

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
p-AMINOASETOFENON MENGGUNAKAN VARIASI VOLUME
KATALIS ASAM ALAMI DARI JERUK LEMON (*Citrus limonium*) DAN
PERBANDINGAN JALUR MEKANISME REAKSI**

SKRIPSI

Oleh :
MAHFIROTUS SHOLIKHAH
NIM. 15630057



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

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
p-AMINOASETOFENON MENGGUNAKAN VARIASI VOLUME
KATALIS ASAM ALAMI DARI JERUK LEMON (*Citrus limonium*) DAN
PERBANDINGAN JALUR MEKANISME REAKSI**

SKRIPSI

Oleh :
MAHFIROTUS SHOLIKHAH
NIM. 15630057

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-AMINOASETOFENON MENGGUNAKAN VARIASI VOLUME
KATALIS ASAM ALAMI DARI JERUK LEMON (*Citrus limonium*) DAN
PERBANDINGAN JALUR MEKANISME REAKSI**

SKRIPSI

Oleh :
MAHFIROTUS SHOLIKHAH
NIM. 15630057

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 12 Desember 2019

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc
NIDT. 19900906 20180201 2 239

Mengetahui,
Ketua Jurusan



Elok Kamilah Hayati M.Si
NIDT. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
p-AMINOASETOFENON MENGGUNAKAN VARIASI VOLUME
KATALIS ASAM ALAMI DARI JERUK LEMON (*Citrus limonium*) DAN
PERBANDINGAN JALUR MEKANISME REAKSI**

SKRIPSI

Oleh :
MAHFIROTUS SHOLIKHAH
NIM. 15630057

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi Dan Dinyatakan
Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana
Sains (S.Si) Tanggal: 12 Desember 2019

Penguji Utama	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	(..... )
Ketua Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	(..... )
Sekretaris Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	(..... )
Anggota Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(..... )

Mengesahkan,
Ketua Jurusan


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Mahfirotus Sholikhah

NIM : 15630057

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan *p*-Aminoasetofenon Menggunakan Variasi Volume Katalis Asam Alami Dari Jeruk Lemon (*Citrus Limonium*) Dan Perbandingan Jalur Mekanisme Reaksi”

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

Malang, 12 Desember 2019

Yang membuat pernyataan,


Mahfirotus Sholikhah

NIM. 15630057

KATA PENGANTAR

Assalamu 'alaikum Wr. Wb.

Syukur alhamdulillah kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan studi di Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang sekaligus menyelesaikan skripsi penelitian dengan judul “**Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin Dan *p*-Aminoasetofenon Menggunakan Variasi Volume Katalis Asam Alami dari Jeruk Lemon (*Citrus limonium*) Dan Perbandingan Jalur Mekanisme Reaksi**”. Sholawat serta salam tidak lupa penulis ucapkan kepada junjungan kita Nabi besar Muhammad SAW. yang telah menunjukkan jalan kebenaran melalui ajaran agama Islam.

Pada kesempatan ini juga tidak lupa penulis menyampaikan terima kasih 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 Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku pembimbing utama dan Ibu Rahmawati Ningsih, M.Si selaku dosen konsultan, dan Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, nasihat, serta pengalaman dalam menyelesaikan skripsi ini.

5. Seluruh bapak ibu dosen Jurusan Kimia dan segenap Laboran dan Staf administrasi Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah banyak membantu dalam proses penelitian.
6. Seluruh keluarga penulis yang telah memberikan semangat penuh, nasihat, doa, dan dukungan moral dan materil sehingga penyusunan skripsi dapat terselesaikan.
7. Teman-teman seperjuangan dan semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis sadar bahwa masih banyak kesalahan dan kekurangan yang tidak lain disebabkan oleh keterbatasan pengetahuan penulis, sehingga penulis memohon maaf yang sebesar-besarnya jika dalam penulisan skripsi yang telah disusun terdapat banyak kesalahan dan kekurangan.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb

Malang, 12 Desember 2019

Penulis

PERSEMBAHAN

Puji syukur Alhamdulillah, karya tulis ini saya persembahkan untuk:

