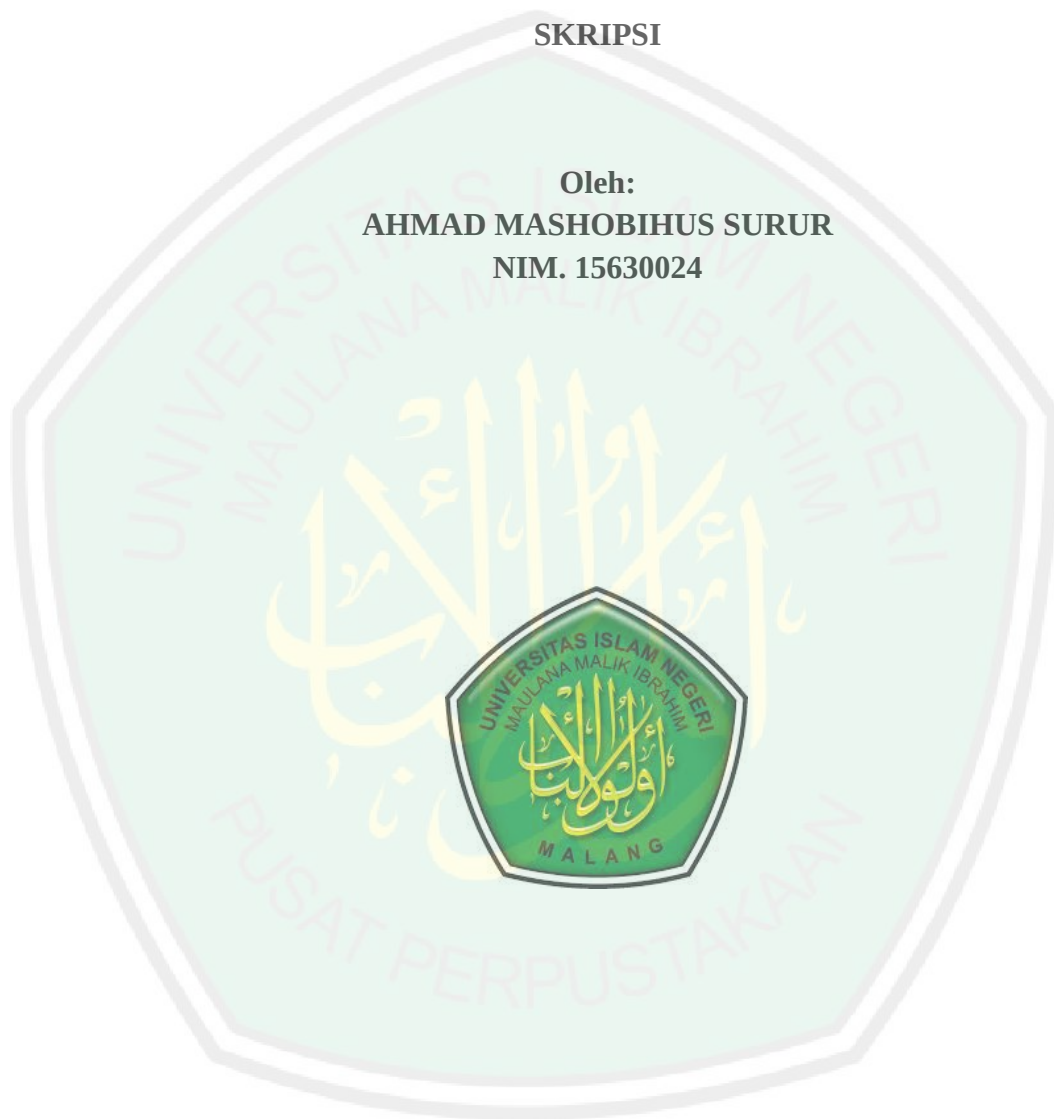


**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-ANISIDIN
DENGAN PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD MASHOBIHUS SURUR
NIM. 15630024



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-ANISIDIN
DENGAN PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD MASHOBIHUS SURUR
NIM. 15630024

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
2019

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-ANISIDIN
DENGAN PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD MASHOBIHUS SURUR
NIM. 15630024

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 06 November 2019

Pembimbing I

Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069

Pembimbing II

Okky Bagus Prasetyo, M.PdI
NIDT. 19890113 20180201 1 244

Mengetahui,
Ketua Jurusan



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

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-ANISIDIN
DENGAN PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD MASHOBIHUS SURUR
NIM. 15630024

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 06 November 2019

Penguji Utama : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

Ketua Penguji : Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

Sekretaris Penguji : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069

Anggota Penguji : Oky Bagas Prasetyo, M.PdI
NIDT. 19890113 20180201 1 244

(.....)

(.....)

(.....)

(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ahmad Mashobihus Surur
NIM : 15630024
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : “Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan”

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan saya 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, 12 November 2019
Yang membuat Pernyataan,



Ahmad Mashobihus Surur
NIM.15630024

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr. Wb.

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis atas terselesaikannya skripsi ini dengan judul **“Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan”**.

Shalawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada junjungan kita, Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing kita ke jalan yang benar, yaitu jalan yang diridhai Allah SWT. Skripsi ini merupakan salah satu tahap yang harus ditempuh untuk syarat menyelesaikan program S-1 (Strata-1) di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulisan laporan ini tidak luput dari bantuan semua pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

4. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc, selaku dosen pembimbing penelitian, Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku dosen konsultan, dan Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.PdI selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan proposal penelitian ini.
5. Seluruh Bapak Ibu dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
6. Kedua Orang tua penulis, Bapak Khomsun dan Ibu Luluk Zuhriyah, serta saudara-saudara penulis yang telah memberikan semangat, nasihat, dukungan moral dan materil, serta doa sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
7. Teman-teman seperjuangan dan semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam penyusunan skripsi ini, dan penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi para pembaca khususnya penulis secara pribadi. Amin.

Wassalamualaikum Wr. Wb.

Malang, 20 September 2019

Penulis

HALAMAN PERSEMBAHAN

Puji syukur kehadirat Allah SWT karena terselesaikannya skripsi ini. Skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. Ibu Luluk Zuhriyah, Bapak Khomsun, Mas Nanang, Mbak Nia, Mas Zunan, Mbak Duroh, serta Dik Iza yang selalu memberikan semangat, nasihat, dan doa yang tiada henti-hentinya kepadaku. Terimakasih saya ucapkan, semoga Allah SWT selalu memberikan kebaikan serta lindungan kepada keluarga tercintaku ini, Amin.
2. Teman-teman penelitian basa Schiff (evitri dan arini) yang telah banyak membantu saya dalam proses penelitian sampai terselesaikannya skripsi ini. Terimakasih saya ucapkan, semoga Allah SWT membalas kebaikan kalian.
3. Seluruh teman-teman organik squad, teman-teman kelas A kimia 2015, serta teman-teman kimia angkatan 2015. Terimakasih atas pengalaman dan ilmunya selama ini. Semoga Allah SWT membalas kebaikan kalian.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR LAMPIRAN	vii
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR PERSAMAAN	x
ABSTRAK	xi
ABSTRACT	xii
المخلص	xiii
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Vanilin	7
2.2 <i>p</i> -Anisidin	8
2.3 Senyawa Basa Schiff	9
2.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan	11
2.5 Monitoring Produk Sintesis Menggunakan KLT	13
2.6 Karakterisasi Produk Sintesis	15
2.6.1 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR	15
2.6.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi GC-MS	17
2.6.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi ¹ HNMR	19
2.7 Senyawa Basa Schiff dalam Perspektif Islam	20
 BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan	23
3.2.1 Alat	23
3.2.2 Bahan	23
3.3 Rancangan Penelitian	23
3.4 Tahapan Penelitian	24
3.5 Cara Kerja	24
3.5.1 Sintesis Senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil) fenol menggunakan pelarut air	24
3.5.2 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT	25

3.5.3 Penentuan Titik Lebur Produk Sintesis	25
3.5.4 Karakterisasi Produk Sintesis dengan Uji Kelarutan	26
3.5.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR	26
3.5.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi GC-MS	26
3.5.7 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi ¹ HNMR	27
3.5.8 Analisis Data	27

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol	29
4.2 Monitoring Produk Sintesis Menggunakan KLT	32
4.3 Uji Kelarutan Produk Sintesis	34
4.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR	35
4.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi GC-MS	39
4.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi ¹ HNMR	44
4.7 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan Menggunakan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan dalam Perspektif Islam	47

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran	51

DAFTAR PUSTAKA	52
LAMPIRAN	57

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir	57
Lampiran 2 Perhitungan	61
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi	64
Lampiran 4 Dokumentasi	77



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil pengamatan secara fisik dari reaktan dan produk sintesis	30
Tabel 4.2 Hasil KLT reaktan dan produk sintesis	33
Tabel 4.3 Serapan gugus fungsi dari ketiga produk sintesis	37
Tabel 4.4 Perbandingan serapan gugus fungsi reaktan dan produk sintesis	38
Tabel 4.5 Interpretasi spektrum ^1H NMR produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit	45



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur senyawa vanilin	7
Gambar 2.2	Struktur senyawa <i>p</i> -anisidin	8
Gambar 2.3	Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol tanpa menggunakan pelarut dan katalis	9
Gambar 2.4	Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol pada kondisi tanpa katalis dan pelarut	10
Gambar 2.5	Spektra IR senyawa basa Schiff dari vanilin dan <i>p</i> -anisidin	16
Gambar 2.6	Kromatogram produk sintesis senyawa basa Schiff	18
Gambar 2.7	Spektrum massa puncak 1	19
Gambar 2.8	Spektrum massa puncak 2	19
Gambar 4.1	Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol	29
Gambar 4.2	Hasil KLT (a) tanpa penyinaran sinar UV (b) dengan penyinaran lampu UV 254 nm	32
Gambar 4.3	Kelarutan produk sintesis dalam (a) akuades dan, (b) larutan NaOH	34
Gambar 4.4	Reaksi senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan NaOH	35
Gambar 4.5	Spektra IR reaktan dan produk sintesis	36
Gambar 4.6	Kromatogram hasil karakterisasi GC produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit	40
Gambar 4.7	Spektrum massa puncak 1	40
Gambar 4.8	Perkiraan pola fragmentasi puncak 1	41
Gambar 4.9	Spektrum massa puncak 2	42
Gambar 4.10	Perkiraan pola fragmentasi puncak 2	42
Gambar 4.11	Spektrum massa puncak 3	43
Gambar 4.12	Perkiraan pola fragmentasi puncak 3	44
Gambar 4.13	Spektrum ¹ HNMR produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit	45

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Menghitung nilai R_f	13
--	----



ABSTRAK

Surur, Ahmad M. 2019. **Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan**. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.PdI; Konsultan: Rachmawati Ningsih, M.Si.

Kata Kunci: Basa Schiff, vanilin, *p*-anisidin, pelarut air, metode penggerusan

Senyawa basa Schiff merupakan senyawa yang terdiri dari gugus imina atau gugus azometin (-HC=N-). Senyawa ini terbentuk melalui reaksi kondensasi antara karbonil aktif dengan amina primer. Pada penelitian ini, senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol disintesis dari vanilin dan *p*-anisidin dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan. Penggunaan air sebagai pelarut dalam metode penggerusan dimaksudkan agar lebih mudah menghomogenkan vanilin dan *p*-anisidin untuk membentuk produk, serta untuk mempermudah dalam proses penggerusannya. Perbandingan mol antara vanilin dan *p*-anisidin yang digunakan adalah 1:1 dengan variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui waktu penggerusan terbaik dalam proses sintesis, untuk mengetahui sifat fisik produk sintesis yang diperoleh, serta untuk mengetahui hasil karakterisasi produk sintesis. Produk sintesis diidentifikasi menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT) dan dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR, GC-MS, dan $^1\text{HNMR}$.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa % hasil tertinggi diperoleh dari variasi waktu penggerusan 20 menit yaitu 96,35%. Produk yang dihasilkan memiliki bentuk padatan, berwarna abu-abu kehijauan, memiliki titik leleh berkisar 129-132 °C, dan sedikit larut dalam air. Hasil KLT dari produk diperoleh noda berwarna kuning yang diduga senyawa target dengan nilai R_f sebesar 0,81. Hasil spektra FTIR menunjukkan adanya serapak khas gugus imina (-HC=N-) pada bilangan gelombang 1590-1591 cm^{-1} . Hasil GC-MS menunjukkan adanya puncak pada waktu retensi 26,771 menit dengan kemurnian sebesar 97,39% dan ion molekuler m/z 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol. Karakterisasi $^1\text{HNMR}$ produk sintesis menunjukkan adanya 9 lingkungan kimia yang sesuai dengan karakter $^1\text{HNMR}$ senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol, didukung dengan adanya sinyal khas *singlet* proton imina pada pergeseran kimia 8,36 ppm (1H, s).

ABSTRACT

Surur, Ahmad M. 2019. **Synthesis of Schiff Base Compounds from Vanillin and *p*-Anisidine with Water Solvents Using the Grinding Method.** Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Advisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.PdI; Consultant: Rachmawati Ningsih, M.Si.

Keywords: Schiff base, vanillin, *p*-anisidine, water solvent, grinding method

Schiff compound is a compound consisting of an imine group or an azomethine group ($-R-C=N-$). This compound is formed through a condensation reaction between active carbonyls and primary amines. In this study, Schiff 2-methoxy-4-((4-methoxyphenylimino)methyl)phenol base compound was synthesized from vanillin and *p*-anisidine with water solvent using the grinding method. The use of water as a solvent in the grinding method is intended to make it easier to homogenize vanillin and *p*-anisidine to form the product, and to simplify the grinding process. The mole ratio between vanillin and *p*-anisidine used is 1:1 with variations in grinding time 10, 15, and 20 minutes. This study aims to determine the best grinding time in the synthesis process, to determine the physical properties of the synthesis product obtained, and to determine the results of the characterization of the synthesis product. Synthesis products were identified using thin layer chromatography (TLC) and characterized using FTIR, GC-MS, and ^1H NMR spectroscopy.

The results showed that the highest % of results were obtained from the variation of 20 minutes grinding time which was 96.35%. The resulting product has a solid form, greenish gray, has a melting point ranging from 129-132 °C, and is slightly soluble in water. The results of TLC from the product obtained yellow stains which were suspected to be target compounds with an R_f value of 0.81. FTIR spectra showed a typical imine group ($-HC=N-$) at wave number 1590-1591 cm^{-1} . GC-MS results showed a peak at retention time of 26,771 minutes with a purity of 97.39% and molecular ion m/z 257 which corresponds to the molecular weight of the Schiff base compound 2-methoxy-4-((4-methoxyphenylimino)-methyl)phenol. Characterization of ^1H NMR synthesis products shows 9 chemical environments that are in accordance with the character of ^1H NMR Schiff base compound 2-methoxy-4-((4-methoxyphenylimino)-methyl)phenol, supported by the signaling typical of imine proton singlet at 8.36 ppm chemical shift 1H, s).

الملخص

سرور، أحمد م. ٢٠١٩. توليف مركب باسا شيف من الفانيلين و ف-الأنيسيدين مع المذيبات المائية باستخدام طريقة الطحن. قسم الكيمياء ، كلية العلوم والتكنولوجيا ، الجامعة الإسلامية الحكومية في مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأول: أحمد حنفي الماجستير، المشرف الثاني: أوكي باجاس براسيتيو الماجستير، المستشار: رحمواتي نينغسيه الماجستير.

الكلمات المفتاحية: باسا شيف ، الفانيلين ، أنيسيدين ، مذيب الماء ، طريقة الطحن

مركب باسا شيف هو مركب يتكون من مجموعة امينا أو مجموعة أزوميتين (-R-C=N-). يتكون هذا المركب من خلال تفاعل التكثيف بين الكربونيل الفعالة والأمين الأولية. في هذا البحث ، تم تصنيع مركب باسا شيف ٢-ميتوكسي-٤-((٤- ميتوكسي فينيل امينا)ميتيل)فينول يمكن تخلقه من الفانيلين و ف-الأنيسيدين بمذيب مائي باستخدام طريقة الطحن. يهدف استخدام الماء كمذيب في طريقة الطحن إلى تسهيل تجانس الفانيلين و ف-الأنيسيدين لتشكيل المنتج ، وتسهيل عملية الطحن. نسبة الخلد بين الفانيلين و ف-الأنيسيدين المستخدمة هي ١:١ مع وجود اختلافات في وقت الطحن ١٠، ١٥، و ٢٠ دقيقة. تهدف هذا البحث إلى معرفة أفضل وقت طحن في عملية التوليف ، ومعرفة الخصائص الفيزيائية لمنتج التوليف الذي تم الحصول عليه، ومعرفة نتائج توصيف منتج التوليف. تم التعرف على المنتجات التخليقية باستخدام كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة وتميزت باستخدام فورييه تحويل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء، كروماتوجرافيا الغاز-مطياف الكتلة، و الرنين المغناطيسي الأساسي.

أظهرت النتائج أنها تم الحصول على أعلى ٪ من النتائج من خلال اختلاف مدة الطحن لمدة ٢٠ دقيقة هي ٩٦،٣٥ ٪. المنتج الناتج له شكل صلب ، رمادي مخضر ، له نقطة انصهار حوالي ١٢٩-١٣٢ درجة مئوية، وقابل للذوبان في الماء قليلاً. حصلت نتائج كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة من المنتج على بقع صفراء يشته في أنها مركبات مستهدفة بقيمة عامل الاحتفاظ تبلغ ٠،٨١. أظهر أطياف فورييه تحويل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء مجموعة إيمين نموذجية (-HC=N-) عند الموجة رقم ١٥٩٠-١٥٩١ سم^{-١}. أظهرت نتائج كروماتوجرافيا الغاز-مطياف الكتلة الذروة في وقت الاحتفاظ ب ٢٦،٧٧١ دقيقة بنقاء ٩٧،٣٩ ٪ والأيون الجزيئي م/ز ٢٥٧ الذي يتوافق مع الوزن الجزيئي لمركب باسا شيف ٢-ميتوكسي-٤-((٤- ميتوكسي فينيل امينا)ميتيل)فينول، يُظهر توصيف منتجات تخليق الرنين المغناطيسي الأساسي ٩ بيانات كيميائية تتوافق مع خصائص مركب باسا شيف ٢-ميتوكسي-٤-((٤- ميتوكسي فينيل امينا)ميتيل)فينول ، مدعوماً بالإشارة النمطية النموذجية إيمين سينغليت في ٨،٣٦ أجزاء لكل مليون (١ح، س).

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa basa Schiff telah lama menjadi perhatian untuk dipelajari dan diteliti karena memiliki manfaat yang luas, seperti dalam bidang kimia bioanorganik, farmakologi, kimia supramolekul, katalis dan ilmu material, pemisahan dan proses enkapsulasi, dan pembentukan senyawa dengan sifat dan struktur yang tidak biasa (P. Singh, dkk., 1975). Dalam bidang farmakologi misalnya, senyawa ini dilaporkan memiliki beberapa aktivitas seperti antijamur (Sharma dkk., 2013), antioksidan (Saranya dan Lakshmi, 2015), antiinflamasi dan analgesik (Ali, dkk., 2012), antihipertensi, antikanker, dan antimikroba (Anand, dkk., 2012), antibakteri (Chaluvaraju dan Zaranappa, 2011; Bhai dkk., 2014), dan antimalaria (Brodowska dkk., 2014).

Senyawa basa Schiff merupakan senyawa yang terdiri dari gugus imina atau gugus azometin ($-R-C=N-$). Senyawa ini pertama kali disintesis oleh seorang peneliti bernama Hugo Schiff pada tahun 1864, yakni melalui sebuah reaksi kondensasi karbonil aktif dengan sebuah amina primer (Collinson, dkk., 1996). Salah satu sumber karbonil aktif yang banyak digunakan dalam penelitian sintesis senyawa basa schiff adalah senyawa vanilin.

Senyawa vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida dapat diperoleh dari ekstrak biji polong *vanilla planifolia*. Tanaman ini merupakan *ining* anggrek asli dari meksiko, namun saat ini tumbuh di daerah-daerah tropis seluruh dunia (Menon dan Nayeem, 2013). Berkaitan dengan manfaat tumbuh-tumbuhan yang

ada di muka bumi ini, Allah berfirman dalam al Quran surat asy Syu`ara (26) ayat 7 yang berbunyi :

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾

“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik ? (QS, asy Syuara: 7)”.

Menurut Shihab (2003) kata زوج كريم memiliki makna tumbuhan-tumbuhan yang baik. Arti dari tumbuh-tumbuhan yang baik adalah tumbuhan yang subur dan mendatangkan banyak manfaat. Manusia seharusnya merenungi serta mengamati sebagian ciptaan Allah di bumi ini, seperti beraneka ragam tumbuh-tumbuhan yang baik yang Allah tumbuhkan. Sehingga manusia akan mendapatkan petunjuk serta manfaat. Berdasarkan ayat tersebut, dapat kita ketahui bahwa vanilla merupakan salah satu tumbuhan yang memiliki banyak manfaat bagi kehidupan manusia, seperti sebagai bahan aditif makanan dan minuman, serta sebagai obat. Komponen utama yang terkandung dalam tumbuhan vanilla ini adalah senyawa vanilin (Menon dan Nayeem, 2013). Senyawa ini memiliki gugus fungsi aldehida yang dapat bereaksi dengan amina primer aromatik membentuk ikatan imina (C=N) melalui reaksi adisi eliminasi, dan menghasilkan senyawa basa Schiff (Patil, dkk., 2012).

Senyawa basa Schiff pada mulanya disintesis oleh para peneliti menggunakan metode konvensional, yakni metode refluks dengan menggunakan pelarut organik dan katalis asam. Seperti yang dilakukan oleh Yang (2006), Kumar (2006), dan Yousif (2008). Namun seiring dengan berkembangnya ilmu pengetahuan, disadari bahwa penggunaan pelarut organik dan katalis asam sangat

berbahaya bagi kehidupan manusia. Disamping itu, penggunaan pelarut organik serta katalis juga akan menghasilkan limbah yang dapat mencemari lingkungan. Sehingga diperlukan metode sintesis senyawa basa Schiff yang efektif dan lebih aman, yakni metode *green chemistry* (Zarei dan Jarrahpour, 2011).

Metode *green chemistry* merupakan bentuk pencegahan polusi dengan teknik dan metodologi yang mudah untuk mengurangi penggunaan sumber, produk, produk samping, pelarut, reagen, dan senyawa lain yang berbahaya bagi kesehatan manusia ataupun lingkungan (Putri, 2009). Sintesis senyawa basa Schiff dengan menerapkan metode *green chemistry* meliputi beberapa aspek, seperti sintesis dengan menggunakan katalis alami, sintesis menggunakan pelarut air, serta sintesis tanpa pelarut (*solvent free*) menggunakan metode penggerusan. Metode penggerusan tanpa katalis dan pelarut merupakan metode yang paling sederhana dalam sintesis senyawa basa Schiff. Meskipun begitu % hasil yang diperoleh dari sintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode penggerusan ini relatif tinggi, seperti penelitian yang dilakukan oleh Adawiyah (2017) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit. Persentase hasil tertinggi diperoleh dari waktu penggerusan 20 menit, dengan persen hasil sebesar 94,86%.

Adanya pelarut dalam metode penggerusan akan mempermudah proses penggerusan itu sendiri. Penggunaan air sebagai pelarut merupakan alternatif terbaik dalam sintesis senyawa basa Schiff, karena air tidak beracun, aman, murah, tidak mudah terbakar, tidak mencemari lingkungan, serta dapat menghasilkan persentase produk yang cukup tinggi (Rao, dkk., 2010). Seperti penelitian yang dilakukan oleh Rao, dkk. (2010) dalam mensintesis senyawa basa

Schiff dari berbagai aldehida aromatik dan amina primer aromatik. Sintesis dilakukan dengan cara mencampurkan serbuk aldehida dengan serbuk amina dalam 10 mL air, selanjutnya diaduk pada suhu ruang dengan lama 5-25 menit. Hasil dari sintesis menggunakan pelarut air ini didapatkan rendemen produk sebesar 94-98%. Priatama (2016), menggunakan variasi waktu pengadukan 15, 30, dan 45 menit dalam mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin menggunakan pelarut air. Rendemen terbesar diperoleh dari waktu penggerusan 45 menit dengan rendemen sebesar 95,16% dan tingkat kemurnian sebesar 99,4%.

