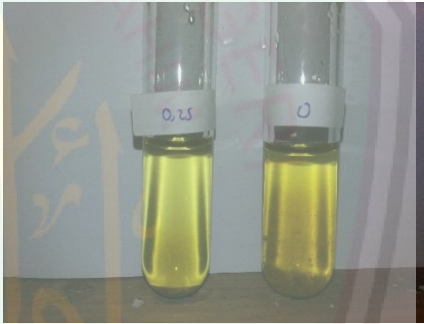
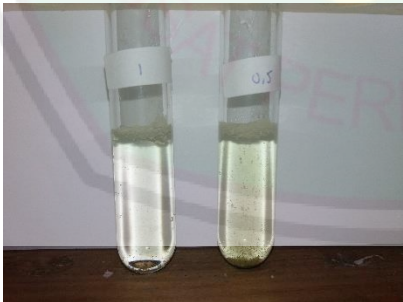



Peak Table
 Peak Style
 Peak Threshold
 Range

Peaks
 0.0100
 800.0nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
615.0	0.005
435.9	0.071
338.0	1.558
334.0	1.537
329.0	1.487
283.9	0.976
232.0	1.703
214.0	3.371
211.0	3.541
205.9	3.619

Lampiran 4. Dokumentasi**L.4.1 Sintesis senyawa 2-metoksi-4-((*p*-tolilimino)metil)fenol**

 <p>Penyaringan hasil sintesis</p>	 <p>Kromatogram KLT</p>
 <p>Uji kelarutan dalam NaOH 0,5 M</p>	 <p>Uji kelarutan dalam NaOH 0,5 M</p>
 <p>Uji kelarutan dalam akuades</p>	 <p>Uji Kelarutan dalam akuades</p>