- 1. Ayah, Ibu, dan Lathif yang selalu memberikan dukungan dan do'anya, serta memberikan kontribusi terbesar dalam hidup saya.*
- 2. Seluruh warga kimia angkatan 2015 (KIMIA AYE-AYE) dan khususnya teman-teman kelas Kimia B 2015 yang telah memberikan banyak canda dan tawa serta semangat selama ini.*
- 3. Teman-teman di Pondok Pesantren Al-Hikmah Al-Fathimiyyah yang banyak memberikan ilmu agama dan pengalaman yang berharga.*

MOTTO

DO EVERYTHING WITH A GOOD HEART AND EXPECT NOTHING IN
RETURN AND YOU WILL NEVER BE DISAPPOINTED



WORK FOR A 'CAUSE NOT FOR APPLAUSE
LIVE LIFE TO EXPRESS NOT TO IMPRESS



Successful And Unsuccessful People Do Not Vary Greatly In Their Abilities.
They Vary In Their Desires To Reach Their Potential
(JOHN MAXWELL)

DAFTAR ISI

JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
LEMBAR ORISINILITAS	iv
KATA PENGANTAR	v
PERSEMBAHAN	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
المخلص.....	xv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan	4
1.4 Manfaat	5
1.5 Batasan Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Vanilin.....	7
2.2 <i>p</i> -Aminoasetofenon	8
2.3 Jeruk Lemon (<i>Citrus limonium</i>)	9
2.4 Basa Schiff	10
2.4.1 Reaksi Basa Schiff menggunakan Katalis Asam Alami	11
2.4.2 Reaksi Basa Schiff menggunakan Katalis Asam Alami pada Proses Bertahap	14
2.5 Identifikasi Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	15
2.6 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff.....	16
2.6.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR	16
2.6.2 Karakterisasi Menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)	18
2.6.3 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer ¹ HNMR	20
2.7 Pemanfaatan Senyawa Basa Schiff Dalam Perspektif Islam	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	25
3.2 Alat dan Bahan	25
3.2.1 Alat	25
3.2.2 Bahan	25
3.3 Tahapan Penelitian.....	25
3.4 Cara Kerja.....	26
3.4.1 Preparasi Katalis Asam Jeruk Lemon (<i>Citrus Limonium</i>).....	26
3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff Mol Vanilin: <i>p</i> -aminoasetofenon	

(1:1) dengan Variasi	26
3.4.3 Identifikasi Hasil Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	27
3.4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR.....	27
3.4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM).....	28
3.4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan ¹ HNMR	28
3.4.7 Analisis Data.....	28
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon Menggunakan Katalis Asam dari Jeruk Lemon (<i>Citrus Limonium</i>)	30
4.2 Sintesis Senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon Menggunakan Katalis Asam dari Jeruk Lemon (<i>Citrus Limonium</i>) pada Proses Bertahap.....	32
4.3 Identifikasi Produk Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	34
4.4 Karakterisasi Produk Sintesis.....	36
4.4.1 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan FTIR	36
4.4.2 Karakterisasi KG-SM pada senyawa produk dengan perbandingan Metode Secara Serentak dan Bertahap.....	39
4.4.3 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan ¹ HNMR	46
4.5 Tinjauan Sintesis Basa Schiff Berdasarkan Pandangan Islam	49
 BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	52
5.2 Saran	52
 DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN.....	59

DAFTAR TABEL

4.1 Hasil pengamatan sifat fisik senyawa hasil sintesis	31
4.2 Hasil KLT reaktan dan ketujuh produk sintesis	35
4.3 Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk sintesis	38
4.4 Waktu retensi dan tingkat kemurnian senyawa produk pada variasi volume katalis 0 mL, 0,25 mL, dan proses bertahap	41
4.5 Jenis proton dan pergeseran kimia senyawa produk sintesis	47