Berdasarkan hasil penelitian-penelitian tersebut, sehingga melatar belakangi untuk dilakukannya sintesis senyawa basa Schiff dengan metode *green chemistry*, yakni sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan. Metode penggerusan dipilih dalam penelitian ini karena sederhana, murah, lebih cepat dan hemat energi karena reaksi dilakukan pada suhu ruang (Adawiyah, 2017). Penggunaan air sebagai pelarut dalam metode penggerusan dimaksudkan agar lebih mudah menghomogenkan vanilin dan *p*-anisidin untuk membentuk produk, serta untuk mempermudah dalam proses penggerusannya. Air dipilih karena berdasarkan penelitian dari Rao, dkk. (2010) serta Priatama (2016) menghasilkan % rendemen yang tinggi. Penggunaan air juga lebih aman serta ramah lingkungan jika dibandingkan dengan penggunaan pelarut organik. Selain itu, variasi waktu penggerusan juga dilakukan dalam penelitian ini, waktu penggerusan yang dilakukan adalah 10, 15, dan 20 menit berdasarkan pada penelitian Adawiyah (2017) dalam mensintesis senyawa vanilin dan *p*-anisidin. Variasi waktu dilakukan karena juga berpengaruh terhadap

% hasil senyawa basa Schiff yang disintesis, sehingga dapat diketahui waktu penggerusan terbaik dengan % hasil tertinggi. Hasil dari sintesis akan dikarakterisasi secara fisik dan kimia, serta menggunakan instrumen *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS), dan *Proton Nuclear Magnetic Resonance* (^1H NMR) untuk mengetahui keberhasilan dari penelitian yang dilakukan ini.

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapakah waktu penggerusan terbaik dalam sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan?
2. Bagaimana sifat fisik produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan?
3. Bagaimana hasil karakterisasi produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui waktu penggerusan terbaik dalam sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan.
2. Mengetahui sifat fisik produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan.
3. Mengetahui hasil karakterisasi produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan.

1.4 Batasan Masalah

1. Perbandingan mol antara vanilin dan *p*-anisidin adalah 1:1.
2. Metode yang digunakan adalah *green chemistry*, yakni menggunakan pelarut air serta metode penggerusan pada suhu ruang (30 °C).
3. Variasi waktu penggerusan adalah 10, 15, dan 20 menit.
4. Identifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), dan dikarakterisasi menggunakan FTIR, GC-MS, dan ¹HNMR.

1.5 Manfaat Penelitian

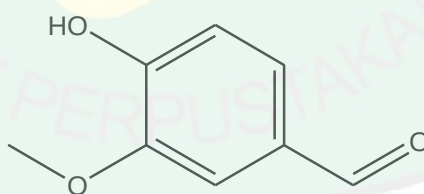
Hasil penelitian ini diharapkan dapat menambah wawasan ilmu mengenai sintesis senyawa basa schiff dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan pelarut air. Selain itu penelitian ini juga bermanfaat dari segi waktu yang relatif cepat, biaya yang relatif murah, serta lebih aman dan ramah lingkungan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Vanillin

Vanilin merupakan senyawa yang terkandung pada tanaman vanili (*Vanilla planifolia*). Vanilin dapat diperoleh dari tanaman vanili yang diekstrak dengan pelarut etanol atau dari kayu lunak yang dioksidasi dengan nitrobenzena dalam alkali (Sjostrom, 1998). Vanilin memiliki nama sistematis yang dirumuskan oleh *the International of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) yaitu 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida. Menurut Sastrapradja (1978), vanilin berbentuk kristal berwarna putih atau putih kekuningan yang banyak digunakan sebagai aroma makanan. Senyawa ini memiliki berat molekul sebesar 152,15 g/mol, titik didih sebesar 285 °C, titik lebur sebesar 80 °C, dan memiliki nilai pKa sebesar 7,781 (Kumar, dkk., 2012). Struktur senyawa vanilin ditunjukkan pada Gambar 2.1.



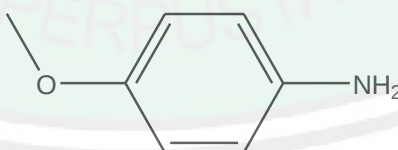
Gambar 2.1 Struktur senyawa vanilin (Sastrapradja, 1978)

Vanilin merupakan turunan dari senyawa benzaldehida, sehingga mempunyai struktur aromatik benzena dan gugus fungsi aldehida (-CHO). Gugus fungsi lain yang dimiliki oleh vanilin yaitu hidroksi (-OH) pada posisi para dan metoksi (-OCH₃) pada posisi meta dari gugus fungsi aldehida. Dari ketiga gugus

fungsi tersebut, gugus aldehida merupakan gugus yang paling reaktif, karena atom O pada gugus karbonil (C=O) memiliki kemampuan menarik elektron sehingga kerapatan elektron pada atom C berkurang, dan lebih mudah untuk diserang oleh nukleofil (Kumar, dkk., 2012). Dalam kaitannya dengan sintesis senyawa basa Schiff, Menurut Zarei dan Jarrahpour (2011), gugus aldehida pada vanilin inilah yang dapat bereaksi dengan amina primer (yang bertindak sebagai nukleofil) membentuk ikatan C=N melalui reaksi adisi-eliminasi.

2.2 *p*-Anisidin

p-Anisidin adalah senyawa organik dengan rumus kimia C_7H_9NO . Senyawa ini merupakan padatan berwarna putih, yang dapat berubah menjadi abu-abu kecoklatan karena oksidasi udara. Berat molekul dari senyawa ini yakni 123,15 g/mol, dengan densitas sebesar $1,071 \text{ g/cm}^3$ (57°C), titik leleh sebesar $56-59^\circ\text{C}$, titik didihnya 243°C , serta larut dalam air, etanol, dietil eter, aseton, dan benzena (Weast, 1981). *p*-Anisidin memiliki dua gugus fungsi, yaitu metoksi dan amina. Struktur senyawa *p*-anisidin ditunjukkan pada Gambar 2.2.



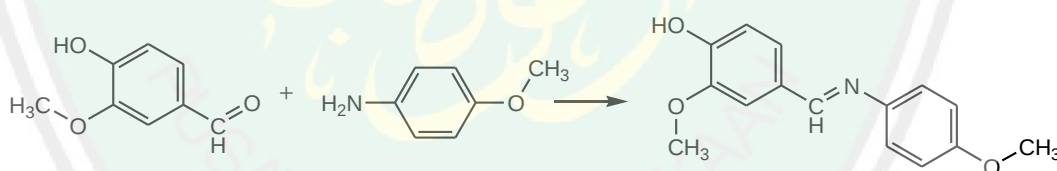
Gambar 2.2 Struktur senyawa *p*-anisidin (Sing, dkk., 2008)

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

Sedangkan gugus amina primer ($R-NH_2$) pada senyawa *p*-anisidin dapat digunakan sebagai nukleofil dalam sintesis senyawa basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982). Beberapa peneliti yang menggunakan *p*-anisidin sebagai nukleofil dalam sintesis senyawa basa Schiff seperti Singh, dkk. (2008), Vibhute, dkk. (2009), Maila (2016), serta Adawiyah (2017).

2.3 Senyawa Basa Schiff

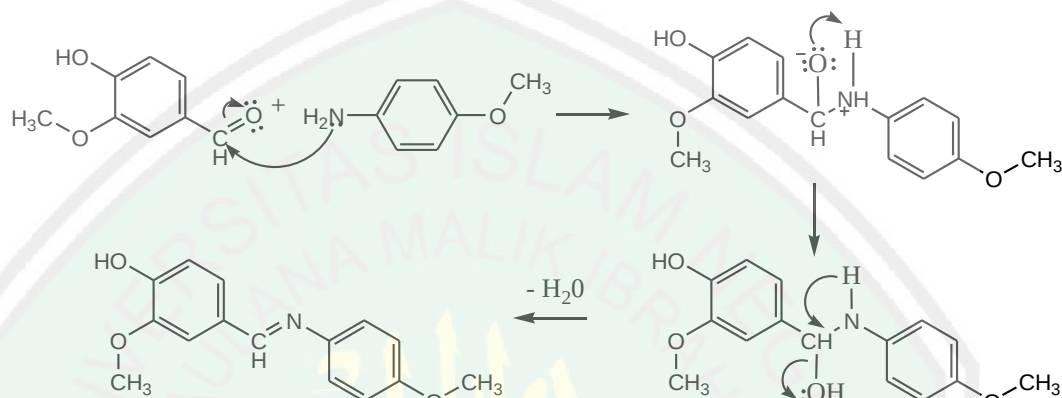
Senyawa basa Schiff pertama kali pertama kali disintesis oleh Hugo Schiff pada tahun 1864 melalui sebuah reaksi kondensasi karbonil aktif dengan sebuah amina primer (Collinson, dkk., 1996). Struktur umum dari senyawa ini adalah gugus azometin dengan rumus umum $RHC=N-R_1$, dimana R dan R_1 adalah alkil, aril, siklo alkil atau heterosiklik. Selain basa Schiff, senyawa ini juga dikenal dengan sebutan anil, imin, dan azometin (Ashraf, dkk., 2011).



Gambar 2.3 Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol tanpa menggunakan pelarut dan katalis (Singh, dkk., 2008)

Penggunaan aldehida dan amina alifatik dalam sintesis senyawa basa Schiff menghasilkan produk yang relatif tidak stabil dan berpolimerisasi, sedangkan sintesis senyawa basa Schiff menggunakan aldehida aromatik (seperti benzaldehida) dan amina primer aromatik (seperti anilina) dapat bereaksi dan menghasilkan senyawa basa Schiff yang terstabilkan (Fessenden dan Fessenden,

1982). Terbentuknya senyawa basa Schiff yang stabil ini dikarenakan senyawa basa Schiff yang dihasilkan memiliki sistem konjugasi yang panjang (Hassan, 2014). Reaksi antara aldehida aromatik (vanilin) dan amina primer aromatik (*p*-anisidin) ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.4 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4((4-metoksifenilimino)metil)fenol pada kondisi tanpa katalis dan pelarut (Maila, 2016)

Gambar 2.4 merupakan dugaan mekanisme reaksi dalam pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin. Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff tersebut diawali dengan penyerangan pasangan elektron bebas yang dimiliki oleh nukleofil NH₂ terhadap atom C karbonil sehingga terbentuk senyawa antara dipolar tetrahedral. Kemudian terjadi transfer proton oleh atom O terhadap atom N sehingga terbentuk senyawa antara *carbinolamine* yang netral. Tahap selanjutnya adalah terjadinya pelepasan air secara spontan. Terjadinya pelepasan air secara spontan karena produk basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin merupakan senyawa aromatik terkonjugasi yang stabil sehingga mudah untuk melepaskan air. Reaksi tanpa katalis tidak mengalami reaksi bolak-balik (*reversible*) karena katalis asam tidak digunakan pada reaksi ini (Maila, 2016).

2.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Pelarut Air menggunakan Metode Penggerusan

Salah satu penerapan prinsip *green chemistry* dalam sintesis senyawa basa Schiff adalah dengan menggunakan pelarut air serta metode penggerusan. *Green chemistry* sendiri merupakan pemanfaatan seperangkat prinsip untuk mengurangi atau menghilangkan penggunaan zat-zat berbahaya dalam desain, pembuatan, serta aplikasi produk kimia (Lancaster, 2000). Penggunaan media air dalam sintesis senyawa basa Schiff memiliki beberapa kelebihan, diantaranya adalah (Li dan Chan, 2007): murah dan ketersediaan yang melimpah di bumi, tidak mudah terbakar, tidak mudah meledak, tidak menyebabkan mutagenik dan karsinogenik, dapat didaur ulang dengan mudah dan aman saat dilepas ke lingkungan, peluang untuk mengembangkan metodologi sintesis baru yang belum ditemukan sebelumnya.

Beberapa penelitian yang telah dilakukan mengenai sintesis senyawa basa Schiff menggunakan media air diantaranya oleh Rao, dkk. (2010), dalam mensintesis senyawa basa Schiff dari 1,2-diaminobenzena dan berbagai aldehida aromatik dengan perbandingan molar 1:1. Sintesis dilakukan dengan metode pengadukan dalam 10 ml air pada suhu ruang dengan lama pengadukan 5-25 menit. Hasil dari sintesis menggunakan pelarut air didapatkan rendemen produk sebesar 94-98%. Zarei dan Jarrahpour (2011) yang mensintesis senyawa basa schiff dari berbagai aldehida dan amina primer menggunakan media air. Perbandingan molar antara aldehida dan amina primer yang digunakan juga 1:1. Sintesis dilakukan dengan cara mencampurkan serbuk aldehida dengan serbuk amina dalam 5 ml air, selanjutnya diaduk pada suhu ruang dengan lama waktu pengadukan 30-45 menit. Hasil dari sintesis menggunakan pelarut air ini

didapatkan rendemen produk sebesar 90-99%. Selain itu juga ada penelitian dari Naqvi, dkk. (2009) serta Priatama (2016) yang mensintesis senyawa basa Schiff dengan media air menggunakan metode pengadukan.

Adapun energi aktivasi yang diperlukan untuk memulai suatu reaksi kimia selain menggunakan metode pengadukan juga dapat diberikan dengan menggunakan metode penggerusan (Kouznetsov, dkk., 2016). Dalam metode penggerusan, reaksi dimulai dengan menggerus kristal substrat dan reagen dengan mortar dan alu. Selanjutnya reaksi akan terjadi karena terbentuknya energi panas akibat adanya gesekan yang diberikan saat penggerusan dilakukan. Metode penggerusan memiliki beberapa kelebihan seperti mudah dikerjakan, mengurangi polusi, relatif lebih murah, dan dapat dianggap sebagai prosedur yang lebih ekonomis dan menguntungkan secara ekologi dalam kimia (Toda, 1995).

Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan telah dilakukan oleh beberapa peneliti, seperti penelitian yang dilakukan oleh Hasanah (2017) dalam mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin tanpa katalis dan pelarut menggunakan variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit. Produk yang dihasilkan dari sintesis ini berwarna kuning pucat dengan persentase produk berturut-turut yaitu 95,13%, 95,56%, dan 96,08%. Selanjutnya produk yang terbentuk diidentifikasi menggunakan kromatografi lapis tipis dan dikarakterisasi menggunakan instrumen UV-Vis, FTIR, dan GC-MS. Adawiyah (2017) mensintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode penggerusan tanpa katalis dan tanpa pelarut. Sintesis dilakukan dengan menggerus vanilin dan *p*-anisidin dengan variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit. Produk yang terbentuk berwarna kuning pucat lalu diidentifikasi menggunakan kromatografi

lapis tipis dan dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR dan GC-MS. Persentase produk tertinggi diperoleh dari waktu penggerusan 20 menit yaitu sebesar 94,86%. Khasanudin (2018) juga mensintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode penggerusan. Dalam penelitiannya, senyawa basa Schiff disintesis dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan katalis asam alami dari jus jeruk nipis. Adapun variasi jumlah katalis asam alami yang digunakan yakni 0 ml, 0,25 ml, 0,5 ml, dan 1 ml. Produk yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan instrumen UV-Vis, FTIR, dan GC-MS. Dari sintesis ini diperoleh produk berwarna abu-abu kehijauan dengan persentase produk tertinggi diperoleh dari sintesis menggunakan jumlah katalis asam 1 ml yakni sebesar 94,67%.

2.5 Monitoring Produk Sintesis Menggunakan KLT

Prinsip KLT (Kromatografi Lapis Tipis) adalah perpindahan analit pada fase diam karena pengaruh fase gerak. Proses ini disebut elusi. Semakin kecil ukuran rata-rata partikel fase diam, maka semakin baik kinerja KLT dalam hal efisiensi dan resolusinya (Gritter, 1991). Identifikasi senyawa dapat dilakukan dengan membandingkan nilai *retention factor* (R_f) yang diperoleh dengan R_f standar. Noda yang mempunyai nilai R_f yang berbeda dengan R_f reaktan diasumsikan bahwa produk sintesis telah terbentuk. Nilai R_f dihitung dengan menggunakan persamaan 2.1.

$$R_f = \frac{\text{jarak yang ditempuh solut}}{\text{jarak yang ditempuh fase gerak}} \dots\dots\dots (2.1)$$

Nilai maksimum R_f adalah 1 dan ini dicapai ketika solut mempunyai perbandingan distribusi (D) dan faktor retensi (k') sama dengan 0 yang berarti solut bermigrasi

dengan kecepatan yang sama dengan fase gerak. Nilai minimum R_f adalah 0 dan ini teramati jika solut tertahan pada posisi titik awal dipermukaan fase diam (Rohman, 2007).

Identifikasi senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin yang dilakukan oleh Hasanah (2017) menggunakan KLT dengan fase diam plat silika gel GF₂₅₄ dan eluen (fase gerak) kloroform:metanol (9:1), menunjukkan munculnya noda baru pada plat silika gel yang memiliki R_f yang berbeda dengan reaktan. Vanilin memiliki R_f sebesar 0,44 dan *p*-toluidin memiliki R_f sebesar 0,56, sedangkan produk sintesis memiliki R_f berturut-turut sebesar 0,45 ; 0,48 ; dan 0,5. Hal yang sama dilakukan oleh Khasanudin (2018) dalam penggunaan fase diam plat silika gel GF₂₅₄ serta kloroform:metanol (9:1) yang digunakan untuk mengelusi senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin. Berdasarkan hasil identifikasi ini, diperoleh noda baru yang berbeda dengan reaktan dengan nilai R_f antara 0,79-0,81.

Plat silika gel GF₂₅₄ merupakan suatu adsorben yang bersifat polar. Permukaan plat ini mengandung gugus silanol yang merupakan pusat aktif dan berpotensi membentuk ikatan hidrogen yang kuat dengan senyawa yang dipisahkan. Dengan semakin kuat kemampuan ikatan hidrogen suatu senyawa, maka akan semakin kuat senyawa tersebut tertahan pada plat silika gel (Svehla, 1990). Untuk membantu proses visualisasi, plat silika gel GF₂₅₄ mengandung indikator fluoresen organik. Analit akan secara alami berfluorosensi saat terkena sinar UV 254 nm. Karena itu plat silika berisi indikator yang berfluoresensi pada 254 nm lebih menguntungkan karena fluoresen dan perendaman fluoresen dapat diamati dan tergantung pada panjang gelombang (Wulandari, 2011).

Proses fluoresensi disebabkan oleh radiasi elektromagnetik yang menyediakan energi untuk membawa transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi singlet. Setelah tereksitasi elektron kembali ke keadaan dasar, mereka memancarkan energi pada panjang gelombang yang lebih panjang. Analit pada lapisan yang mengganggu proses ini dengan menyerap energi eksitasi. Hal ini kemudian menghasilkan tipe zona kromatografi gelap dari analit yang diamati pada latar belakang fluoresens (Wulandari, 2011).

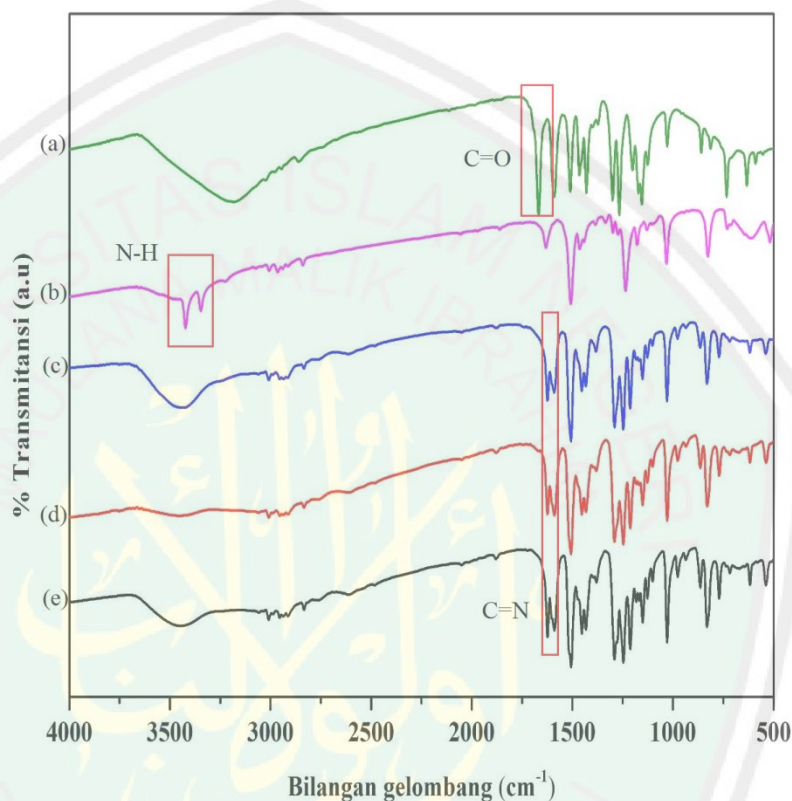
2.6 Karakterisasi Produk Sintesis

2.6.1 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR

Prinsip kerja FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) 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, dkk., 2010). Pengukuran pada spektrum inframerah dilakukan pada daerah cahaya inframerah tengah (*mid-infrared*) yaitu pada panjang gelombang 2,5-50 μm atau bilangan gelombang 4000-200 cm^{-1} . Energi yang dihasilkan oleh radiasi ini akan menyebabkan vibrasi atau getaran pada molekul. Pita absorpsi inframerah sangat khas dan spesifik untuk setiap tipe ikatan kimia atau gugus fungsi. Metode ini sangat berguna untuk mengidentifikasi senyawa organik dan organometalik (Dachriyanus, 2004).

Hasil analisa spektroskopi FTIR yaitu berupa spektrum inframerah. Basis dari interpretasi spektrum inframerah adalah identifikasi setiap absorpsi ikatan yang khas dari setiap gugus fungsi. Karakteristik serapan yang khas pada senyawa basa Schiff menurut Ummathur (2009) adalah terletak pada gugus fungsi imina ($\text{C}=\text{N}$),

yakni serapan pada bilangan gelombang 1550-1600 cm^{-1} . Adapun menurut Zarei dan Jarrahpour (2011), serapan gugus fungsi imina ($\text{C}=\text{N}$) berada pada kisaran bilangan gelombang 1605-1624 cm^{-1} .



Gambar 2.5 Spektra IR senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin: (a) vanilin (b) *p*-anisidin (c) produk variasi waktu penggerusan 10 menit (d) produk variasi waktu penggerusan 15 menit (e) produk variasi waktu penggerusan 20 menit (Adawiyah, 2017)

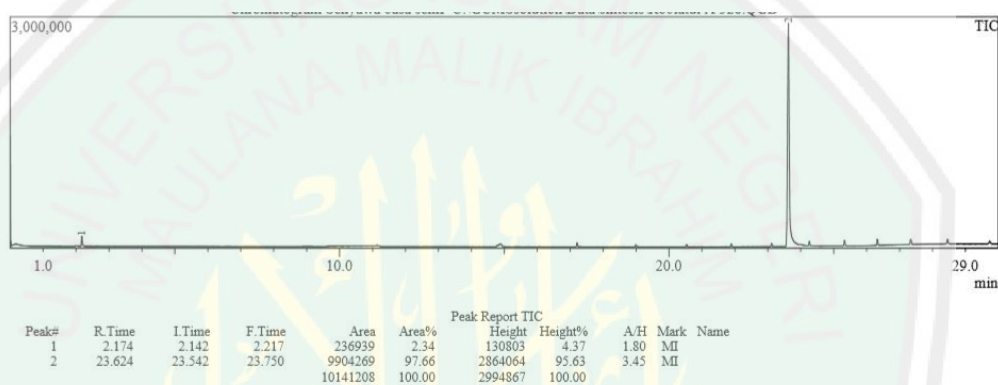
Spektra IR pada Gambar 2.5 menunjukkan tiga produk senyawa basa Schiff yang memiliki serapan gugus fungsi yang berbeda dengan vanilin dan *p*-anisidin. Terdapat serapan tajam dari $-\text{C}=\text{O}$ (karbonil) pada bilangan gelombang 1665 cm^{-1} yang merupakan serapan khas pada senyawa vanilin, sedangkan produk sintesis tidak memiliki serapan gugus fungsi karbonil tersebut.

Serapan pada bilangan gelombang 3181 cm^{-1} mengindikasikan gugus fungsi --OH yang ada pada vanilin, dan pada produk sintesis serapan gugus fungsi --OH ini mengalami pergeseran serapan ke arah bilangan gelombang yang lebih besar, yakni pada bilangan gelombang 3450 cm^{-1} . Pergeseran serapan gugus fungsi --OH ini dimungkinkan karena gugus --OH yang ada pada produk sintesis terikat pada senyawa aromatis dengan sistem terkonjugasi yang lebih panjang daripada gugus --OH yang terikat pada vanilin. Sehingga ikatan --OH yang ada pada produk sintesis lebih pendek dan kaku daripada ikatan --OH yang ada pada vanilin. Hal inilah yang menyebabkan energi vibrasi gugus --OH pada produk sintesis lebih besar daripada energi vibrasi gugus --OH pada vanilin. Adapun serapan gugus fungsi --N-H pada bilangan gelombang $3423\text{--}3347\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas pada *p*-anisidin, dan serapan ini tidak muncul dalam produk sintesis. Hal ini dikarenakan ikatan --N-H pada *p*-anisidin telah putus dan berikatan dengan karbonil dari vanilin membentuk ikatan --C=N pada bilangan gelombang 1623 cm^{-1} (produk sintesis).

2.6.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi GC-MS

Prinsip GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*) adalah gabungan dari dua teknik analisis yang berbeda, yakni *gas chromatography* dan *mass spectrometry*. GC hanya terjadi pemisahan untuk mendapatkan komponen yang diinginkan, sedangkan bila dilengkapi dengan MS (berfungsi sebagai detektor) akan dapat mengidentifikasi komponen tersebut, karena bisa mendapat spektrum bobot molekul pada suatu komponen yang dapat dibandingkan langsung dengan *library (reference)* pada *software* (Gritter, dkk., 1991). Pemisahan pada

GC didasarkan pada titik didih suatu senyawa dikurangi dengan semua interaksi yang mungkin terjadi antara solut dengan fasa diam. Fase gerak yang berupa gas akan mengelusi solut dari ujung kolom lalu menghantarkannya ke detektor. Penggunaan suhu yang meningkat (biasanya pada kisaran 50-350 °C) bertujuan untuk menjamin bahwa solut akan menguap dan karenanya akan cepat terelusi (Rohman, 2007).



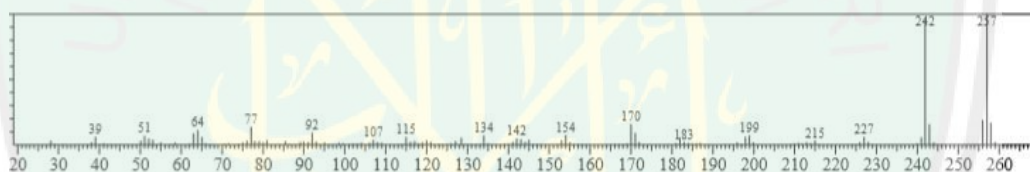
Gambar 2.6 Kromatogram produk sintesis senyawa basa Schiff (Adawiyah, 2017)

Instrumen GC-MS dapat digunakan untuk mengkarakterisasi senyawa basa Schiff. Adawiyah (2017) melaporkan bahwa karakterisasi senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan GC-MS dengan kolom AGILENT J&W DB-1 (non polar) menghasilkan kromatogram (Gambar 2.6) yang mana produk sintesis terpisahkan menjadi dua puncak senyawa, yaitu puncak 1 pada waktu retensi 2,174 menit dengan % luas area sebesar 2,34 dan puncak 2 pada waktu retensi 23,624 menit dengan % luas area sebesar 97,66. Selanjutnya hasil Spektrum massa puncak 1 (Gambar 2.7) mempunyai ion molekuler dengan m/z 118 yang nilainya sama dengan berat molekul kloroform, sehingga puncak 1 diduga merupakan pelarut kloroform. Kloroform merupakan pelarut yang

digunakan dalam analisis produk sintesis menggunakan GC-MS. Sedangkan hasil spektrum massa puncak 2 (Gambar 2.8) menunjukkan bahwa nilai m/z 257 dengan kelimpahan 100% merupakan ion molekuler sekaligus base peak. Nilai ion molekuler m/z 257 sesuai dengan berat molekul senyawa target, sehingga diduga kuat bahwa puncak 2 merupakan senyawa target.



Gambar 2.7 Spektrum massa puncak 1 (Adawiyah, 2017)



Gambar 2.8 Spektrum massa puncak 2 (Adawiyah, 2017)

2.6.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi ^1H NMR

Prinsip dasar spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) yakni inti dari setiap isotop tertentu memiliki gerakan berputar di sekeliling sumbunya. Perputaran partikel berenergi atau sirkulasinya akan menimbulkan kejadian magnetis sepanjang sumbu perputaran. Jika inti diletakkan di luar medan magnet maka momentum magnetisnya dapat sejajar atau melawan medan magnet (Willard, dkk., 1988). Atom hidrogen sebagai atom yang sering dijumpai pada senyawa organik menjadikan spektroskopi magnetik inti proton populer. Data

yang diberikan dalam spektrum ^1H NMR yakni berupa jumlah sinyal, kedudukan sinyal, intensitas sinyal, dan pemecahan puncak. Dalam hal ini, jumlah sinyal pada spektrum ^1H NMR memberikan informasi mengenai banyaknya jenis atom hidrogen. Kedudukan sinyal menandakan jenis lingkungan kimia tempat atom hidrogen tersebut berada. Intensitas sinyal adalah gambaran dari jumlah atom hidrogen pada lingkungan kimia tertentu. Sementara itu, pemecahan puncak (*splitting*) menerangkan tentang lingkungan kimia dari atom hidrogen lainnya yakni atom hidrogen yang berdekatan (tetangga) (Silverstein, dkk., 1991).

Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan spektrometer ^1H NMR telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Seperti penelitian Chigurupati (2015) dalam mengkarakterisasi senyawa basa Schiff yang disintesis dari vanilin dan *p*-anisidin. Analisa ^1H NMR menggunakan pelarut CDCl_3 dengan internal standar TMS (*Tetramethylsilane*). Pergeseran kimia yang diperoleh yaitu 6,50-7,23 ppm (*m*, 3H, *benzylidenimin*), 7,30-7,80 ppm (*m*, 4H, *phenyl*), 5,00 ppm (*s*, 1H, *hydroxy*), 3,73 ppm (*s*, 6H, *methoxy*), dan 8,42 ppm (*s*, 1H, *benzylidenimin*). Pergeseran kimia menunjukkan posisi proton pada sampel yang diuji. Semakin besar pergeseran kimia, maka semakin tidak terlindungi karena proton dekat dengan gugus yang lebih elektronegatif. Sedangkan pergeseran kimia yang semakin kecil menunjukkan bahwa semakin terlindungi proton tersebut.

2.7 Senyawa Basa Schiff dalam Perspektif Islam

Kimia Organik merupakan bagian tidak terpisahkan dari kehidupan kita sehari-hari. Karena penyusun utama makhluk hidup sendiri merupakan senyawa organik yaitu protein, asam nukleat, lemak, karbohidrat, hormon, dan enzim.

Prinsip kimia organik juga dipakai dalam berbagai bidang diantaranya mikrobiologi, pertanian, dan banyak ilmu pengetahuan yang lain (Kementerian Kesehatan RI, 2016). Berdasarkan cara memperolehnya, senyawa organik dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis, yakni alami dan buatan (sintesis). Salah satu senyawa organik hasil sintesis adalah senyawa basa Schiff.

Senyawa basa Schiff merupakan salah satu senyawa organik hasil sintesis yang memiliki banyak manfaat, misalnya dalam bidang kimia bioanorganik, farmakologi, kimia supramolekul, katalis dan ilmu material, pemisahan dan proses enkapsulasi. Manfaat yang terkandung dalam senyawa tersebut sejalan dengan firman Allah SWT dalam surat Shaad ayat 27, mengenai segala ciptaan Allah yang memiliki manfaat dan tidak sia-sia:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

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

Ide dasar ayat ini terdapat pada kalimat وما بينهما بطلا yang berarti tidak adanya ciptaan Allah SWT yang sia-sia. Tafsir al-Maraghi (1974) memberikan penjelasan berkaitan dengan kalimat tersebut mengenai tidak ada segala sesuatu yang Allah ciptakan merupakan hal yang tidak berarti dan sia-sia, semua ciptaan Allah adalah *haq*, mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat yang besar. Lebih lanjut dalam surat al-Hijr ayat 85, Allah SWT memberikan penegasan mengenai segala sesuatu ciptaan Allah yang memiliki tujuan yang benar:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا إِلَّا بِالْحَقِّ وَإِنَّ السَّاعَةَ لَآتِيَةٌ فَأَصْفَحْ الصَّفْحَ
الْجَمِيلَ ﴿٨٥﴾

“Dan tidaklah Kami ciptakan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya, melainkan dengan benar. Dan sesungguhnya saat (kiamat) itu pasti akan datang, maka maafkanlah (mereka) dengan cara yang baik”

Kata kunci ayat ini terdapat pada kalimat *وَمَا خَلَقْنَا السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا إِلَّا بِالْحَقِّ*. Quthb (2003) dalam tafsir Fi Zhilalil Qur`an menafsirkan kalimat tersebut bahwa Allah SWT menunjukkan sesungguhnya *al-haq* sangat mendalam di dalam menetapkan alam ini, di dalam menciptakannya, di dalam pengaturannya dan di dalam menentukan akibat akhir bagi alam ini. Juga bagi apa yang ada di dalamnya dan siapa yang ada di dalamnya. Allah tidaklah menciptakan alam ini secara sia-sia dan serampangan. Penetapannya yang murni dan asli tidak pernah bercampur dengan pengkhianatan, kepalsuan, dan kebatilan. Sedangkan kebatilan adalah timbul belakangan dan bukanlah merupakan salah satu unsur penetapannya. Allah SWT menciptakan segala sesuatu memuat rahasia-rahasia yang berguna dan kemaslahatan yang banyak. Salah satu ciptaan Allah SWT adalah senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol yang dapat memberikan kemaslahatan untuk manusia, seperti sebagai antijamur (Sharma dkk., 2013), antioksidan (Saranya dan Lakhsmi, 2015), antiinflamasi dan analgesik (Ali, dkk., 2012), antihipertensi, antikanker, dan antimikroba (Anand, dkk., 2012).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari-April 2019 di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi ^1H NMR di Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam Institut Teknologi Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, mortar dan alu, spatula, bola hisap, botol semprot, neraca analitik, cawan porselen, desikator, indikator universal, kertas saring, plat silika GF₂₅₄, pipa kapiler, *melting point apparatus* STUART tipe SMP11, lampu UV 254 dan 366 nm, spektrometer FTIR VARIAN tipe FT 1000, spektrometer GC-MS VARIAN CP-3800 SATURN 2200, dan spektrometer NMR Agilent 500 MHz.

3.2.2 Bahan

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

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan uji eksperimental di laboratorium. Sintesis senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dilakukan menggunakan

perbandingan mol vanilin:*p*-anisidin yaitu 1:1. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan reaktan menggunakan teknik penggerusan dan menggunakan sedikit air sebagai pelarut. Senyawa target diidentifikasi menggunakan KLT, selanjutnya senyawa produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen spektrometer FTIR, GC-MS, dan ¹HNMR.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)-fenol menggunakan perbandingan mol vanilin:*p*-anisidin yaitu 1:1, dengan menggunakan pelarut air dan variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit.
2. Monitoring produk sintesis menggunakan KLT.
3. Uji titik leleh produk sintesis.
4. Uji kelarutan produk sintesis.
5. Karakterisasi produk sintesis menggunakan spektrometer FTIR.
6. Karakterisasi produk sintesis menggunakan spektrometer GC-MS.
7. Karakterisasi produk sintesis menggunakan spektrometer ¹HNMR.
8. Analisis data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)-fenol menggunakan pelarut air

p-Anisidin sebanyak 5 mmol (0,61 gram) dan 5 mmol vanilin (0,76 gram) dimasukkan dalam mortar dan ditambahkan 2,5 mL aquades. Campuran tersebut kemudian digerus dengan alu pada suhu ruang dengan variasi waktu penggerusan selama 10; 15; dan 20 menit. Filtrat dan endapan yang terbentuk kemudian

dipisahkan dengan kertas saring dan dicuci dengan aquades. Padatan selanjutnya dikeringkan dalam desikator selama ± 24 jam lalu ditimbang.

3.5.2 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT

Plat KLT silika GF₂₅₄ berukuran 6 x 10 cm diaktivasi menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 30 menit. Produk sintesis dan reaktan (*p*-anisidin dan vanilin) dengan konsentrasi 50.000 ppm ditotolkan bersebelahan pada plat KLT dengan jarak 1 cm dari tepi bawah menggunakan pipa kapiler masing-masing 1 totolan. Selanjutnya plat dimasukkan ke dalam bejana pengembang yang telah dijenuhkan dengan eluen. Eluen yang digunakan adalah kloroform:metanol (9:1) sebanyak 10 mL. Selanjutnya plat silika gel diangkat dan dikeringkan. Plat disinari dengan UV pada panjang gelombang 254 dan 366 nm. Noda yang terbentuk pada plat KLT ditandai dan ditentukan nilai R_f dari ketiga noda tersebut.

3.5.3 Penentuan Titik Lebur Produk Sintesis

Titik lebur produk ditentukan dengan menggunakan instrumen *melting point apparatus*. Produk dimasukkan sedikit dalam pipa kapiler dengan jumlah yang sama. Pipa kapiler dipasang pada alat *melting point apparatus*. Termometer juga dipasang pada alat tersebut. Penggunaan instrumen disesuaikan dengan petunjuk penggunaan yang tertera pada alat yaitu pertama, alat dinyalakan dan diatur suhu hingga 20 °C per menit. Kedua, suhu diturunkan menjadi 10 °C per menit jika suhu teramati pada termometer telah mencapai 60% dari titik lebur senyawa tersebut dalam literatur. Titik lebur vanilin dan *p*-anisidin dijadikan acuannya. Ketika suhu yang teramati dalam termometer telah kurang

dari 15 °C dari titik lebur senyawa, maka kenaikan suhu diatur sebesar 1 °C. Proses pelelehan produk sintesis diamati hingga berubah menjadi cair semuanya. Dilakukan langkah yang sama terhadap reaktan sebagai pembanding. Semakin kecil *range* suhu titik lebur pada produk menunjukkan semakin tinggi kemurnian produk.

3.5.4 Uji Kelarutan Produk Sintesis

Kelarutan produk sintesis diuji dengan akuades dan NaOH 2M. Sebanyak 0,002 g produk sintesis dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda. Kemudian ditambahkan 2 mL akuades pada salah satu tabung reaksi. Tabung reaksi yang lain ditambahkan NaOH 2M sebanyak 2 mL. Campuran dalam masing-masing tabung reaksi dikocok dan diamati perubahan yang terjadi.

3.5.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR

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

3.5.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi GC-MS

Sebanyak 1 µL senyawa basa Schiff produk sintesis yang telah dilarutkan dalam kloroform dengan konsentrasi 75.000 ppm diinjeksikan dengan

menggunakan *syringe* ke dalam tempat GC-MS VARIAN CP-3800 SATURN 2200.

3.5.7 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi ^1H NMR

Spektra ^1H NMR diukur menggunakan NMR Agilent 500 MHz. Sampel dilarutkan dalam CDCl_3 dan diletakkan pada kontainer kaca atau *tube* yang kecil. Sampel diletakkan diantara dua buah kutub elektromagnetik yang besar. Sampel diirradiasi dengan gelombang radio pada frekuensi radiasi elektromagnetik. Selama sampel diirradiasi, kekuatan medan magnet divariasikan dari rendah ke tinggi dengan cara mengatur arus pada elektromagnet. Ketika inti berinteraksi dengan gelombang radio pada frekuensi radiasi elektromagnetik tertentu di dalam medan magnet yang diberikan, inti akan berputar karena adanya energi yang diserap dari gelombang radio tersebut. Besarnya energi yang dibutuhkan untuk perputaran ini tergantung pada tipe inti dan kekuatan medan magnet. Detektor akan mencatat jumlah energi dari gelombang radio yang diserap karena interaksinya dengan sampel. Hasil detektor akan dikirim ke rekorder dan digambarkan dalam bentuk spektra hubungan antara pergeseran kimia (ppm) dan intensitas.

3.5.8 Analisis Data

1. Keberhasilan sintesis dilihat dari karakter produk sintesis yang diperoleh, yaitu berupa padatan berwarna abu-abu kehijauan, memiliki titik lebur $132,9\text{ }^\circ\text{C}$, sedikit larut dalam air, larut sempurna ketika bereaksi dengan NaOH dalam air, dan muncul noda kuning pada plat KLT.

2. Senyawa target mempunyai serapan yang khas pada spektra FTIR, yaitu serapan gugus fungsi C=N yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang 1500-1650 cm^{-1} . Karakterisasi produk sintesis juga dilakukan dengan GC-MS. Dugaan komponen senyawa dalam produk sintesis dapat diketahui berdasarkan berat molekul dan pola fragmentasinya pada spektra massa. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4 metoksifenilimino)metil)fenol memiliki ion molekuler pada m/z 257. Karakterisasi produk sintesis lebih lanjut dilakukan dengan instrumen ^1H NMR. Spektra ^1H NMR dari produk reaksi menunjukkan pergeseran kimia dalam kisaran 6,50-7,23 ppm (*m*, 3H, *benzylidenimin*), 7,30-7,80 ppm (*m*, 4H, *phenyl*), 5,00 ppm (*s*, 1H, *hydroxy*), 3,73 ppm (*s*, 6H, *methoxy*), dan 8,42 ppm (*s*, 1H, *benzylidenimin*).

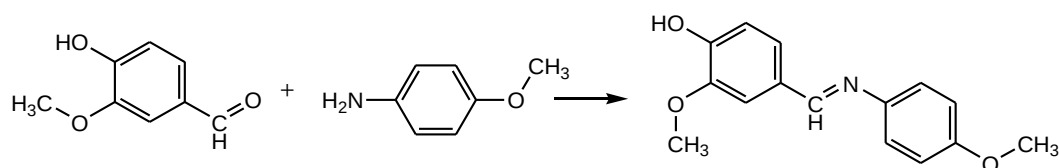
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

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

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol disintesis dari vanilin dan *p*-anisidin dengan menggunakan pelarut air dan metode penggerusan. Penggunaan pelarut air dapat mengurangi pemakaian pelarut yang berbahaya dalam proses sintesis serta dapat mengurangi limbah yang berbahaya bagi lingkungan (Rao, dkk., 2010 ; Zarei dan Jarrahpour, 2011). Adanya proses penggerusan dalam sintesis ini akan menghasilkan energi panas yang dapat meningkatkan aktivasi molekul, sehingga produk reaksi dapat terbentuk (Sana, dkk., 2012).

Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin merupakan reaksi adisi-eliminasi. Vanilin bertindak sebagai elektrofil sedangkan *p*-anisidin bertindak sebagai nukleofil. Atom O pada gugus karbonil (C=O) dari vanilin memiliki kemampuan menarik elektron sehingga kerapatan elektron pada atom C berkurang, dan lebih mudah untuk diserang oleh nukleofil (-NH₂) dari *p*-anisidin (Kumar, dkk., 2012). Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol

Produk sintesis yang diperoleh berwarna abu-abu kehijauan, selanjutnya dilakukan karakterisasi secara fisik yang meliputi wujud, warna, rendemen, serta titik leburnya. Tabel 4.1 menunjukkan hasil karakterisasi secara fisik reaktan serta senyawa hasil sintesis pada masing-masing variasi waktu penggerusan. Berdasarkan hasil karakterisasi diketahui bahwa ketiga produk sintesis memiliki sifat fisik yang sama, yakni berbentuk padatan yang berwarna abu-abu kehijauan. Hal yang sama juga dilakukan oleh Khasanudin (2018) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan katalis asam alami dan menghasilkan senyawa berbentuk padatan yang berwarna abu-abu kehijauan. Disamping itu, karakter fisik dari produk sintesis juga berbeda dengan reaktan yang digunakan dalam sintesis ini, yakni vanilin dan *p*-anisidin. Vanilin berbentuk padatan yang berwarna putih, sedangkan *p*-anisidin berbentuk padatan yang berwarna hitam. Hal tersebut berbeda dengan karakter fisik dari produk sintesis yang berbentuk padatan yang berwarna abu-abu kehijauan. Berdasarkan fakta tersebut, dapat diduga bahwa telah terbentuk produk dalam sintesis.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan secara fisik dari reaktan dan produk sintesis

Parameter Pengamatan	Vnl	Ans	P ₁₀	P ₁₅	P ₂₀
Wujud	Padat	Padat	Padat	Padat	Padat
Warna	Putih	Hitam	Abu-abu Kehijauan	Abu-abu Kehijauan	Abu-abu Kehijauan
Massa (g)	0,7607	0,6158	1,231	1,2372	1,2388
Rendemen (%)	-	-	95,74	96,22	96,35
Titik Lebur (°C)	80 °C	57 °C	130-132 °C	129-132 °C	130-132 °C

Keterangan :

Vnl = Vanilin

Ans = *p*-Anisidin

P₁₀ = Produk sintesis variasi waktu penggerusan 10 menit

P₁₅ = Produk sintesis variasi waktu penggerusan 15 menit

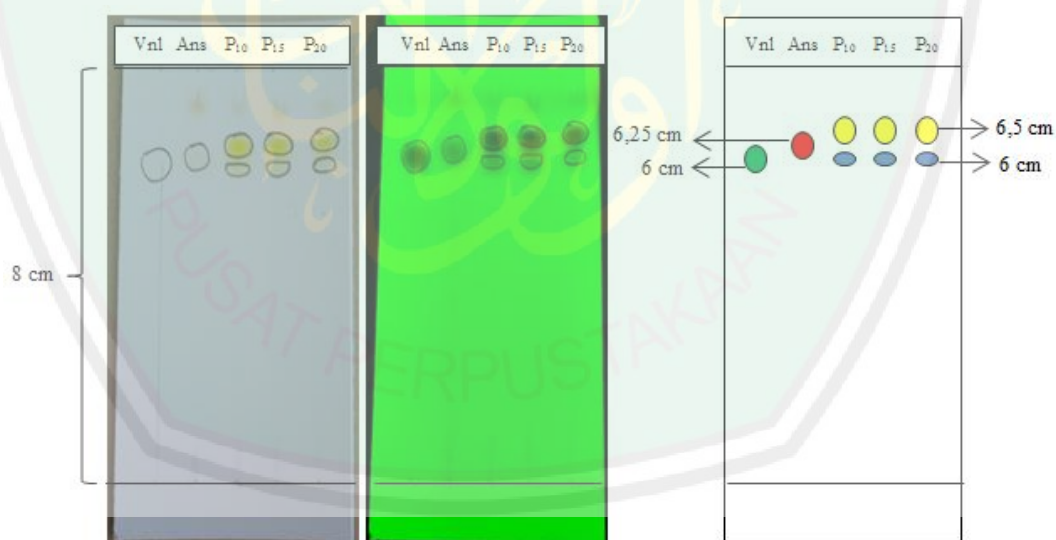
P₂₀ = Produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit

Produk suatu reaksi dapat terbentuk ketika molekul-molekul reaktannya bertumbukan secara efektif. Tumbukan antar molekul tersebut terjadi ketika terdapat energi yang disalurkan (transfer energi). Dalam hal ini energi mekanik saat penggerusan digunakan untuk mengaktifkan molekul-molekul padatan yang tersusun rapat untuk saling bertumbukan, sehingga produk reaksi dapat terbentuk. Hasil rendemen yang diperoleh dalam sintesis ini berbanding lurus dengan waktu penggerusan yang dilakukan. Rendemen tertinggi adalah 96,35% diperoleh dari waktu penggerusan 20 menit. Berdasarkan rendemen yang diperoleh, diduga bahwa lamanya waktu penggerusan mempengaruhi jumlah rendemen yang dihasilkan. Semakin lama waktu penggerusan yang dilakukan otomatis jumlah energi yang disalurkan terhadap sistem semakin maksimal, sehingga molekul-molekul reaktannya bertumbukan secara efektif dan menghasilkan produk yang maksimal pula.