DAFTAR GAMBAR

2.1 Struktur senyawa vanilin.....	7
2.2 Struktur senyawa <i>p</i> -aminoasetofenon	8
2.3 Struktur senyawa asam sitrat.....	9
2.4 Reaksi sintesis senyawa basa Schiff dengan katalis asam jus lemon.....	10
2.5 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff.....	10
2.6 Reaksi vanilin dengan <i>p</i> -anisidin	11
2.7 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff menggunakan katalis asam.....	12
2.8 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff	13
2.9 Mekanisme reaksi senyawa basa Schiff secara serentak dan bertahap	14
2.10 Spektra FTIR senyawa basa Schiff	17
2.11 Kromatogram senyawa hasil sintesis variasi katalis 1 mL.....	19
2.12 Spektra massa pada puncak 1.....	19
2.13 Spektra massa pada puncak 2.....	20
2.14 Spektrum ¹ HNMR senyawa basa Schiff	21
4.1 Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari vanilin dan <i>p</i> -aminoasetofenon dengan katalis asam	31
4.2 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3- metoksi benzilidenamino)fenil)-etanon pada proses bertahap.....	33
4.3 Senyawa produk sintesis proses bertahap dengan katalis 0,25 mL.....	33
4.4 Hasil KLT (a) dengan penyinaran lampu UV pada 254 nm (b) tanpa penyinaran lampu UV	34
4.5 Spektra FTIR reaktan dan senyawa produk hasil sintesis	37
4.6 Spektra FTIR senyawa produk proses bertahap dan serentak pada volume katalis 0,25 mL.....	37
4.7 Kromatogram senyawa produk variasi volume katalis 0 mL dan volume katalis 0,25 mL.....	40
4.8 Kromatogram senyawa produk proses langsung dan proses bertahap dengan volume katalis 0,25 mL.....	41
4.9 Spektra massa puncak I.....	42
4.10 Pola fragmentasi 1 spektra massa puncak I.....	42
4.11 Pola fragmentasi 2 spektra massa puncak I.....	42
4.12 Spektra massa puncak II.....	43
4.13 Pola fragmentasi spektra massa puncak II	44
4.14 Spektra massa puncak III	44
4.15 Pola fragmentasi 1 spektra massa puncak III.....	45
4.16 Pola fragmentasi 2 spektra massa puncak III.....	45
4.17 Spektrum ¹ HNMR senyawa basa Schiff	47
4.18 Dugaan struktur senyawa 1-4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil) etanon pada spektroskopi ¹ HNMR	48

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian.....	59
Lampiran 2. Skema Kerja	60
Lampiran 3. Perhitungan.....	65
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi.....	71
Lampiran 5. Dokumentasi.....	99

ABSTRAK

Sholikhah, Mahfirotus. 2019. **Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon menggunakan Variasi Volume Katalis Asam Alami Dari Jeruk Lemon (*Citrus limonium*) dan Perbandingan Jalur Mekanisme Reaksi. Skripsi.** Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Pembimbing II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Konsultan: Rahmawati Ningsih, M.Si.

Kata kunci : Basa Schiff, vanilin, *p*-aminoasetofenon, katalis asam jeruk lemon

Senyawa basa Schiff merupakan suatu produk kondensasi senyawa karbonil (aldehida/keton) dengan suatu amina primer. Senyawa basa Schiff 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon dapat disintesis dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon dengan katalis asam alami dari jeruk lemon (*Citrus limonium*). Sintesis dilakukan dengan teknik penggerusan menggunakan variasi volume katalis asam jeruk lemon (*Citrus limonium*) 1,25 ; 1 ; 0,75 ; 0,5 ; 0,25 ; 0 mL ; dan proses bertahap. Reaksi dengan katalis (0 mL) digunakan sebagai kontrol pada penelitian ini. Hasil penelitian menunjukkan bahwa volume katalis 0,25 mL memiliki % hasil tertinggi yaitu 93,96 %. Produk yang dihasilkan memiliki karakter fisik antara lain: berupa padatan, berwarna kuning, dan memiliki titik lebur berkisar antara 160,3-163,6°C. Hasil KLT menunjukkan bahwa muncul 3 noda pada produk sintesis, salah satunya berwarna kuning dengan nilai Rf 0,92 yang diduga sebagai senyawa target. Spektra FTIR menunjukkan adanya serapan khas dari senyawa target yaitu $\text{C}=\text{N}$ pada 1584 cm^{-1} . Karakterisasi produk sintesis variasi volume 0,25 mL menggunakan KG-SM menunjukkan munculnya puncak pada waktu retensi 28,309 menit dengan ion molekuler pada nilai m/z 269,1 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon. Karakterisasi produk sintesis pada volume 0,25 mL menggunakan ^1H NMR juga menunjukkan munculnya *signal* δ sekitar 8,4631 ppm.

ABSTRACT

Sholikhah, Mahfirotus. 2019. **Synthesis of Schiff Base Compounds from Vanillin and *p*-Aminoacetophenone using Variation of Natural Acid Catalyst Volume from Lime Fruit (*Citrus limonium*) and Comparison of Reaction Mechanism Pathways.** Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Advisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Consultant: Rahmawati Ningsih, M.Sc.

Keywords: Schiff base, vanillin, *p*-aminoacetophenone, lemon acid catalyst

Schiff base compound is a condensation product of a carbonyl compound (aldehyde/ketone) with a primary amine. Schiff base compounds 1-(4-(4-hydroxy-3-methoxybenzylidenamino)phenyl)-etanone can be synthesized from vanillin and *p*-aminoacetophenone with natural acid catalysts from lemon (*Citrus limonium*). Synthesis was carried out by grinding using a variation of the catalyst volume of lemon acid (*Citrus limonium*) 1.25; 1; 0.75; 0.5; 0.25; 0 mL; and a gradual process. The catalyst reaction (0 mL) was used as a control in this study. The results showed that the catalyst volume of 0.25 mL had the highest yield% of 93.96%. The resulting product has physical characteristics including: in the form of solids, yellow in color, and has a melting point ranging from 160.3-163.6 °C. TLC results showed that 3 stains appeared on the synthesis product, one of which was yellow with an R_f value of 0.92 which was thought to be a target compound. The FTIR spectra showed the presence of a typical absorption of the target compound namely -C=N at 1584 cm⁻¹. Characterization of the synthesis product of 0.25 mL volume variation using KG-SM shows the emergence of a peak at a retention time of 28,309 minutes with molecular ions at m / z value of 269.1 which corresponds to the molecular weight of target compounds 1-(4-(4-hydroxy-3-metoksibenzilidenamino)phenyl)-anonene. The characterization of the synthesis product at a volume of 0.25 mL using ¹HNMR also showed the appearance of a signal δ around 8.4631 ppm.

الملخص

صالحة، مغفرة. ٢٠١٩. تركيب المركب القاعد شيف من الونيلين و ف-أمينوأستيتوفينون يستخدم تباين حجم حفاز الحمض الطبيعي من البرتقال الليمون (*Citrus limonium*) و المقارني مسارات آلية التفاعل. البحث العلمي. قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف ١: أحمد حنفي الماجستير، المشرفة ٢: لؤلؤة الحامدة العليا الماجستير، المستشار: رحمة نينغسيه الماجستير.

الكلمات المفتاحيات : القاعد شيف، ونيلين، ف-أمينوأستيتوفينون ، حفاز الحمض الطبيعي من البرتقال الليمون.