Hasil pengujian titik lebur dari produk sintesis menunjukkan perbedaan yang signifikan dengan titik lebur dari reaktan. Ketiga produk sintesis memiliki titik lebur diantara 129-132 °C, sedangkan vanilin memiliki titik lebur sebesar 80 °C dan *p*-anisidin sebesar 57 °C. Perbedaan titik lebur antara reaktan dan produk sintesis dipengaruhi oleh perbedaan berat molekul. Produk sintesis memiliki berat molekul yang lebih besar daripada reaktan, sehingga dibutuhkan energi yang lebih besar pula agar produk sintesis dapat melebur. Perbedaan titik lebur antara reaktan dan produk sintesis ini juga mengindikasikan telah terbentuknya senyawa baru, yang diduga merupakan senyawa target.

4.2 Monitoring Produk Sintesis Menggunakan KLT

Monitoring menggunakan KLT bertujuan untuk mengetahui kemungkinan terbentuknya senyawa target hasil dari sintesis berdasarkan dengan spot noda yang terbentuk. Fase gerak (eluen) yang digunakan adalah campuran kloroform dan metanol dengan perbandingan 9:1, sedangkan fase diam yang digunakan adalah plat silika GF₂₅₄. Fase gerak yang digunakan cenderung memiliki kepolaran yang lebih rendah dibandingkan fase diam (plat silika). Noda yang memiliki nilai R_f besar bersifat lebih non polar karena terdistribusi pada fase gerak, sedangkan noda yang memiliki nilai R_f kecil bersifat lebih polar karena terdistribusi pada fase diamnya. Hasil KLT dari reaktan dan produk sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Hasil KLT dari reaktan dan produk sintesis

Plat silika hasil KLT sebelum disinari lampu UV menghasilkan noda berwarna kuning pada bagian produk sintesis, sedangkan pada bagian reaktan tidak

berwarna. Hal tersebut menunjukkan bahwa terbentuk senyawa baru yang secara fisik sifatnya berbeda dengan reaktan. Selanjutnya dilakukan penyinaran terhadap plat KLT dibawah lampu UV pada panjang gelombang 254 nm, dan didapatkan pola spot noda dan nilai R_f dari masing-masing noda. Hasil KLT reaktan dan produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.2.

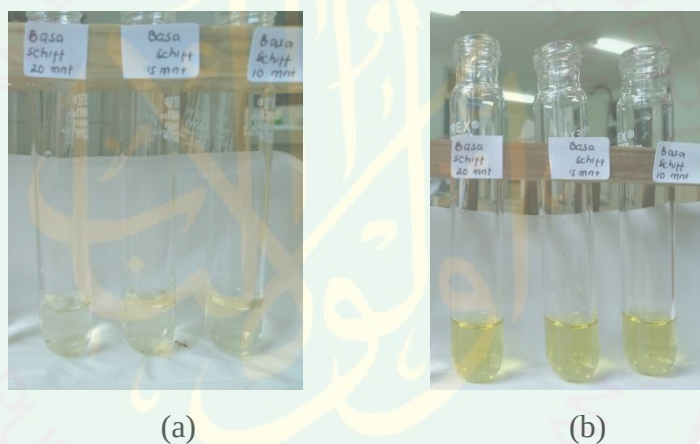
Tabel 4.2 Hasil KLT reaktan dan produk sintesis

Sampel	R_f		Warna	
	Noda 1	Noda 2	Noda 1	Noda 2
Vanilin	0,75	-	Tidak berwarna	-
<i>p</i> -Anisidin	0,78	-	Tidak berwarna	-
Produk 10 menit	0,75	0,81	Tidak berwarna	Kuning
Produk 15 menit	0,75	0,81	Tidak berwarna	Kuning
Produk 20 menit	0,75	0,81	Tidak berwarna	Kuning

Tabel 4.2 menunjukkan hasil KLT dari reaktan dan produk sintesis dimana produk sintesis menghasilkan dua spot noda serta nilai R_f yang berbeda. Noda pertama dari ketiga produk sintesis memiliki nilai R_f dan warna yang sama dengan vanilin, sehingga diduga noda pertama dari ketiga produk sintesis merupakan reaktan sisa yang terdapat dalam produk sintesis. Adapun noda yang kedua dari ketiga produk sintesis memiliki nilai R_f dan warna yang berbeda dari vanilin dan *p*-anisidin, sehingga diduga noda kedua dari ketiga produk sintesis merupakan senyawa target. Berdasarkan hasil tersebut, diduga bahwa telah terbentuk senyawa target dalam produk sintesis, namun masih terdapat sisa reaktan vanilin dalam ketiga produk sintesis tersebut.

4.3 Uji Kelarutan Produk Sintesis

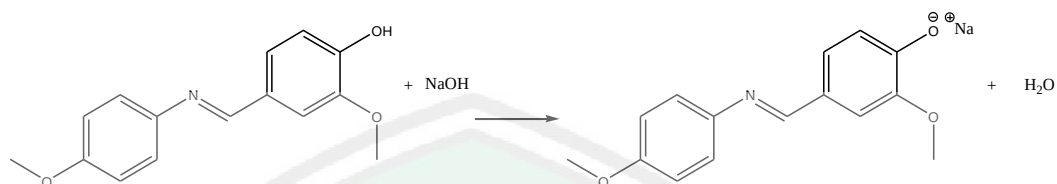
Uji kelarutan produk sintesis dilakukan dengan tujuan untuk memperkuat dugaan terbentuknya senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol berdasarkan kelarutannya dalam larutan NaOH 2M. Pengujian dilakukan dengan cara melarutkan produk sintesis masing-masing ke dalam akuades dan larutan NaOH 2M. Hasil pengujian menunjukkan bahwa produk sintesis sedikit larut dalam akuades dan larut sempurna dalam larutan NaOH 2M. Gambar 4.3 menunjukkan hasil uji kelarutan produk sintesis dalam akuades dan larutan NaOH 2M.



Gambar 4.3 Kelarutan produk sintesis dalam (a) akuades, dan (b) larutan NaOH

Prinsip uji kelarutan produk sintesis dengan larutan NaOH 2M ini berdasarkan reaksi asam basa Bronsted-Lowry, yaitu reaksi transfer proton. Senyawa yang bertindak sebagai asam adalah senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol. Senyawa ini mendonorkan protonnya terhadap NaOH yang bertindak sebagai basa. Adapun reaksi antara asam dan basa akan menghasilkan garam, yang mana dapat larut sempurna dalam air. Reaksi antara

senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan NaOH ditunjukkan pada Gambar 4.4.



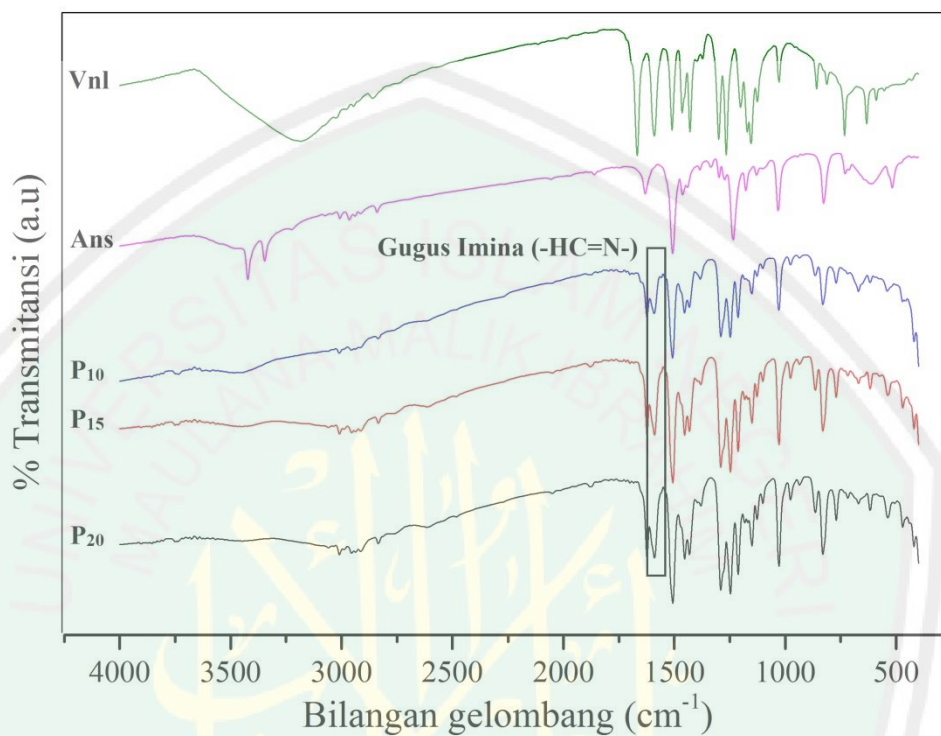
Gambar 4.4 Reaksi senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan NaOH

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol merupakan senyawa yang termasuk dalam golongan senyawa fenolat, karena senyawa ini memiliki gugus hidroksil (-OH) yang terikat pada cincin aromatik. Senyawa fenolat memiliki karakter cenderung bersifat asam, sehingga senyawa ini dapat mendonorkan protonnya/atom H dari gugus hidroksil yang dimiliki. Adapun untuk menstabilkan strukturnya, elektron pada atom O pada gugus hidroksil akan didelokalisasikan ke dalam cincin aromatik. Reaksi antara senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan larutan NaOH 2M menyebabkan ion H⁺ pada senyawa basa Schiff digantikan oleh ion Na⁺, sehingga terbentuk suatu garam fenolat, garam fenolat inilah yang dapat larut sempurna dalam air.

4.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR

Spektroskopi FTIR digunakan untuk mengetahui jenis gugus fungsi yang terdapat baik dalam reaktan ataupun dalam produk sintesis. Tampilan spektrum FTIR menunjukkan puncak-puncak yang menunjukkan gugus-gugus tertentu

dengan grafik perbandingan transmittan (%T) terhadap serapan bilangan gelombang. Gambar 4.5 menunjukkan spektra IR dari reaktan dan produk sintesis.



Gambar 4.5 Spektra IR reaktan dan produk sintesis

Hasil karakterisasi FTIR terhadap ketiga produk sintesis memperlihatkan adanya serapan gugus imina ($C=N$) yang merupakan serapan khas senyawa basa Schiff, pada bilangan gelombang $1590\text{--}1591\text{ cm}^{-1}$ dengan karakteristik serapan yang tajam dan kuat. Hasil ini memiliki kemiripan dengan hasil sintesis yang dilakukan oleh Singh, dkk. (2008) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dan menghasilkan produk sintesis dengan adanya serapan gugus imina pada bilangan gelombang 1589 cm^{-1} . Adapun serapan gugus fungsi yang lain pada senyawa produk sintesis dirangkum pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Serapan gugus fungsi dari ketiga produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		
	P ₁₀	P ₁₅	P ₂₀
-OH <i>stretching</i>	3483	3448	3447
Csp ² -H <i>stretching</i> aromatik	3009	3008	3008
Csp ³ -H <i>stretching</i> alifatik	2954	2954	2954
Overtone aromatik	2050-1878	2050-1878	2050-1878
C=C aromatik	1623 dan 1508	1623 dan 1506	1623 dan 1506
-C=N <i>stretching</i>	1591	1590	1590
Ph-O-C asimetrik	1247	1247	1247
C-O <i>stretching</i> fenol	1212	1212	1212
Ph-O-C simetrik	1029	1029	1029
CH ₂ <i>bending</i> aromatik	830	830	830

Serapan pada daerah bilangan gelombang 3483-3447 cm⁻¹ menunjukkan adanya serapan melebar sebagai vibrasi -OH *stretching* yang khas untuk gugus hidroksil. Serapan pada bilangan gelombang 3009-3008 cm⁻¹ menunjukkan serapan Csp²-H aromatik. Vibrasi pada bilangan gelombang 2954 cm⁻¹ memberi petunjuk adanya serapan Csp³-H alifatik, didukung dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1247 cm⁻¹ yang merupakan serapan Ph-O-C asimetrik, dan serapan pada bilangan gelombang 1029 cm⁻¹ yang merupakan serapan Ph-O-C simetrik yang menunjukkan adanya substituen metoksi pada produk sintesis. Serapan pada bilangan gelombang 2050-1878 cm⁻¹ menunjukkan serapan *overtone* aromatik. Serapan khas untuk gugus C=C aromatik terletak pada bilangan gelombang 1623 dan 1506 cm⁻¹. Vibrasi yang tajam pada daerah bilangan gelombang 1212 cm⁻¹ menandakan adanya vibrasi dari gugus C-O. Berdasarkan data spektroskopi FTIR dapat diketahui bahwa senyawa yang terdapat dalam produk sintesis mempunyai vibrasi gugus O-H, gugus Csp²-H

aromatik, gugus $\text{Csp}^3\text{-H}$ alifatik, gugus C=C aromatik, gugus Ph-O-C , serta gugus C-O , yang diduga kuat merupakan senyawa target.

Tabel 4.4 Perbandingan serapan gugus fungsi reaktan dan produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		
	Vanilin	<i>p</i> -Anisidin	Produk Sintesis
-OH <i>stretching</i>	3181	-	3447-3483
-N-H	-	3423-3347	-
-C=O	1665	-	-
-C=N	-	-	1590-1591

Spektra FTIR dari produk sintesis juga dibandingkan dengan spektra FTIR dari reaktan (vanilin dan *p*-anisidin) guna mengetahui keberhasilan dari sintesis yang dilakukan. Tabel 4.4 menunjukkan perbandingan serapan gugus fungsi baik dari reaktan maupun produk sintesis. Vanilin memiliki serapan -C=O (karbonil) yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang 1665 cm^{-1} , sedangkan pada produk sintesis tidak terbaca serapan gugus tersebut. Serapan pada bilangan gelombang 3181 cm^{-1} mengindikasikan gugus fungsi -OH yang ada pada vanilin, dan pada produk sintesis serapan gugus fungsi -OH ini mengalami pergeseran serapan ke arah bilangan gelombang yang lebih besar, yakni pada bilangan gelombang $3447\text{-}3483\text{ cm}^{-1}$. Pergeseran serapan gugus fungsi -OH ini dimungkinkan karena gugus -OH yang ada pada produk sintesis terikat pada senyawa aromatis dengan sistem terkonjugasi yang lebih panjang daripada gugus -OH yang terikat pada vanilin. Sehingga ikatan -OH yang ada pada produk sintesis lebih pendek dan kaku daripada ikatan -OH yang ada pada vanilin. Hal inilah yang menyebabkan energi vibrasi gugus -OH pada produk sintesis lebih besar daripada energi vibrasi gugus

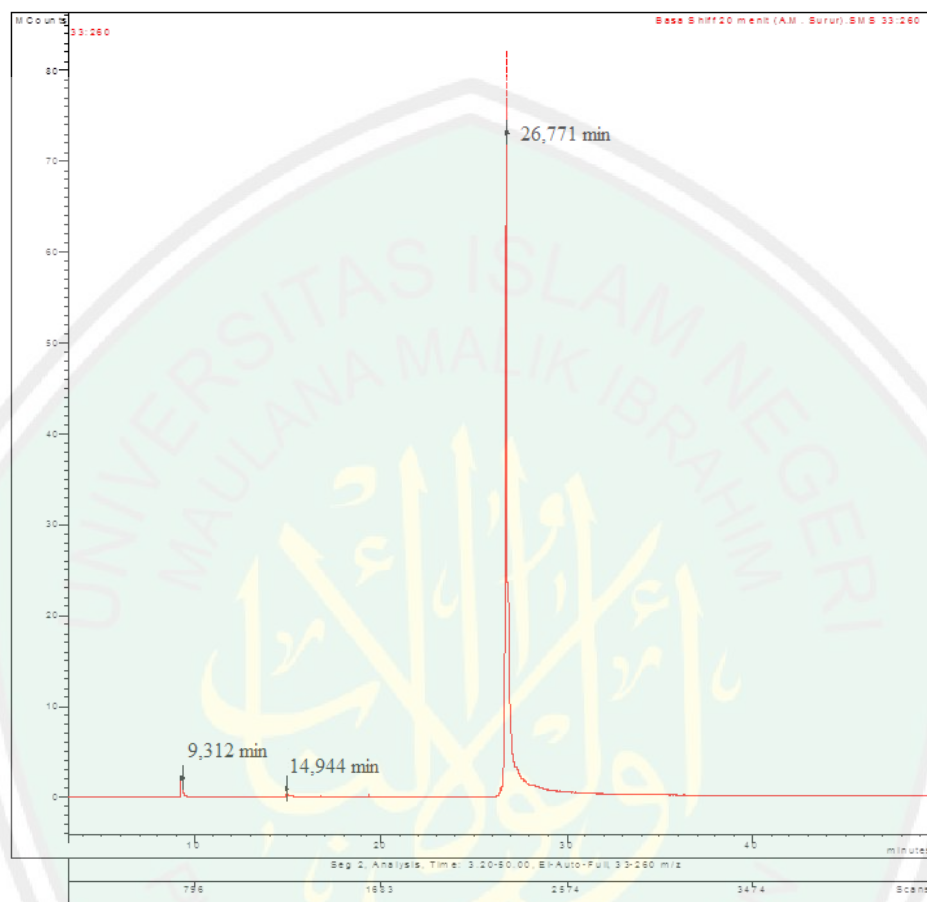
-OH pada vanilin. Pada spektra *p*-anisidin terdapat serapan gugus fungsi -N-H pada gelombang 3423-3347 cm^{-1} , sedangkan serapan gugus fungsi -N-H ini tidak terdapat pada spektra produk sintesis. Hal ini dikarenakan ikatan -N-H pada *p*-anisidin putus dan berikatan dengan karbonil dari vanilin membentuk ikatan imina yang ada pada produk sintesis, dengan serapan gugus imina yang muncul pada bilangan gelombang 1590-1591 cm^{-1} . Serapan gugus imina dari ketiga produk sintesis memiliki perbedaan intensitas serapan, dimana intensitas serapan tersebut bertambah kuat seiring dengan bertambahnya waktu penggerusan. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin lama waktu penggerusan yang diberikan, maka produk sintesis yang diperoleh mempunyai konsentrasi yang lebih tinggi.

4.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi GC-MS

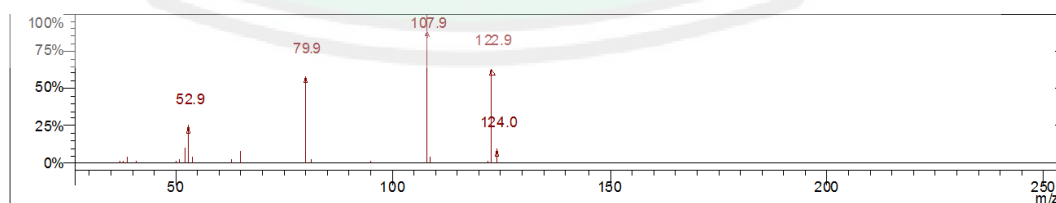
Karakterisasi menggunakan GC-MS dilakukan untuk mengidentifikasi senyawa yang terdapat dalam produk sintesis didukung dengan berat molekul dari senyawa tersebut. Analisa menggunakan produk sintesis dengan variasi waktu penggerusan 20 menit karena memiliki % produk terbesar dari variasi yang lainnya, sehingga dimungkinkan senyawa target yang terbentuk lebih banyak. Berdasarkan hasil analisa GC diperoleh 3 puncak spektrum kromatogram. Adapun kromatogram hasil analisa GC terdapat pada Gambar 4.6.

Kromatogram hasil GC (Gambar 4.6) menunjukkan bahwa dalam produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit terdapat tiga komponen senyawa, karena produk sintesis tersebut terpisahkan menjadi tiga puncak. Ketiga puncak tersebut memiliki waktu retensi dan % luas area yang berbeda-beda. Puncak

pertama memiliki waktu retensi 9,312 menit, adapun analisa MS untuk puncak pertama terdapat pada Gambar 4.7.

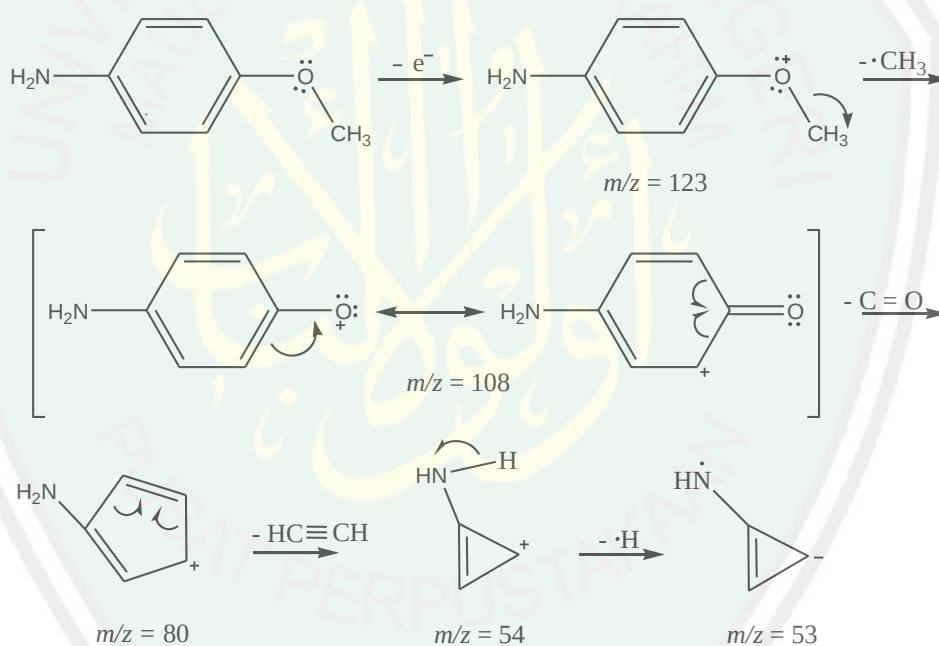


Gambar 4.6 Kromatogram hasil karakterisasi GC produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit



Gambar 4.7 Spektrum massa puncak 1

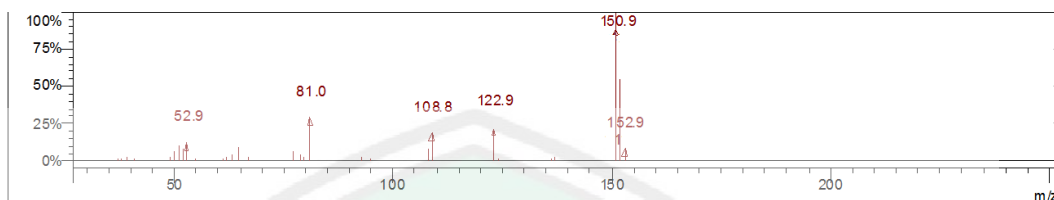
Spektrum massa puncak pertama memiliki ion molekuler dengan m/z 123 yang nilainya sama dengan berat molekul *p*-anisidin. *p*-Anisidin merupakan reaktan yang digunakan dalam sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol. Senyawa *p*-anisidin terbaca dalam kromatogram diduga merupakan sisa reaktan yang tidak bereaksi. Senyawa ini memiliki *base peak* dengan nilai m/z 108 yang diperoleh dari pelepasan gugus radikal metil. Adapun kemurnian senyawa *p*-anisidin dalam produk sintesis sebesar 1,96%. Perkiraan pola fragmentasi puncak pertama ditunjukkan pada Gambar 4.8.



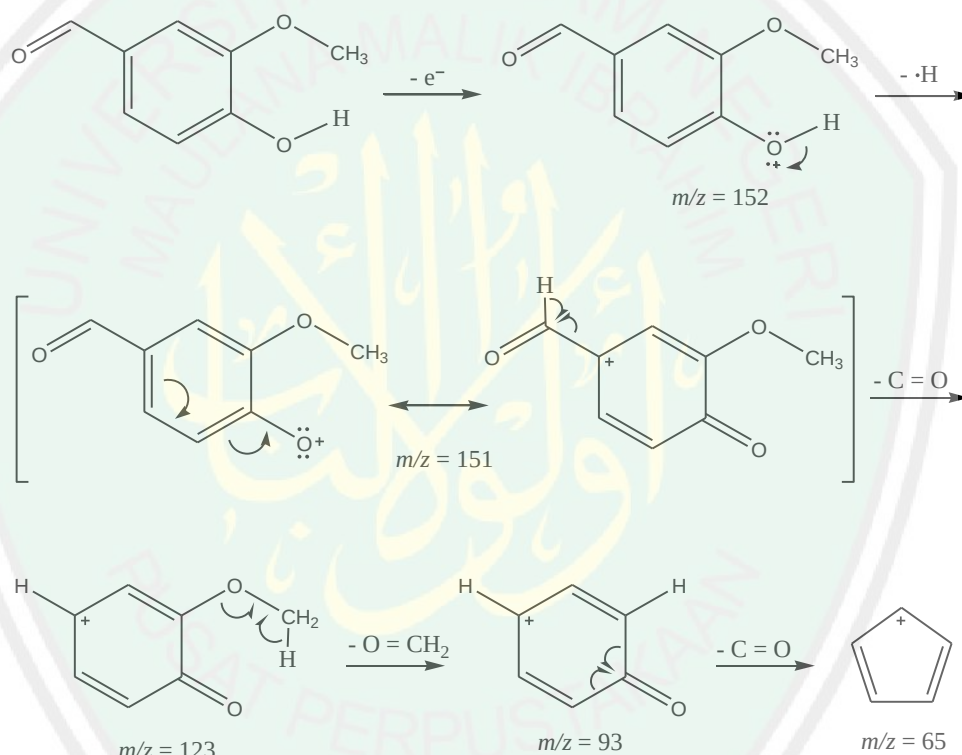
Gambar 4.8 Perkiraan pola fragmentasi puncak 1

Puncak kedua memiliki waktu retensi sebesar 14,944 menit. Spektra massa puncak kedua ditunjukkan pada Gambar 4.9. Berdasarkan spektra massa tersebut, diduga bahwa puncak kedua merupakan senyawa vanilin. Hal ini berdasarkan

bahwa senyawa ini memiliki ion molekuler dengan nilai m/z 152. Nilai m/z tersebut sama dengan berat molekul vanilin.



Gambar 4.9 Spektrum massa puncak 2

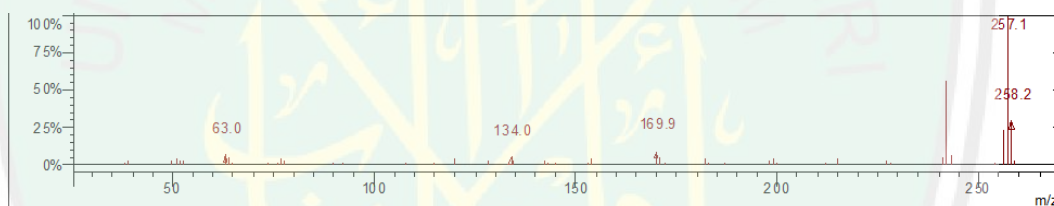


Gambar 4.10 Perkiraan pola fragmentasi puncak 2

Adapun vanilin merupakan reaktan yang digunakan dalam sintesis senyawa basa Schiff ini disamping *p*-anisidin. Vanilin memiliki berat molekul dan titik didih yang lebih tinggi daripada *p*-anisidin, sehingga vanilin memiliki waktu retensi yang lebih besar daripada *p*-anisidin. Kemurnian senyawa vanilin yang terdapat

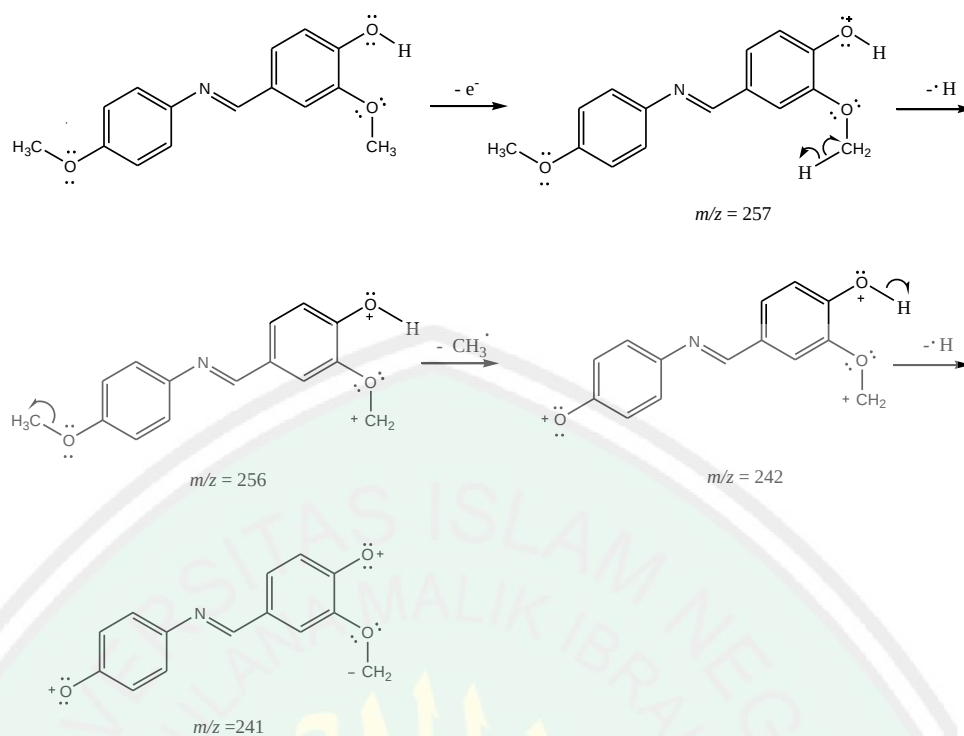
dalam produk sintesis adalah sebesar 0,65%. Adapun perkiraan pola fragmentasi puncak kedua ditunjukkan pada Gambar 4.10.

Spektra massa pada Gambar 4.11 merupakan puncak ketiga yang memiliki waktu retensi sebesar 26,771 dan ion molekuler dengan nilai m/z 257. Senyawa ini memiliki kemurnian sebesar 97,39%, yang berarti bahwa senyawa pada puncak ketiga memiliki kadar yang paling besar dalam produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit. Nilai m/z 257 memiliki kesamaan dengan berat molekul senyawa target, yakni senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol. Diduga bahwa puncak ketiga merupakan senyawa target dalam sintesis ini. Perkiraan pola fragmentasi puncak ketiga ditunjukkan pada Gambar 4.12.



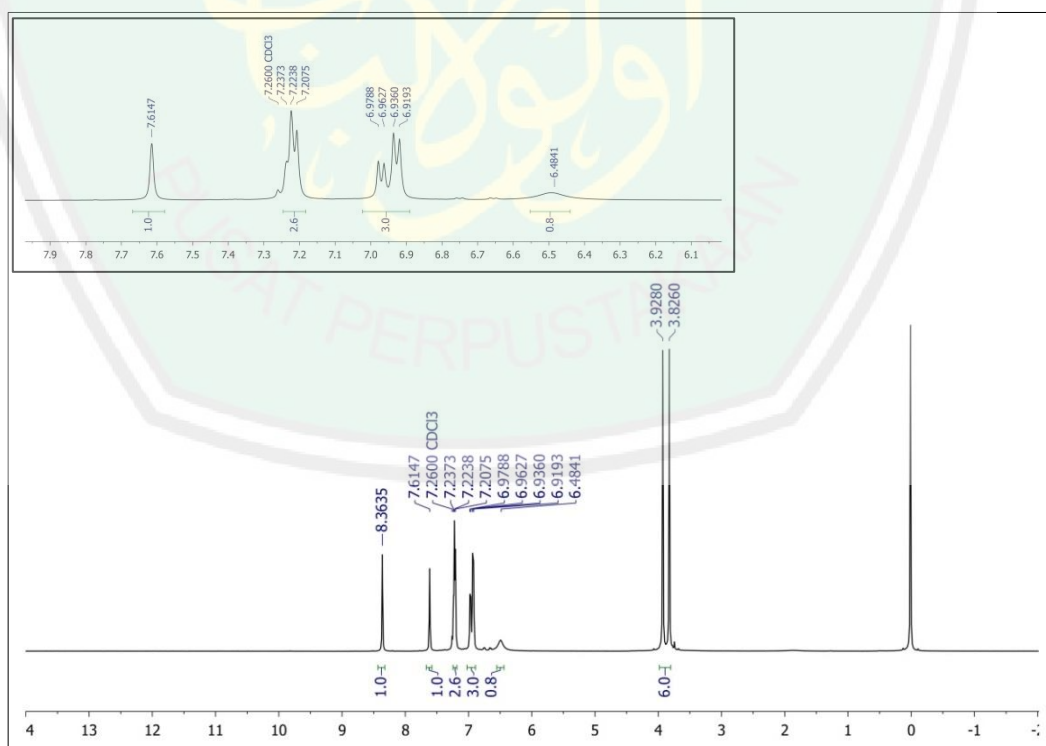
Gambar 4.11 Spektrum massa puncak 3

Ion molekuler dengan nilai m/z 257 juga merupakan *base peak* senyawa, artinya ion ini merupakan ion yang paling banyak terbentuk atau ion yang paling stabil. Selain m/z 257, fragmen yang memiliki kelimpahan yang tinggi adalah m/z 242. Fragmen ini diperoleh dari pelepasan gugus metil radikal, sehingga diperoleh struktur yang dapat mengalami resonansi. Fragmen-fragmen yang memiliki kelimpahan tinggi pada spektra massa menunjukkan kestabilan struktur dari ion, sehingga terbaca oleh detektor dalam jumlah yang tinggi.



Gambar 4.12 Perkiraan pola fragmentasi puncak 3

4.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi ^1H NMR

Gambar 4.13 Spektrum ^1H NMR produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit

Karakterisasi ^1H NMR terhadap produk sintesis dilakukan untuk mengetahui gambaran berbagai jenis atom hidrogen dalam molekul. Spektrum ^1H NMR yang diperoleh dapat memberikan informasi berhubungan dengan pergeseran kimia proton, bentuk sinyal, serta jumlah proton. Hasil spektrum ^1H NMR produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit dalam pelarut CDCl_3 dapat dilihat pada Gambar 4.13, adapun interpretasi sinyal-sinyal proton yang muncul terdapat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Interpretasi spektrum ^1H NMR produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit

Posisi H	δ (ppm)	Bentuk Sinyal	Jumlah Proton	Struktur Senyawa
1	3,83	s	3H	
2	3,93	s	3H	
3	6,48	s	1H	
4	6,92-6,94	d	2H	
5	6,96-6,98	d	1H	
6	7,21-7,22	d	2H	
7	7,24	d	1H	
8	7,62	s	1H	
9	8,36	s	1H	

Keterangan :
s = *singlet*
d = *doublet*

Data yang diperoleh dari spektrum ^1H NMR (Gambar 4.13) menunjukkan adanya dua sinyal proton metoksi ($-\text{OCH}_3$) pada pergeseran kimia 3,83 ppm (3H, s) dan 3,93 ppm (3H, s). Sinyal Proton hidroksi ($-\text{OH}$) muncul pada pergeseran kimia 6,48 ppm (1H, s). Selanjutnya muncul beberapa sinyal proton aromatis (δ 6-8 ppm) pada pergeseran kimia 6,92-6,94 ppm (2H, *d*); 6,96-6,98 ppm (1H, *d*);

7,21-7,22 ppm (2H, *d*); 7,24 ppm (1H, *d*); dan 7,62 ppm (1H, *s*). Kemudian adanya satu sinyal proton yang mengindikasikan sinyal proton imina ($-\text{CH}=\text{N}$), yaitu pada pergeseran kimia 8,36 ppm (1H, *s*). Pelarut yang digunakan pada pengujian ^1H NMR adalah CDCl_3 , yang sinyalnya muncul pada pergeseran kimia 7,26 ppm. Adapun sinyal pada pergeseran kimia 7,24 ppm (1H, *s*) diduga mengalami *overlapping* dengan sinyal pada pergeseran kimia 7,21-7,22 ppm (2H, *d*), sehingga sinyal pada pergeseran 7,24 ppm tersebut yang awalnya memiliki bentuk sinyal *singlet* dan jumlah proton satu seharusnya memiliki bentuk sinyal *doublet* dan memiliki jumlah proton dua. Pergeseran kimia menunjukkan posisi proton pada sampel yang diuji. Terdapat beberapa proton yang ekuivalen karena memiliki lingkungan kimia yang sama, sehingga memiliki pergeseran kimia yang sama pula. Proton imina memiliki pergeseran kimia yang paling besar dalam senyawa ini, hal ini dikarenakan beberapa sebab, seperti ikatan kovalen π , pengaruh cincin aromatik, serta keelektronegatifan atom /gugus tetangga yang mengakibatkan berkurangnya kerapatan elektron, sehingga mudah dipengaruhi oleh medan magnet internal.

Berdasarkan data spektrum IR dan ^1H NMR yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit merupakan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol yang memiliki inti aromatis dengan substitusi gugus metoksi. Hal ini juga diperkuat dengan data GC-MS yang menunjukkan berat molekul dari senyawa target yang sesuai.

4.7 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan dalam Perspektif Islam

Pelestarian berarti pengelolaan sumber daya alam yang menjamin pemanfaatannya secara bijaksana dan menjamin kesinambungan persediaan dengan tetap memelihara dan meningkatkan kualitas nilai dan keanekaragaman. Adapun secara fungsional ekologis, kata pelestarian lingkungan diartikan sebagai kegiatan melindungi lingkungan dari pencemaran dan kerusakan. Dalam dunia sintesis, pelestarian lingkungan dapat dilakukan dengan cara sintesis menggunakan metode *green synthesis*. Sebagai contoh dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan. Penggunaan pelarut air dan metode penggerusan dalam sintesis dapat mengurangi penggunaan bahan-bahan kimia yang dapat menambah terbentuknya limbah kimia yang berbahaya.

Peringatan agar manusia tidak membuat kerusakan terhadap lingkungan telah Allah SWT sebutkan dalam surat ar-Rum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا
لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

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

Tafsir al-Maraghi (1974) menjelaskan bahwa kata فساد secara bahasa berarti kerusakan yang telah terjadi. Ayat ini menjadi isyarat bahwa telah muncul berbagai kerusakan lingkungan sebagai akibat dari apa yang dilakukan oleh umat

manusia berupa kezaliman, banyaknya lenyapnya perasaan dari pengawasan Yang Maha Pencipta. Mereka melupakan sama sekali akan hari hisab, hawa nafsu terlepas bebas dari kalangan sehingga menimbulkan berbagai macam kerusakan di muka bumi. Karena tidak ada lagi kesadaran yang timbul dari dalam diri mereka, akhirnya Allah SWT merasakan kepada mereka balasan dari sebagian apa yang telah mereka kerjakan berupa kemaksiatan dan perbuatan-perbuatan lalu yang berdosa. Barangkali mereka mau kembali dari kesesatannya lalu bertaubat dan kembali kepada jalan petunjuk. Allah SWT juga berfirman mengenai hukum kewajiban untuk menjaga kelestarian dan keseimbangan ekosistem dalam surat al-Maidah ayat 32:

مَنْ قَتَلَ نَفْسًا بِغَيْرِ نَفْسٍ أَوْ فَسَادٍ فِي الْأَرْضِ فَكَأَنَّمَا قَتَلَ النَّاسَ جَمِيعًا... ﴿٣٢﴾

“Barang siapa membunuh suatu spesies, bukan karena alasan hukum, sama halnya ia membunuh seluruh spesies”

Shihab (2003) menerangkan bahwa kata قتل dalam ayat ini berarti membunuh bukan karena *haq*. Ayat ini menjelaskan bahwa menghilangkan salah satu komponen ekosistem sama halnya merusak keseimbangan ekosistem itu sendiri. Dengan itu, manusia wajib hukumnya menjaga kelestarian seluruh spesies dalam ekosistem. Karena setiap spesies mempunyai unsur ekologis yang tidak dapat digantikan oleh spesies yang lainnya. Sehingga melindungi kelestarian ekosistem adalah wajib hukumnya. Demikianlah tuntunan Allah SWT tentang bagaimana seharusnya sikap manusia terhadap lingkungan, dan Allah SWT juga menjanjikan pahala yang tiada taranya bagi orang yang senantiasa memelihara dan melestarikan lingkungan serta tidak membuat kerusakan.

Sintesis senyawa basa Schiff dalam penelitian ini dilakukan dengan cara memvariasikan waktu penggerusan dalam mereaksikan senyawa vanilin dan *p*-anisidin, sehingga diketahui variasi waktu terbaik dalam mereaksikan senyawa tersebut. Berdasarkan hasil penelitian diketahui bahwa variasi waktu penggerusan terbaik dalam mereaksikan senyawa vanilin dan *p*-anisidin adalah pada waktu 20 menit, dengan rendemen yang dihasilkan sebesar 96,35%. Kondisi reaksi yang berbeda dapat menghasilkan hasil yang berbeda pula, hal ini menandakan bahwa Allah SWT menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran yang telah ditentukan, sebagaimana firman Allah SWT dalam surat al-Furqan ayat 2:

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ
وَحَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ۝

“Yang kepunyaan-Nya lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu baginya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya”

Shihab (2003) menjelaskan bahwa kata قدر menurut bahasa berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang. Kata قدر juga diartikan sebagai ketentuan dan sistem yang ditetapkan segala sesuatu. Adapun kata تقدیرا adalah bentuk masdar dari kata قدر. Ayat ini menerangkan bahwa Allah SWT menciptakan segala sesuatu dengan ukuran-ukuran tertentu, sehingga semuanya pasti memiliki manfaat dan tidak ada yang bernilai sia-sia.

Produk yang diperoleh dari penelitian ini adalah senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol. Selanjutnya senyawa ini dapat diuji aktivitasnya, sehingga diketahui kemanfaatannya untuk kemaslahatan manusia.

Allah SWT menciptakan manusia sebagai makhluk yang sempurna yang mempunyai akal. Melalui akal, manusia dapat memperhatikan, menganalisa sesuatu yang menghasilkan pengetahuan dan hikmah, serta mengamalkan apa yang telah diketahui. Berkaitan dengan hal tersebut, Allah SWT berfirman dalam surat al-Hasyr ayat 18:

يَا أَيُّهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا اتَّقُوا اللَّهَ وَلْتَنْظُرْ نَفْسٌ مَّا قَدَّمَتْ لِغَدٍ وَاتَّقُوا اللَّهَ إِنَّ اللَّهَ خَبِيرٌ
بِمَا تَعْمَلُونَ ﴿١٨﴾

“Hai orang-orang yang beriman, bertakwalah kepada Allah dan hendaklah setiap diri memperhatikan apa yang telah dikedepankannya untuk hari esok (akhirat), dan bertakwalah kepada Allah, sesungguhnya Allah maha mengetahui apa yang kamu kerjakan”

Kata قدمت (dikedepankannya) menurut Shihab (2003) memiliki arti amal perbuatan. Amal yang dilakukan untuk meraih manfaat di masa depan seperti mengkaji dan mengeksplorasi ilmu pengetahuan sehingga dapat berguna dalam waktu panjang, seperti penelitian tentang sintesis senyawa basa Schiff. Penggunaan kata نفس (diri) yang berbentuk tunggal menyiratkan bahwa tidak cukup penilaian dari sebagian atas yang lain, tetapi masing-masing orang harus melakukannya sendiri-sendiri atas dirinya. Oleh karena itu, islam menganjurkan umatnya untuk mengamalkan hal baik yang diketahuinya. Penelitian mengenai sintesis senyawa basa Schiff ini merupakan bentuk amal sholeh, sebab senyawa basa Schiff memiliki banyak manfaat, seperti sebagai antioksidan (Saranya dan Lakshmi, 2015), antiinflamasi dan analgesik (Ali, dkk., 2012), antihipertensi, antikanker, dan antimikroba (Anand, dkk., 2012), antibakteri (Chaluvaraju dan Zaranappa, 2011; Bhai dkk., 2014), dan antimalaria (Brodowska dkk., 2014).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Waktu penggerusan terbaik dalam sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol adalah 20 menit, dengan % hasil sebesar 96,35%.
2. Hasil karakterisasi produk sintesis secara fisik berupa padatan, berwarna abu-abu kehijauan, memiliki titik leleh berkisar 129-132 °C.
3. Hasil spektra FTIR menunjukkan adanya serapan khas gugus imina (-HC=N-) pada bilangan gelombang 1590-1591 cm^{-1} . Hasil GC-MS menunjukkan adanya puncak pada waktu retensi 26,771 menit dengan kemurnian sebesar 97,39% dan ion molekuler m/z 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol. Karakterisasi $^1\text{HNMR}$ produk sintesis menunjukkan adanya 9 lingkungan kimia yang sesuai dengan karakter $^1\text{HNMR}$ senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol, didukung dengan adanya sinyal khas *singlet* proton imina pada pergeseran kimia 8,36 ppm (1H, s).

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan karakterisasi $^{13}\text{CNMR}$ terhadap produk sintesis untuk memperkuat hasil $^1\text{HNMR}$ yang diperoleh.
2. Perlu dilakukan uji aktivitas terhadap hasil sintesis yang diperoleh agar diketahui manfaatnya.

DAFTAR PUSTAKA

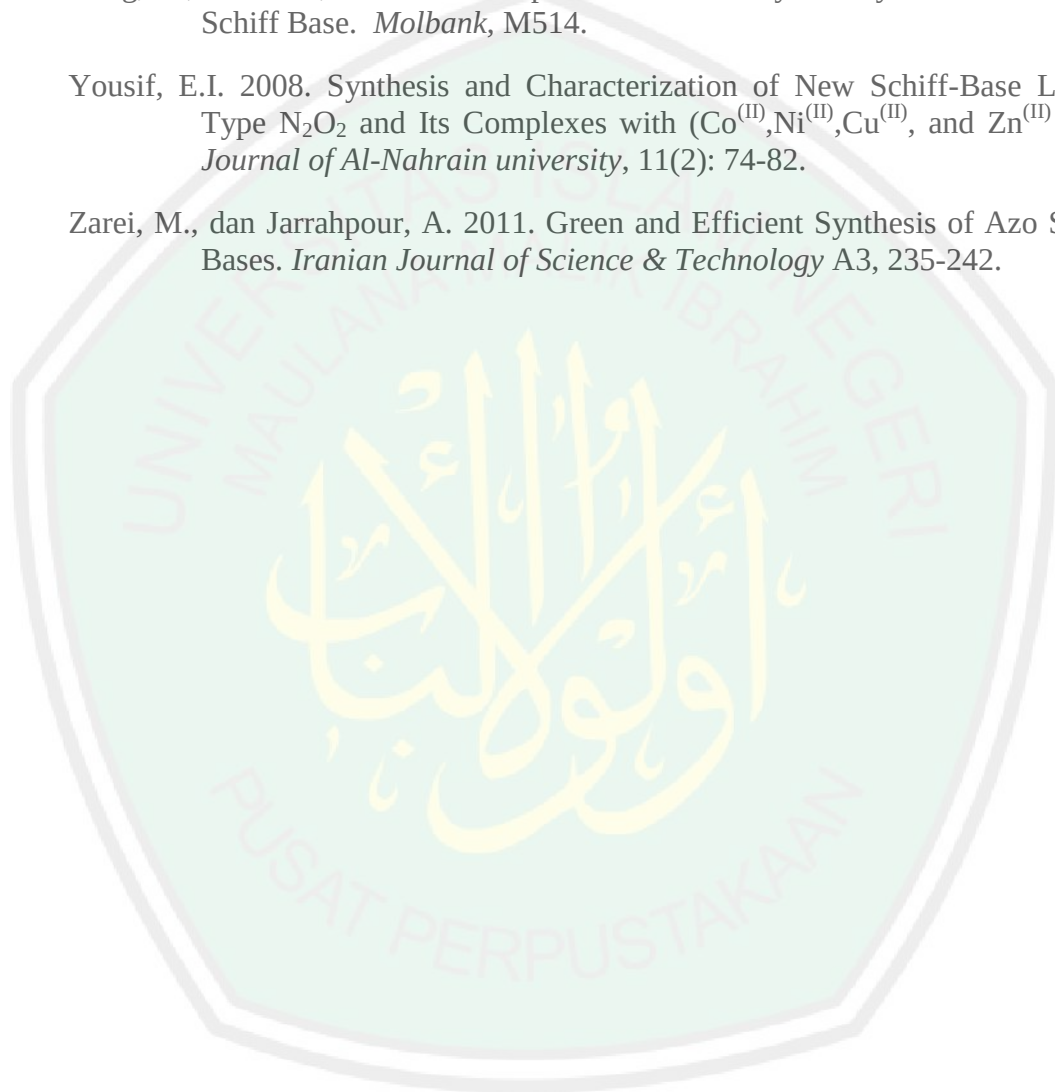
- Adawiyah, R. 2017. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-Anisidin menggunakan Metode Penggerusan. *Skripsi*. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Al-Hakimi, N. S. 2016. Sintesis Senyawa Imina dari Vanilin dan Anilina dengan Variasi Jumlah Katalis Air Jeruk Nipis. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ali MM., Jesmin M., Azad MAK., Islam MK., dan Zahan R. 2012. Anti-inflammatory and analgesic activity of acetophenone and benzophenone semicarbazones. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine* S2,S1036-S1039.
- Anand, P., Patil, V. M., Sharma¹, V. K., Khosa¹, R. L., dan Masand N. 2012. Schiff bases: A Review on Biological Insights. *International Journal of Drug Design and Discovery*, 3(3): 851-868.
- Ashraf, M. A., Mahmoud K., dan Wajid A. 2011. Synthesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases. *IPCBE*, 10: 1-7.
- Bendale, A. R., Bhatt, R., Nagar, A., Jadhav, A. G., dan Vidyasagar, G. 2011. Schiff Base Synthesis By Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*, 3(2): 34-38.
- Bhai, D., Girija, C. R., dan Reddy, R. 2014. Green Syntesis of Novel Schiff Bases Derived from 2,6 Diamino Pyridine Characerization and Biological Activity. *Journal of Advances in chemistry*, 10(5): 2705-2710.
- Bose, A. K., Pednekar, S., Ganguly, S. N., Chakraborty, G., dan Manhas, M. S. 2004. A Simplified Green Chemistry Approach to The Biginelli Reaction Using 'Grindstone Chemistry'. *Tetrahedron Letters*, 8531-8353.
- Brodowska, K., dan Lodgya, E. 2014. Schiff Bases-Interesting Range of Applications in Various Fields of Science. *CHEMIK*, 68(2): 129-134.
- Chaluvaraju dan Zaranappa. 2011. Synthesis and Biological Evaluation of some Isatin derivatives for Antimicrobial Properties. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 2(1): 541-546.
- Chigurupati, S. 2015. Designing New Vanillin Schiff Bases and their Antibacterial Studies. *Journal of Medical and Bioengineering*, 4(5): 363-366.

- Collinson, Simon. R., dan Fenton, David E. 1996. Metal Complexes of BibracchialSchiff Base Macrocycle. *Coordination Chemistry Reviews*, 148,19-40.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi Universitas Andalas.
- Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga.
- Gritter, R. J., Bobbit, J M., dan Schwarting, A E. 1991. *Pengantar Kromatografi* (K. Padmawinata, Trans.). Bandung: Penerbit ITB Bandung.
- Hasanah, U. 2017. Synthesis of Schiff Base Compound from Vanilin and *p*-Toluidine by Solvent Free-Mechanochemical Method. *Proceeding of International Conference on Green Technologi*, 8(1): 278-281.
- Kementerian Kesehatan RI. 2016. *Kimia Organik*. Jakarta: Pusdik SDM Kesehatan.
- Khasanudin, A. 2018. Sintesis Senyawa 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.
- Kouznetsov, V. K., Arenas, D. R. M., Bonilla, C. A. M., Macias, M. A., Rousset, P., dan Gauthier, G. H. 2016. Grinding and Milling: Two Efficient Methodologies in the Solvent-Free Phosphomolybdic Acid-Catalyzed and Mechanochemical Synthesis of *cis*-4-Amido-N-yl-2-methyltetrahydroquinolines. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 00(00): 1-10.
- Kumar, K.G., dan Jhon, K.S. 2006. Complexation and Ion Removal Studies of a Polystyrene Anchored Schiff Base. *Reactive and Functional Polymers*, 66: 1427-1433.
- Kumar, R., Sharma, P.K., dan Mishra, P. S. 2012. A Review on the Vanillin Derivatives Showing Various Biological Activities. *International Journal of PharmTech Research*, 4(1): 266 - 279.
- Kumar, S., Jyotirmayee, K., dan Sarangi, M. 2013. Thin Layer Chromatography: A Tool of Biotechnology for Isolation of Bioactive Compounds from Medicinal Plants. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, 18(1): 126-132.
- Lancaster, M. Education in Chemistry. 2000;27(2):pp. 40-46.
- Li, Chao J. dan Chan, Tak H. 2007. *Comprehensive Organic Reactions in Aqueous Media, Second Edition*. A Jhon Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey.

- Maila, W. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan P-Toluidin Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia* S.). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- McMurry, J. 2007. *Organic Chemistry*. New York: Baker Laboratory. Patil, S., Jadhav, S. D., and Shinde, S. K. 2012. CES as an Efficient Natural Acid Catalyst for Synthesis of Schiff Bases Under Solvent-Free Condition: An Innovative Green Approach. *Organic Chemistry International*, 1-5.
- Menon, S. dan N. Nayeem. 2013. Vanilla planifolia: A Review of a Plant Commonly Used as Flavouring Agent. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, 20(2).42: 225-228.
- 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.
- P. Singh, R. L. Goel, dan B. P. Singh. 1975. 8-acetyl-7-hydroxy-4-methyl coumarin as a gravimetric reagent for Cu^{2+} and Fe^{3+} . *Journal of the Indian Chemical Society*. 52: 958-959.
- Patil, S., Jadhav, S. D., dan Shinde, S. K. 2012. CES as an Efficient Natural Acid Catalyst for Synthesis of Schiff Bases Under Solvent-Free Condition: An Innovative Green Approach. *Organic Chemistry International*, 1-5.
- Priatama, Agung. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-Toluidin Menggunakan Pelarut Air. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Putri, S.A. 2009. Aplikasi Reaksi Canizzaro terhadap Benzaldehida dan p-Anisaldehyde dengan Kondisi Tanpa Pelarut. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas MIPA. Universitas Sebelas Maret Surakarta.
- Quthb, Sayyid. 2003. Tafsir Fi Zhilalil Qur'an di Bawah Naungan Al-Qur'an Jilid VII. Jakarta: Gema Insani Press.
- Rao, V. K., Reddy, S. S., Krishna, B. S., Naidu, K. R. M., Raju, C. N., dan Ghosh, S. K. 2010. Synthesis of Schiff's Base in Aqueous Medium: A green Alternative Approach with Effective Mass Yield and High Reaction Rates. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 3(3): 217-223.
- Rohman, Abdul. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Sana, S., Reddy, K. R., Rajanna, K. C., Venkateswarlu, M., dan Ali, M. M. 2012. Mortar-Pestle and Microwave Assisted Regioselective Nitration of Aromatic Compounds in Presence of Certain Group V and VI Metal Salts Under Solvent Free Conditions. *International Journal of Organic Chemistry*, 2: 233247.

- Sankari, G., E. Kriahnamoorthy, S. Jayakumaran, S. Gunasekaran, V.V. Priya, S. Subramaniam, dan S.K. Mohan. 2010. Analysis of Serum Immunoglobulins Using Fourier Transform Infrared Spectral Measurements. *Biology and Medicine*, 2(3):42-48.
- Saranya, J., dan Lakshmi, S. S. (2015). In vitro antioxidant, antimicrobial and larvicidal studies of schiff base transition metal complexes. *Journal Chemical and Pharmaceutical Research*, 7 (4), 180-181.
- Sastrapradja, S. J. P., Mogeja, Murni, dan S. Jumiati, J. A. 1978. *Palem Indonesia*. Lembaga Biologi Nasional.
- Sharma, U. K., Sood, S., Sharma, N., Rahi, P., Kumar, R., Sinha, A. K., dan Gulati, A. (2013). Synthesis and SAR investigation of natural phenylpropene derived methoxylated cinnamaldehydes and their novel schiff bases as potent antimicrobial and antioxidant agents. *Medical Chemistry Research*, 22, 5129-5140.
- Shihab, Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Penerbit Lentera Hati.
- Singh, N. B., Das, S. S., Gupta, N. B., Gupta, A., dan Frohlich, R. 2008. Vanillin-*p*-Anisidine System: Solid-State Reaction and Density Functional Theory Studies. *Molecular Crystal Liquid Crystal*, 490: 106-123.
- Silverstein, R.M., Basseler, G. C., dan Morrill, T. C. 1991. *Spectrometric Identification of Organic Compound (5th edition ed.)*. New York John Wiley & Sons, Inc.
- Sjostrom, E. 1998. *Kimia Kayu Dasar-dasar dan Penggunaan Edisi kedua* (Terjemahan Dr. Hardjono Sastrohamidjojo). Yogyakarta. Penerbit: Gadjah Mada University Press.
- Svehla, G. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, Edisi kelima*. Terjemahan Setiono, L., dan Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Toda, F. 1995. Solid State Organic Chemistry: Efficient Reactions, Remarkable Yields, and Stereoselectivity. *Account of Chemical Research*, 28: 480-486.
- Ummathur, M .B, Sayudevi, P., dan Krishnankutty, K. 2009. Schiff Bases Of 3-[2-(1,3-Benzothiazol-2-Yl)Hydrazinylidene] Pentane-2,4-Dione With Aliphatic Diamines And Their Metal Complexes. *Journal of the Argentine Chemical Society*, 2009, 97(2), 31-39.
- Vibhute, A.Y., Mokle, S. S., Nalwar, Y. S., Vibhute, Y. B., dan Gurav, V. M. 2009. An Efficient and Operationally Simple Synthesis of Some New Schiff Bases Using Grinding Technique. *Bulletin of the Catalysis Society of India*, (8): 164168.

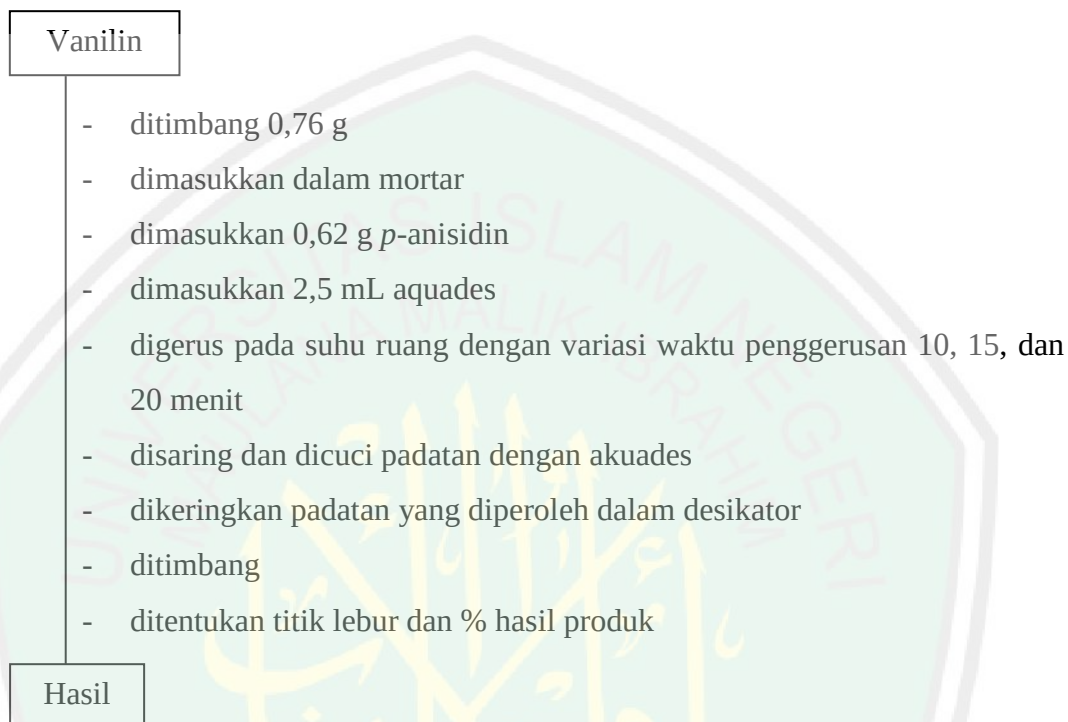
- Weast, Robert C., ed. 1981. *CRC Handbook of Chemistry and Physics* (62nd ed.). Boca Raton, FL: CRC Press. p. C-98.
- Willard, Robert H., Merrit Jr, Lynne L., et al. 1988. *Instrumental Methods of Analysis*. California : Wadsworth Publishing Company.
- Wulandari, Lestyo. 2011. *Kromatografi Lapis Tipis*. Jember: PT. Taman Kampus Presindo.
- Yang, Z., dan Sun, P. 2006. Compare of Three Ways of Synthesis of Simple Schiff Base. *Molbank*, M514.
- Yousif, E.I. 2008. Synthesis and Characterization of New Schiff-Base Ligand Type N_2O_2 and Its Complexes with $(Co^{(II)}, Ni^{(II)}, Cu^{(II)}, \text{ and } Zn^{(II)})$ Ions. *Journal of Al-Nahrain university*, 11(2): 74-82.
- Zarei, M., dan Jarrahpour, A. 2011. Green and Efficient Synthesis of Azo Schiff Bases. *Iranian Journal of Science & Technology* A3, 235-242.



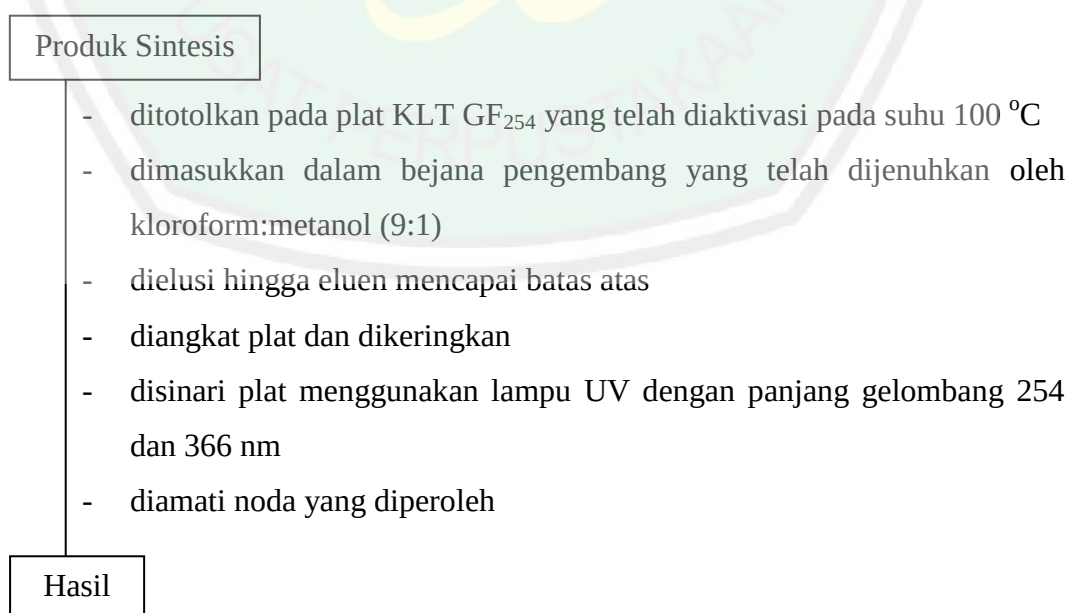
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

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



L.1.2 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT



L.1.3 Uji Titik Lebur Produk Sintesis

Produk Sintesis

- dimasukkan dalam pipa kapiler
- dimasukkan pipa kapiler ke dalam blok kecil di atas blok termometer
- dinyalakan *heating control* dengan memutar pemutar suhu hingga 20 °C/menit
- diturunkan suhu menjadi 10 °C/menit, ketika suhu pada termometer mencapai 60% dari titik lebur senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4metoksifenilimino)metil)-fenol berdasarkan literatur yang ada (132,9 °C)
- diturunkan suhu menjadi 1 °C/menit, ketika suhu pada termometer kurang 15 °C dari titik lebur senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4metoksifenilimino)metil)-fenol berdasarkan literatur yang ada (132,9 °C)
- diamati peleburan sampel pada kaca pengamatan sambil melihat suhu pada termometer

Hasil

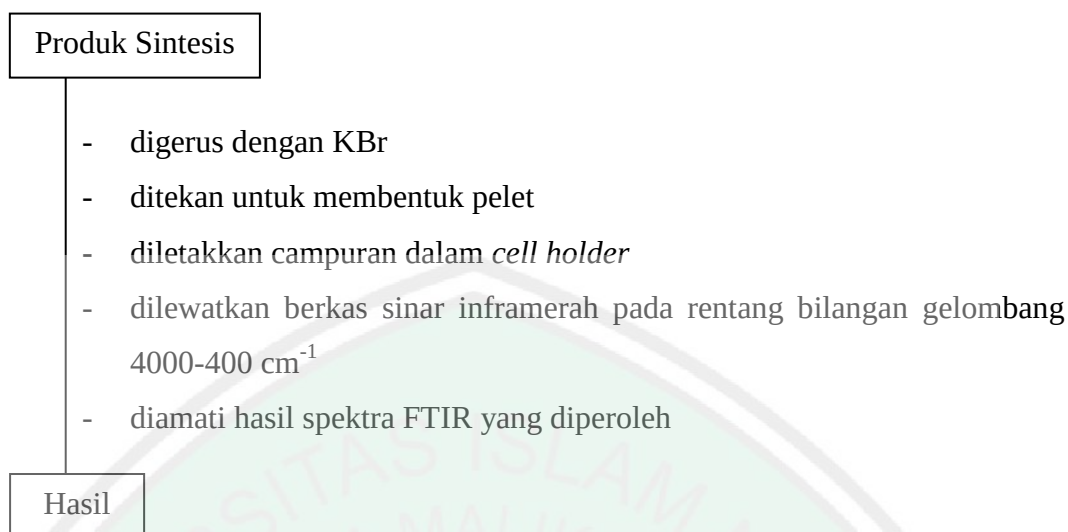
L.1.4 Karakterisasi Produk Sintesis dengan Uji Kelarutan

Produk Sintesis

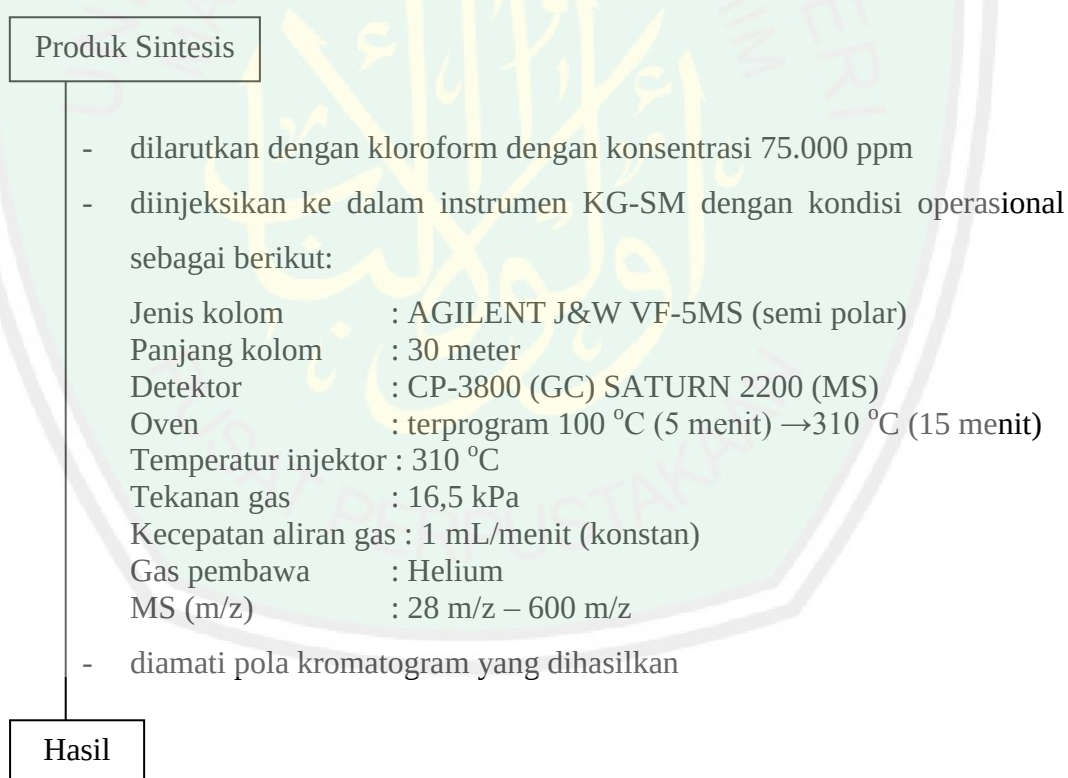
- dimasukkan 0,002 gram dalam tabung reaksi yang berbeda
- ditambahkan 2 ml akuades ke dalam salah satu tabung reaksi
- ditambahkan 2 ml NaOH 2M ke dalam tabung reaksi yang lain
- dikocok masing-masing tabung reaksi dan diamati perubahan yang terjadi

Hasil

L.1.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR



L.1.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi GC-MS



L.1.7 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan ^1H NMR

Produk Sintesis

- dilarutkan dengan CDCl_3
- diinjeksikan ke dalam tabung NMR sampai kedalaman 4,5 cm di dalam tabung
- dioperasikan alat hingga muncul spektra ^1H NMR

Hasil



Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Penentuan Massa Vanilin 0,005 mol yang Digunakan (1)

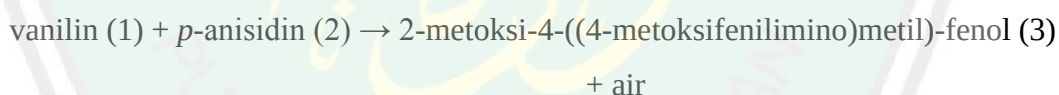
$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (1)} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{BM senyawa (1)} &= 152,1473 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (1)} &= 0,005 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (1)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,005 \text{ mol} \times 152,1473 \text{ g/mol} \\
 &= 0,7607 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.2.2 Penentuan Massa p-Anisidin 0,005 mol yang Digunakan (2)

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (2)} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \\
 \text{BM senyawa (2)} &= 123,1565 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (2)} &= 0,005 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,005 \text{ mol} \times 123,1565 \text{ g/mol} \\
 &= 0,6158 \text{ g}
 \end{aligned}$$

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

Reaksi :



Reaksi	senyawa (1)	+	senyawa (2)	→	senyawa (3)
Mula-mula	0,005 mol		0,005 mol		-
Bereaksi	0,005 mol		0,005 mol		0,005 mol
Setimbang	-		-		0,005 mol

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (3)} &= \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N} \\
 \text{BM senyawa (3)} &= 257,1565 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (3)} &= 0,005 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,005 \text{ mol} \times 257,1565 \text{ g/mol} \\
 &= 1,2858 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.2.4 Penentuan % Hasil Produk Sintesis

$$\% \text{ Hasil} = \frac{\text{massa produk sintesis}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

1. P1 (Penggerusan 10 menit)

$$\% \text{ Hasil} = \frac{1,231}{1,2858} \times 100\% = 95,74\%$$

2. P2 (Penggerusan 15 menit)

$$\% \text{ Hasil} = \frac{1,2372}{1,2858} \times 100\% = 96,22\%$$

3. P3 (Penggerusan 20 menit)

$$\% \text{ Hasil} = \frac{1,2388}{1,2858} \times 100\% = 96,35\%$$

% Hasil berdasarkan GC-MS diperoleh sebagai berikut:

$$\% \text{ Hasil} = \frac{\% \text{ GC} \times \text{massa produk sintesis}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Hasil} = \frac{0,974 \times 1,2388 \text{ g}}{1,2858 \text{ g}} \times 100\% = 93,84\%$$

L.2.5 Penentuan Rf Hasil KLT

$$Rf = \frac{\text{Jarak tempuh senyawa}}{\text{Jarak tempuh pelarut}}$$

$$Rf \text{ Vanilin} = \frac{6}{8} = 0,75$$

$$Rf \text{ p - Anisidin} = \frac{6,25}{8} = 0,78$$

Rf P1 (Penggerusan 10 menit)

$$\text{Spot 1} = \frac{6}{8} = 0,75$$

$$\text{Spot 2} = \frac{6,5}{8} = 0,81$$

Rf P2 (Penggerusan 15 menit)

$$\text{Spot 1} = \frac{6}{8} = 0,75$$

$$\text{Spot 2} = \frac{6,5}{8} = 0,81$$

Rf P3 (Penggerusan 20 menit)

$$\text{Spot 1} = \frac{6}{8} = 0,75$$

$$\text{Spot 1} = \frac{6,5}{8} = 0,81$$

L.2.6 Pengamatan Titik Lebur Produk Sintesis

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

Keterangan:

P1= Produk variasi waktu penggerusan 10 menit

P2= Produk variasi waktu penggerusan 20 menit

P3= Produk variasi waktu penggerusan 30 menit

Suhu ketika temperatur pada termometer diturunkan menjadi 10 °C Celcius/menit

$$= \frac{60}{100} \times 132 = 79$$

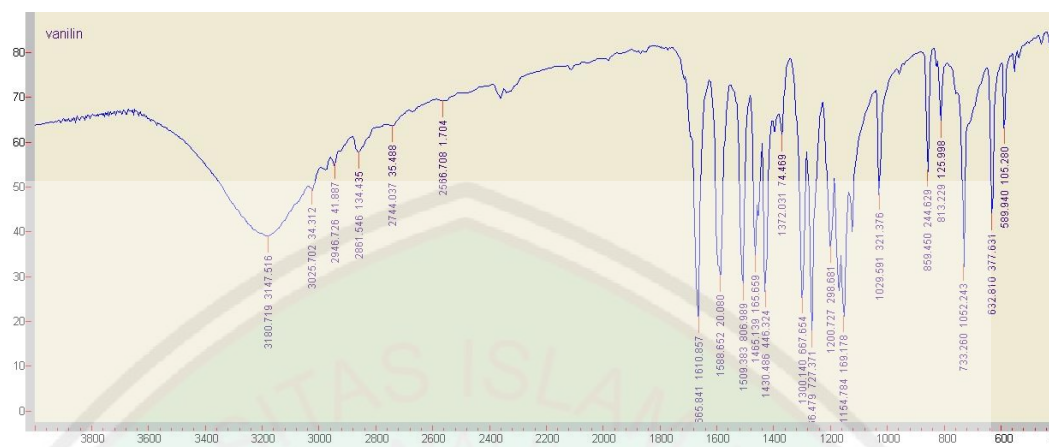
Suhu ketika temperatur pada termometer diturunkan menjadi 1 °C Celcius/menit

$$= 132 - 15 = 117$$

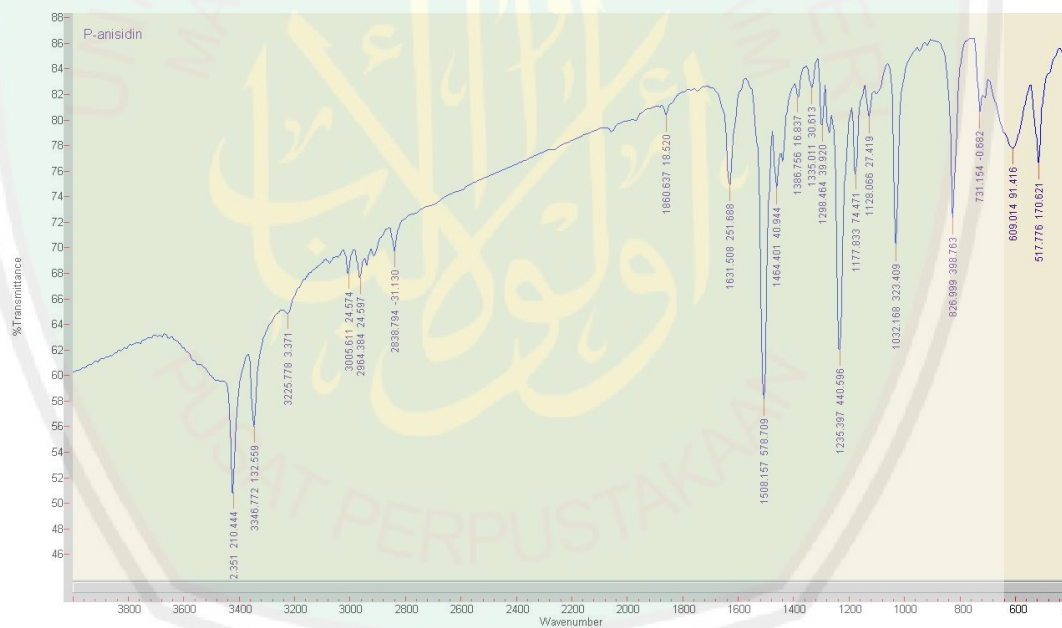
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi

L.3.1 Hasil Karakterisasi FTIR

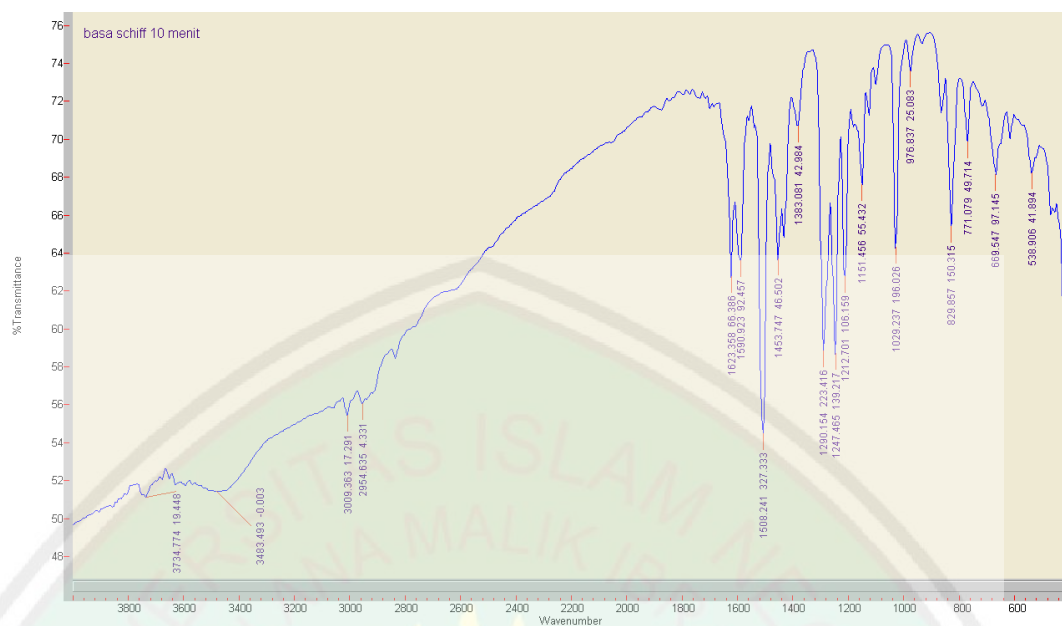
L.3.1.1 Spektrum IR Vanilin



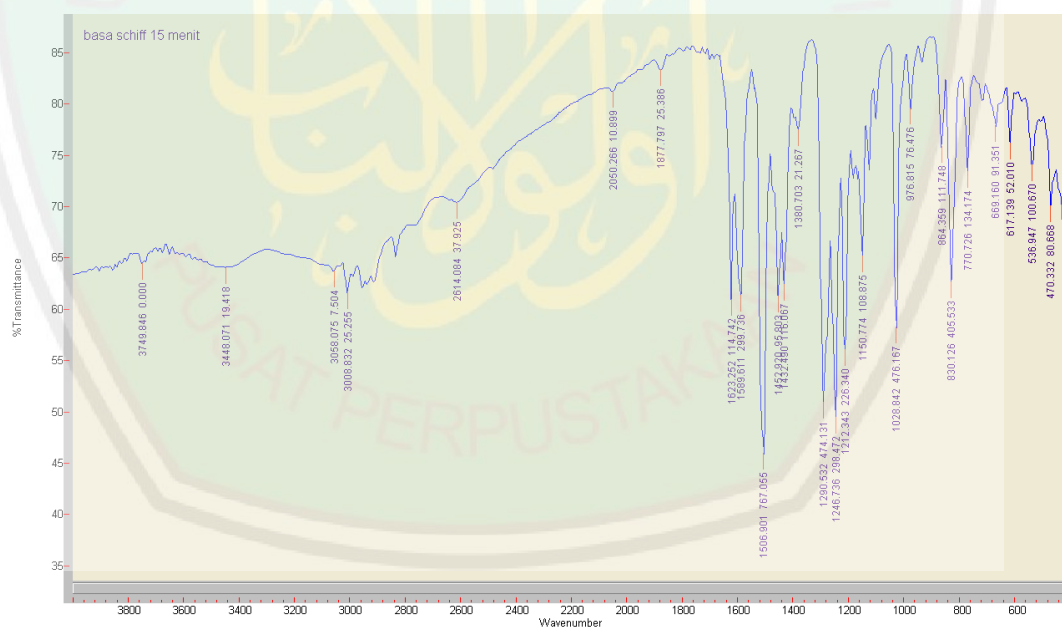
L.3.1.2 Spektrum IR *p*-Anisidin



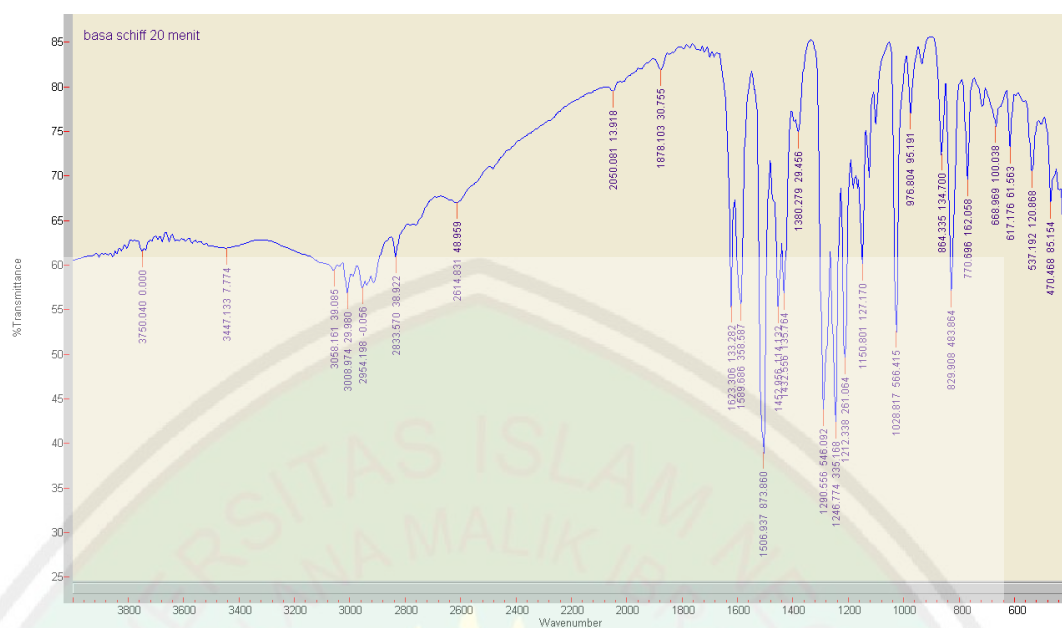
L.3.1.3 Spektrum IR Produk Sintesis Variasi Waktu Penggerusan 10 Menit



L.3.1.4 Spektrum IR Produk Sintesis Variasi Waktu Penggerusan 15 Menit



L.3.1.5 Spektrum IR Produk Sintesis Variasi Waktu Penggerusan 20 Menit



L.3.2 Hasil Karakterisasi GC-MS

L.3.2.1 Hasil Kromatogram

Chromatogram Plot

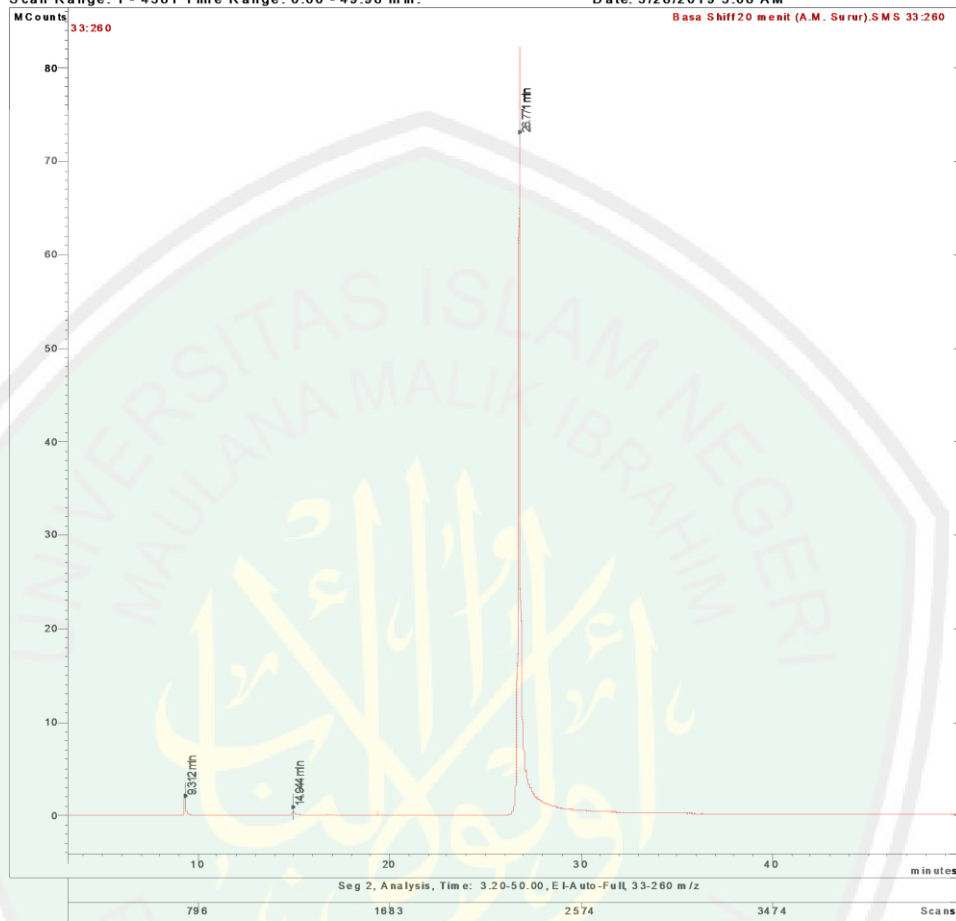
File: c:\varianws\data_xyz\analisa\basa shift 20 menit (a.m. surur).sms

Sample:

Operator: mei

Scan Range: 1 - 4381 Time Range: 0.00 - 49.98 min.

Date: 3/28/2019 3:08 AM



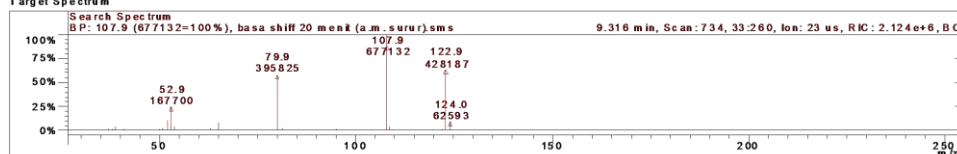
Target Compounds

Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	9.312	senyawa 1	3.585e+6	3585190
2	14.944	senyawa 2	1.200e+6	1200186
3	26.771	senyawa 3	1.783e+8	178337952

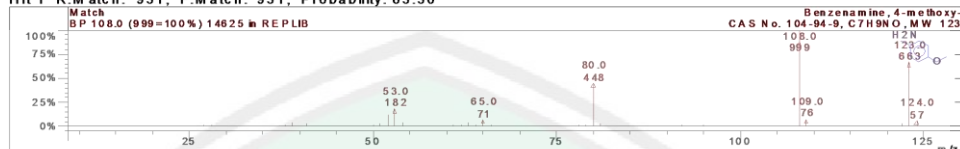
L.3.2.2 Hasil Spektra Massa

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum

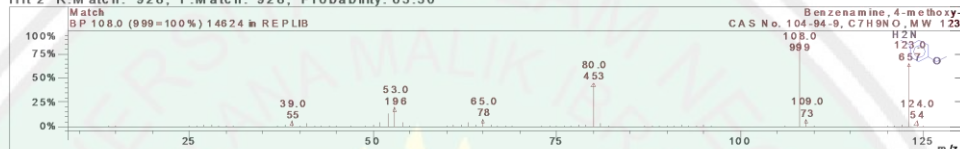


Hit 1 R.Match: 931, F.Match: 931, Probability: 63.30



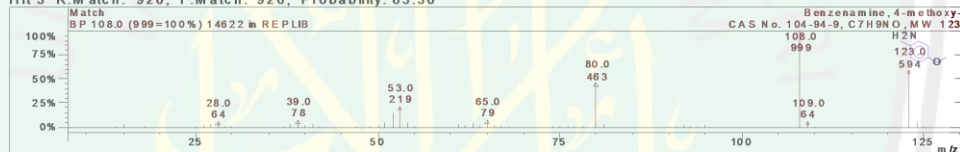
Spectrum 14625 from REPLIB Library
Name: Benzenamine, 4-methoxy-
Pair Count: 68 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

Hit 2 R.Match: 928, F.Match: 928, Probability: 63.30



Spectrum 14624 from REPLIB Library
Name: Benzenamine, 4-methoxy-
Pair Count: 66 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

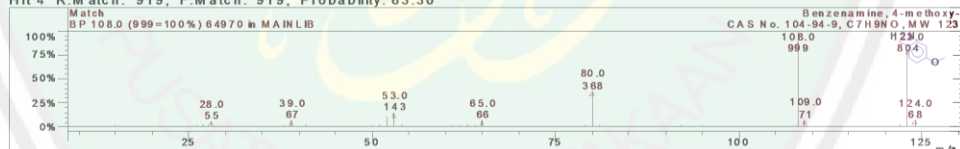
Hit 3 R.Match: 920, F.Match: 920, Probability: 63.30



Spectrum 14622 from REPLIB Library
Name: Benzenamine, 4-methoxy-
Pair Count: 65 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 13.0 - 125.0 m/z

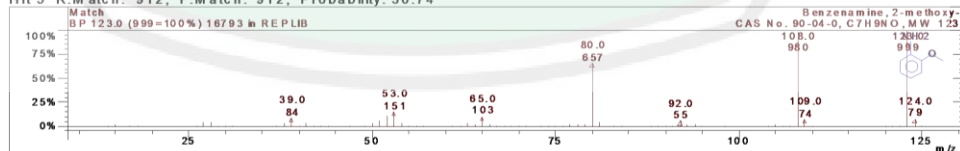
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 919, F.Match: 919, Probability: 63.30



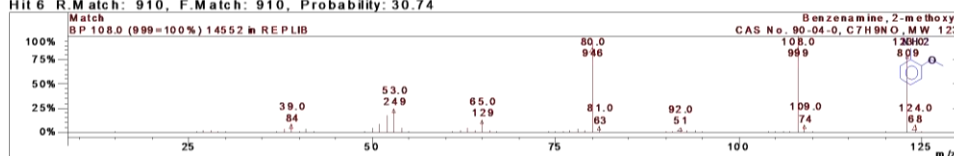
Spectrum 64970 from MAINLIB Library
Name: Benzenamine, 4-methoxy-
Pair Count: 61 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

Hit 5 R.Match: 912, F.Match: 912, Probability: 30.74



Spectrum 16793 from REPLIB Library
Name: Benzenamine, 2-methoxy-
Pair Count: 72 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 90-04-0 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

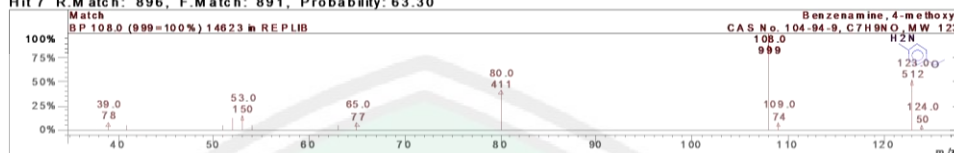
Hit 6 R.Match: 910, F.Match: 910, Probability: 30.74



Spectrum 14552 from REPLIB Library

Name: Benzenamine, 2-methoxy-
Pair Count: 68 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 90-04-0 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

Hit 7 R.Match: 896, F.Match: 891, Probability: 63.30

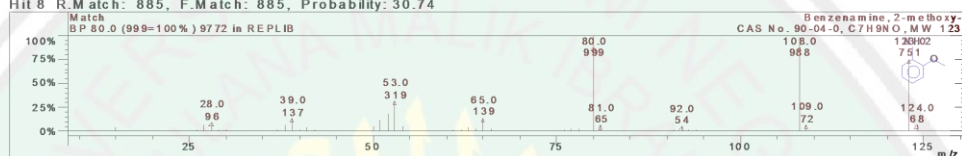


Spectrum 14623 from REPLIB Library

Name: Benzenamine, 4-methoxy-
Pair Count: 13 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 39.0 - 124.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

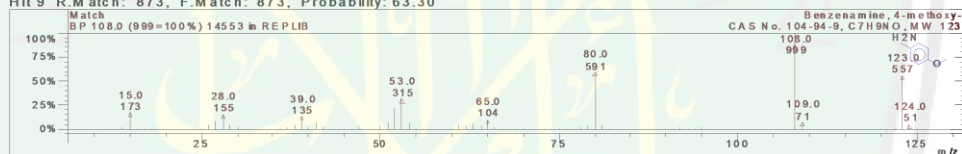
Hit 8 R.Match: 885, F.Match: 885, Probability: 30.74



Spectrum 9772 from REPLIB Library

Name: Benzenamine, 2-methoxy-
Pair Count: 59 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 90-04-0 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

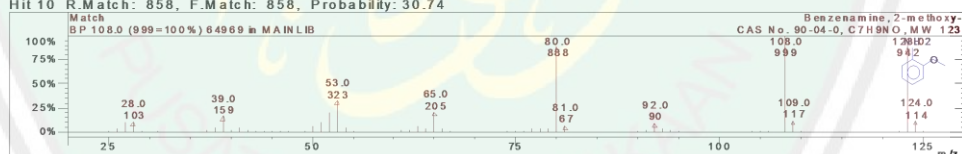
Hit 9 R.Match: 873, F.Match: 873, Probability: 63.30



Spectrum 14553 from REPLIB Library

Name: Benzenamine, 4-methoxy-
Pair Count: 86 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 12.0 - 126.0 m/z

Hit 10 R.Match: 858, F.Match: 858, Probability: 30.74

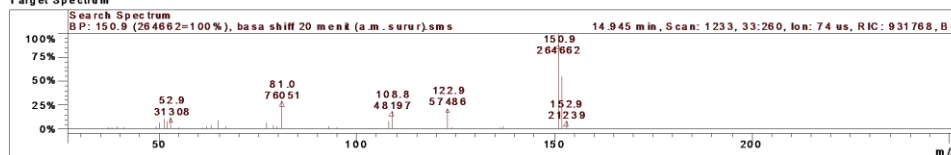


Spectrum 64969 from MAINLIB Library

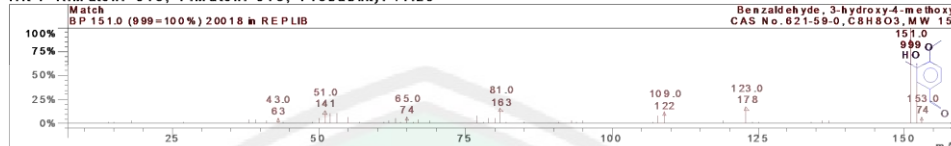
Name: Benzenamine, 2-methoxy-
Pair Count: 55 MW: 123 Formula: C₇H₉NO
CAS No: 90-04-0 Acquired Range: 25.0 - 125.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum

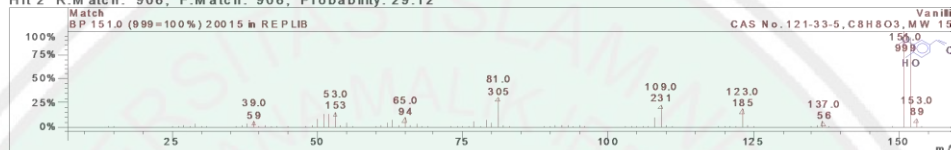


Hit 1 R.Match: 916, F.Match: 916, Probability: 41.25



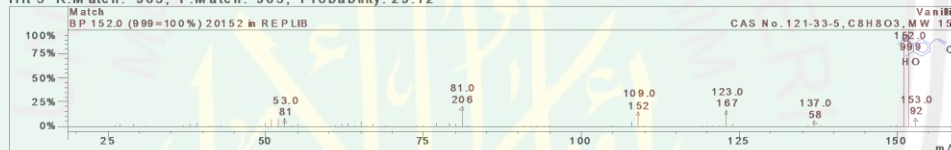
Spectrum 20018 from REPLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 49 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 14.0 - 153.0 m/z

Hit 2 R.Match: 906, F.Match: 906, Probability: 29.12



Spectrum 20015 from REPLIB Library
Name: Vanillin
Pair Count: 81 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 14.0 - 154.0 m/z

Hit 3 R.Match: 903, F.Match: 903, Probability: 29.12



Spectrum 20152 from REPLIB Library
Name: Vanillin
Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

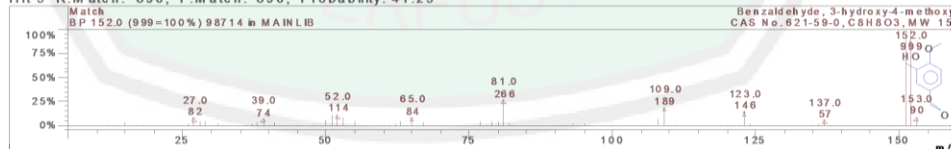
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 894, F.Match: 894, Probability: 19.39



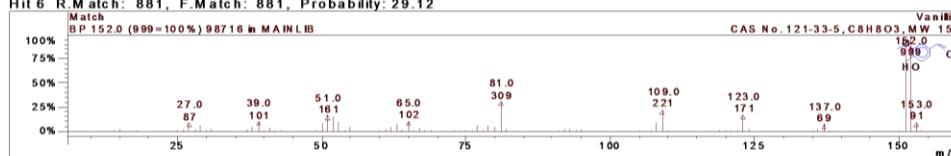
Spectrum 98103 from MAINLIB Library
Name: 4-Hydroxy-2-methoxybenzaldehyde
Pair Count: 74 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 18278-34-7 Acquired Range: 37.0 - 155.0 m/z

Hit 5 R.Match: 890, F.Match: 890, Probability: 41.25



Spectrum 98714 from MAINLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 89 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Hit 6 R.Match: 881, F.Match: 881, Probability: 29.12



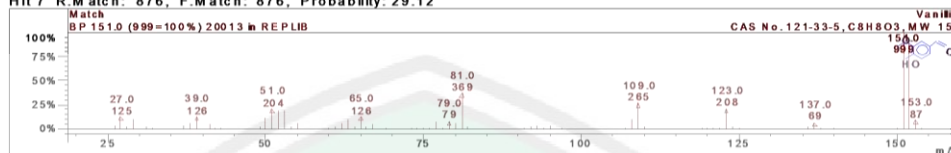
Spectrum 98716 from MAINLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 86 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 13.0 - 154.0 m/z

Hit 7 R.Match: 876, F.Match: 876, Probability: 29.12



Spectrum 20013 from REPLIB Library

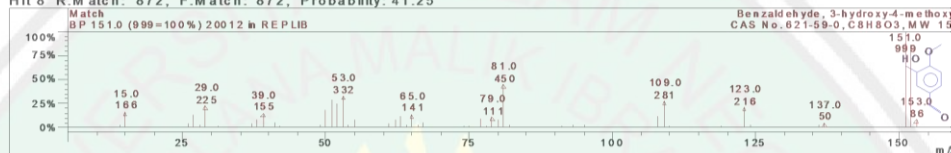
Name: Vanillin

Pair Count: 106 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 872, F.Match: 872, Probability: 41.25



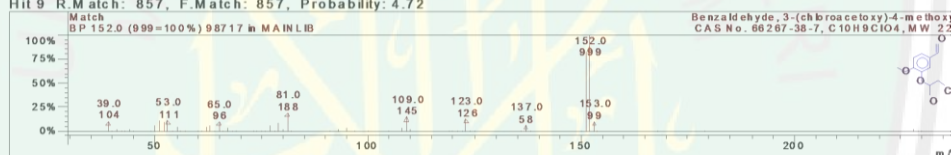
Spectrum 20012 from REPLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-

Pair Count: 80 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Hit 9 R.Match: 857, F.Match: 857, Probability: 4.72



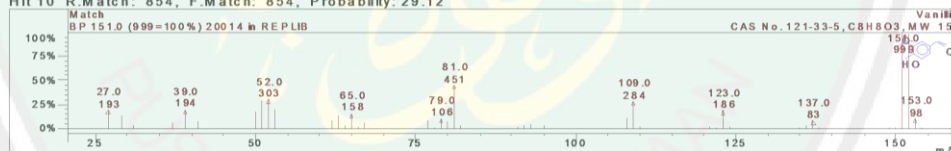
Spectrum 98717 from MAINLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-(chloroacetoxy)-4-methoxy-

Pair Count: 65 MW: 228 Formula: C₁₀H₉ClO₄

CAS No: 66267-38-7 Acquired Range: 39.0 - 230.0 m/z

Hit 10 R.Match: 854, F.Match: 854, Probability: 29.12



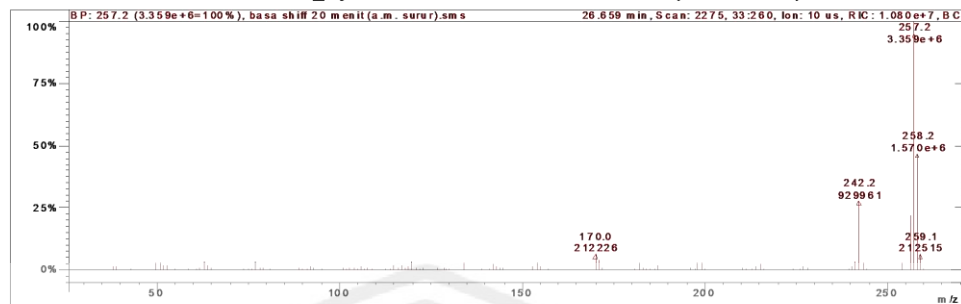
Spectrum 20014 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 43 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 27.0 - 154.0 m/z

Scan 2275 from ...nws\data_xyz\analisa\basa shiff 20 menit (a.m. surur).sms



Spectrum from ...xyz\analisa\basa shiff 20 menit (a.m. surur).sms
 Scan No: 2275, Time: 26.659 minutes
 No averaging. Background corrected.
 Comment: 26.659 min. Scan: 2275 33:260 Ion: 10 us RIC: 1.112e+7
 Pair Count: 131 MW: 0 Formula: None
 CAS No: None Acquired Range: 32.5 - 260.5 m/z

MDT: Centroid, Time: 0.00 - 50.00
 Seg 1, FIL/MUL DELAY, Time: 0.00 - 3.20, Filament Off
 Chan 1, 40-650 m/z
 Seg 2, Analysis, Time: 3.20-50.00, EI-Auto-Full
 Chan 1, 33-260 m/z
 Product Mass Range: 32.5 - 260.5 m/z

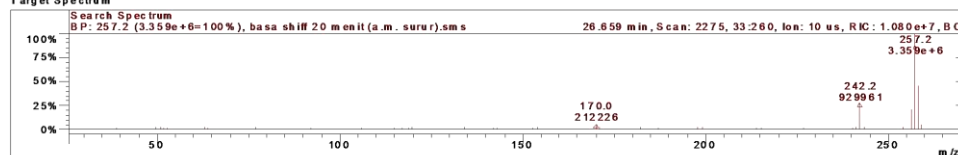
Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
37.0	5145	2	104.0	30246	9	171.0	124965	37
37.9	40420	12	104.9	11882	4	172.0	25456	8
39.0	56700	17	106.0	43123	13	180.8	13702	4
39.7	2340	1	107.0	20225	6	182.1	104965	31
41.1	4162	1	107.8	36725	11	183.0	36044	11
42.9	6896	2	109.0	9292	3	184.1	18883	6
48.9	239	0	112.7	8676	3	185.0	17472	5
49.8	94396	28	113.9	8312	2	186.2	9749	3
51.0	100953	30	115.0	60137	18	187.1	58498	17
52.0	70614	21	116.0	39257	12	188.1	1594	0
52.9	59899	18	117.0	64069	19	196.2	27114	8
53.9	3714	1	118.0	28753	9	197.3	21721	6
55.0	13514	4	118.9	51802	15	198.1	94168	28
58.5	9371	3	119.9	113017	34	199.0	100334	30
61.0	7209	2	121.0	28131	8	200.0	16997	5
61.9	36327	11	122.2	6158	2	201.1	2071	1
63.0	121343	36	123.0	23534	7	209.2	4664	1
64.0	70014	21	124.8	2489	1	210.2	29694	9
65.0	35430	11	125.6	296	0	211.3	12162	4
65.8	3227	1	126.9	31314	9	213.1	19927	6
66.9	2981	1	128.5	25285	8	214.1	46767	14
71.6	4800	1	129.2	13495	4	215.2	81243	24
72.1	1429	0	130.0	9232	3	216.1	13660	4
72.9	1377	0	130.9	5930	2	224.1	12928	4
73.9	6332	2	134.0	93706	28	226.1	20118	6
75.0	14280	4	134.8	2698	1	227.0	56155	17
76.1	17184	5	136.0	44	0	228.1	32989	10
77.0	121882	36	138.4	2320	1	229.0	1406	0
78.0	24564	7	139.0	7286	2	235.1	1856	1
78.9	29806	9	140.0	113	0	239.2	9189	3
80.0	1556	0	141.1	13303	4	240.3	52917	16

Scan 2275 from ...nws\data_xyz\analisa\basa shiff 20 menit (a.m. surur).sms

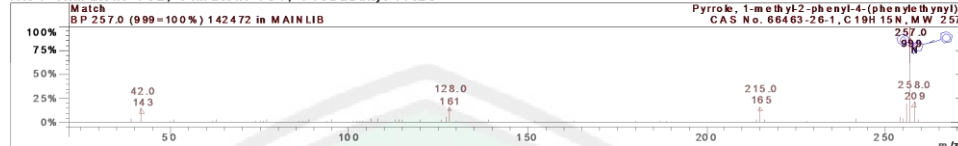
Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
81.0	20351	6	142.0	76657	23	241.2	108536	32
83.4	1074	0	143.0	51805	15	242.2	929961	277
86.9	2295	1	144.0	33619	10	243.2	97984	29
89.0	23777	7	144.9	37025	11	244.2	13526	4
89.9	10144	3	146.1	1250	0	251.1	115	0
91.0	8672	3	153.0	53739	16	253.0	808	0
91.9	50918	15	154.1	97274	29	254.2	94586	28
93.0	23413	7	155.0	41728	12	256.2	73508	219
95.0	10528	3	156.1	4122	1	257.2	3.359e+6	999
99.4	2683	1	157.1	11500	3	258.2	1.570e+6	467
101.0	27303	8	167.1	743	0	259.1	212515	63
102.0	9598	3	168.0	2022	1	260.0	13778	4
103.0	23409	7	170.0	212226	63			

Best 2 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



Hit 1 R.Match: 732, F.Match: 701, Probability: 17.28



Spectrum 142472 from MAINLIB Library

Name: Pyrrole, 1-methyl-2-phenyl-4-(phenylethynyl)-
Pair Count: 163 MW: 257 Formula: C₁₉H₁₅N
CAS No: 66463-26-1 Acquired Range: 33.0 - 261.0 m/z

Hit 2 R.Match: 804, F.Match: 700, Probability: 16.61

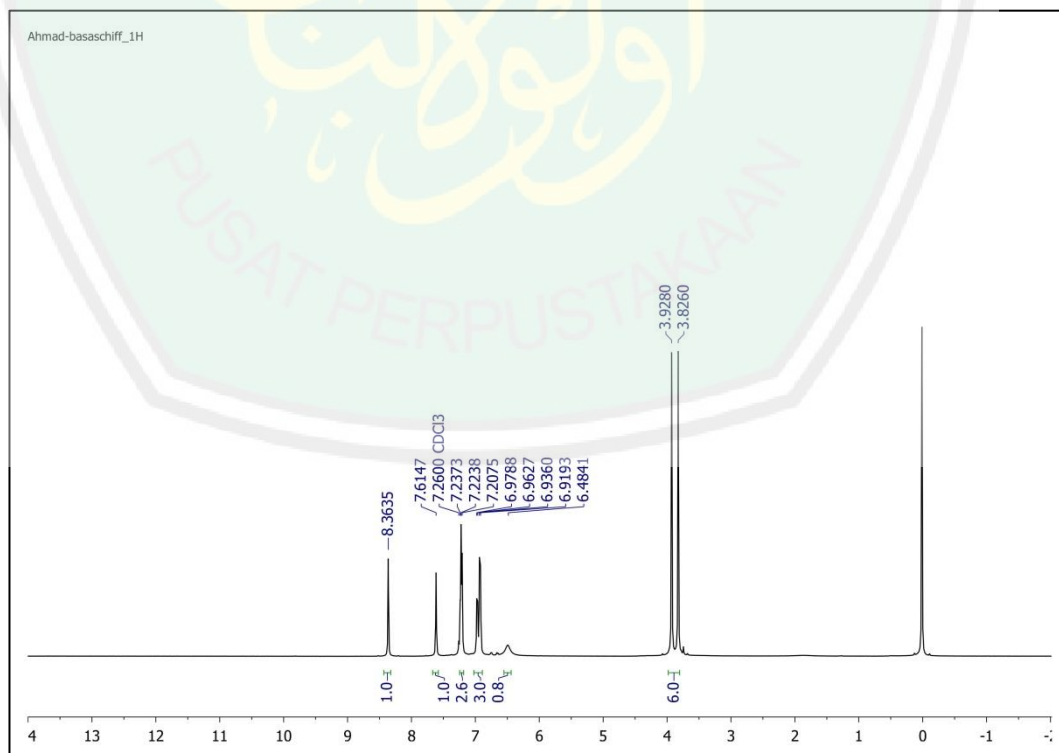


Spectrum 142451 from MAINLIB Library

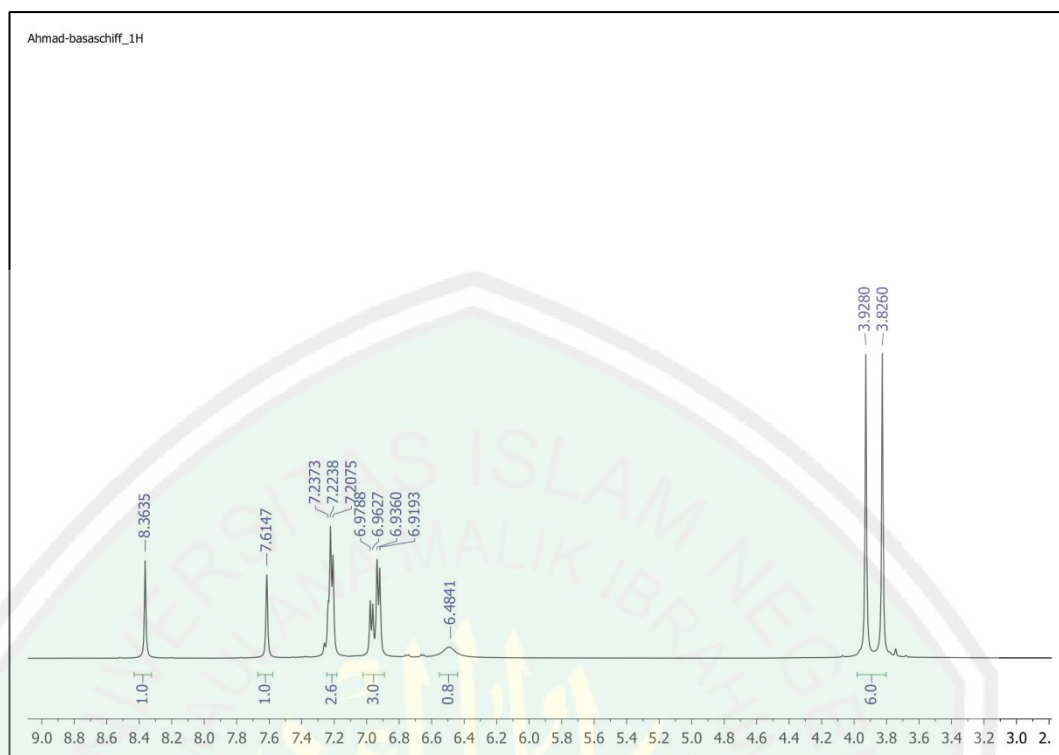
Name: 3-Phenyl-4-azafluorenone
Pair Count: 34 MW: 257 Formula: C₁₈H₁₁NO
CAS No: 69751-56-0 Acquired Range: 51.0 - 260.0 m/z

L.3.2 Hasil Karakterisasi ¹H NMR

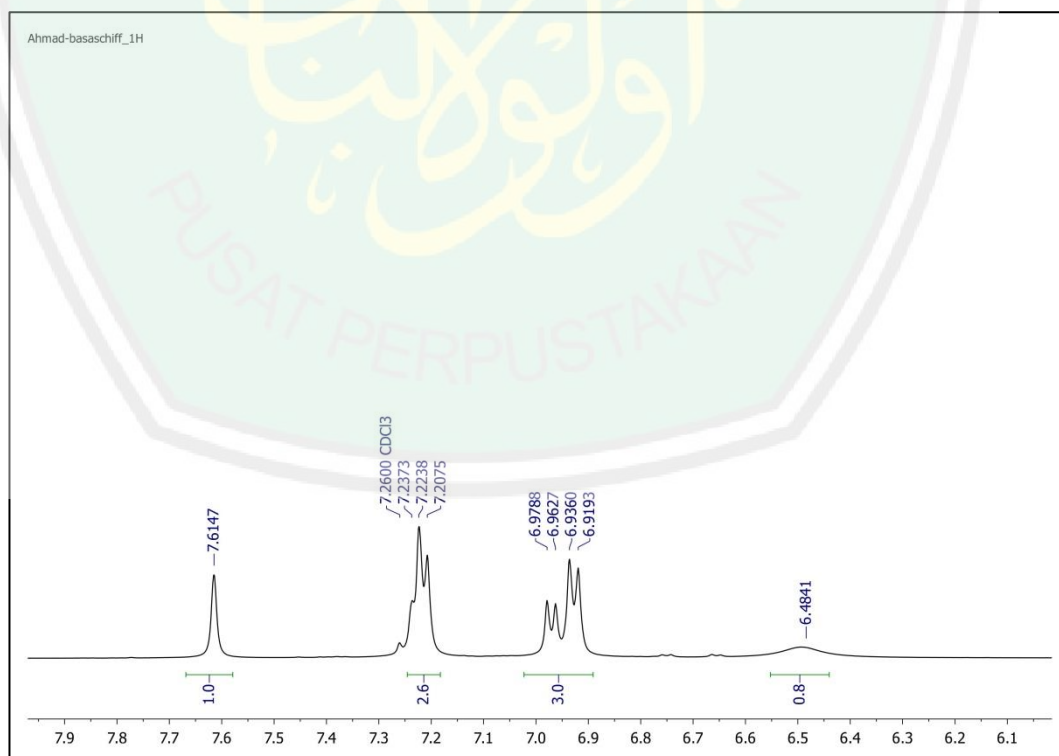
L.3.2.1 Hasil Karakterisasi ¹H NMR

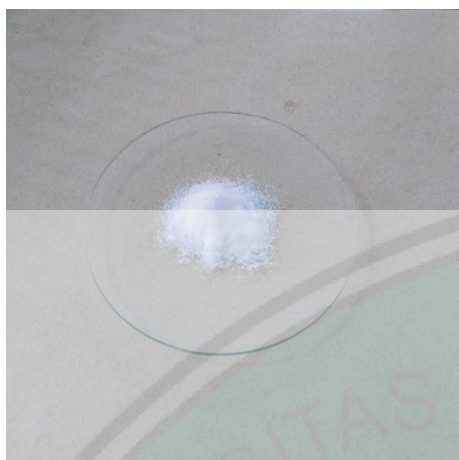


L.3.2 Hasil Karakterisasi ^1H NMR Perbesaran 1x

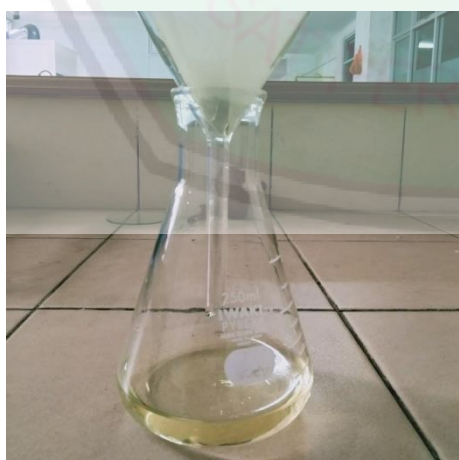


L.3.2 Hasil Karakterisasi ^1H NMR Perbesaran 2x



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

Vanilin

*p*-AnisidinHasil penggerusan vanilin
dan *p*-anisidinProses pembilasan produk
sintesis dengan airFiltrat pembilasan produk
produk sintesisProduk sintesis dikeringkan
dalam desikator



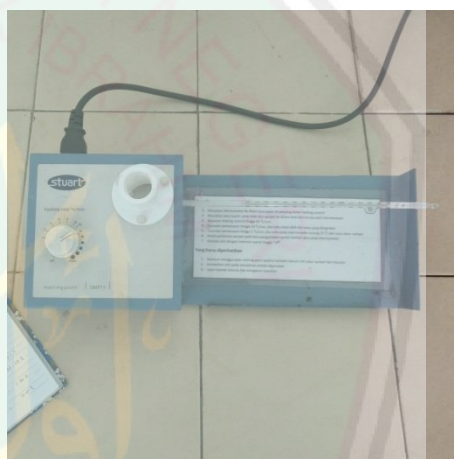
Produk sintesis (penggerusan 10 menit) setelah dimasukkan dalam desikator



Produk sintesis (penggerusan 15 menit) setelah dimasukkan dalam desikator



Produk sintesis (penggerusan 20 menit) setelah dimasukkan dalam desikator

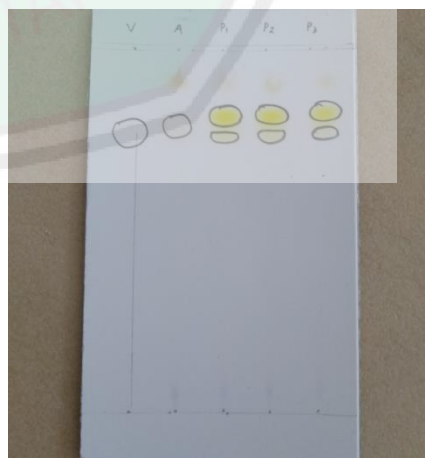


Pengujian titik lebur produk sintesis

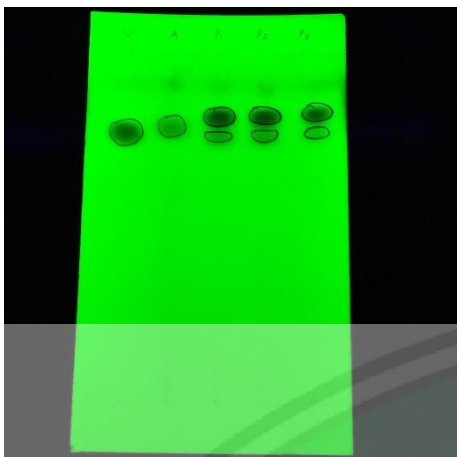
L.4.2 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT



Proses elusi reaktan dan produk sintesis



Hasil KLT tanpa penyinaran lampu UV 254 nm



Hasil KLT dengan penyinaran
lampu UV 254 nm

L.4.3 Uji Kelarutan



Hasil uji kelarutan raktan dan produk sintesis
dalam aquades



Hasil uji kelarutan raktan dan produk sintesis
dalam larutan NaOH 2M