المركب القاعد شيف هو المنتج التكاثر المركب الكربونيل ألددهيد/كيتون ب أميننا الرئيسي. المركب القاعد شيف ١-٤-٤-٤-هيدروكسي-٣-ميتوكسي بينزليدين أمينو(فينيل)-ايتانول يستطع ان يركب من الونيلين و ف-أمينوأستيتوفينون بحفاز الحمض الطبيعي من البرتقال الليمون (*Citrus limonium*). يفعل التركيب بالتقنية التكميرة تستخدم اختلاف حفاز الحمض البرتقال الليمون (*Citrus limonium*) ٢٥٠،١ : ١ : ٧٥٠،٠ : ٥٠،٠ : ٢٥٠،٠ mL : وعملية تدريجية. رد فعل الحفاز ٠ mL يستخدم سيطرة في هذا البحث. يدل حاصل البحث أن حجم الحفاز ٢٥٠،٠ mL يملك % حاصل الأعلى هو ٩٦،٩٣ % . المنتج الذي يحصل، يملك الشخصية الجسدية، مثل: المواد الصلبة، الأصفر، ويملك نقطة الإنصهار بين ٣،١٦٠-٦،١٦٣. يدل حاصل KLT أنّ ظهر ٣ البقع في المنتج التركيب، واحدة منها الأصفر بقيمة (Rf) ٩٢،٠ التي تظن المركب المستهدف. يدل أطياف FTIR موجود الإمتصاص الخاص من المركب المستهدف هو (C=N-) في ١٥٨٤ cm^{-1} . وصف المنتج التركيب الإختلاف الحجم ٢٥٠،٠ mL يستخدم KG-SM يدل ظهر القمة في وقت الإحتفاظ ٣٠٩،٢٨ دقائق بإيون الجزئي في القيمة m/z ١،٢٦٩ التي تتناسب بوزن الجزئي المركب المستهدف ١-٤-٤-٤-هيدروكسي-٣-ميتوكسي بينزليدين أمينو(فينيل)-ايتانول. يستخدم وصف المنتج التركيب في الحجم ٢٥٠،٠ mL 1H NMR. ويدل ظهر إشارة (δ) حول ٤٦٤١،٨ ppm أيضا.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa basa Schiff adalah salah satu senyawa golongan kimia organik penting yang ditemukan oleh Hugo Schiff pada tahun 1864 (Hussain dkk., 2014). Beberapa penelitian memperlihatkan kegunaan senyawa basa Schiff yaitu sebagai antitumor (Kong dkk., 1998), antibakteri (Venugopala dkk., 2008), antimikroba (Wadher dkk., 2009), antiradang (Hadjipavlou dkk., 1996), antikanker (Dhar dan Taploo, 1982), dan antikorosi (Jamil dkk., 2018). Senyawa basa Schiff merupakan suatu senyawa yang mempunyai gugus (HC=N) (imina) dan disintesis melalui reaksi adisi eliminasi antara gugus karbonil dari keton atau aldehida dengan amonia atau amina primer (Hussain dkk., 2014).

Secara umum, senyawa basa Schiff dapat disintesis dengan metode refluks (metode konvensional) dalam suatu pelarut dengan penambahan katalis asam (Fessenden dan Fessenden, 1982) atau tanpa katalis (Purwono dkk., 2013). Sabry dkk. (2014) telah berhasil melakukan sintesis basa Schiff dari piperidin dengan berbagai benzaldehid menggunakan metode refluks dengan rendemen yang diperoleh antara 58-72%. Parekh dkk. (2005) juga telah melakukan sintesis basa Schiff dari senyawa aldehida dan asam 4-aminobenzoat dengan menggunakan metode refluks pada suhu 70-80°C dengan rendemen antara 52-65%. Kelemahan dari penelitian tersebut terletak pada lamanya waktu yang diperlukan yaitu sekitar 10 hingga 12 jam. Selain metode konvensional, terdapat beberapa metode yang dapat digunakan untuk mensintesis senyawa basa Schiff seperti metode penggerusan, penggunaan pelarut air, dan penggunaan katalis asam alami.

Metode-metode tersebut biasa disebut sebagai metode *green synthesis* karena dianggap lebih ramah lingkungan. Dimana metode tersebut tidak menggunakan pelarut dan katalis yang berbahaya (Ramaish, 2010).

Penggunaan katalis asam alami merupakan salah satu metode yang telah banyak digunakan oleh para peneliti untuk sintesis basa Schiff. Patil dkk. (2012) telah berhasil mensintesis senyawa imina dari aril aldehida dan amina primer aromatik menggunakan jus lemon pada suhu kamar dengan rendemen yang diperoleh rata-rata diatas 97%. Senyawa benzaldehida dan amina juga telah berhasil disintesis oleh Sarma dkk. (2017) dengan menggunakan katalis jus lemon dan rendemen yang dihasilkan sebesar 96%. Wahab dkk. (2014) juga telah berhasil mensintesis senyawa benzaldehida dan anilina menggunakan katalis dari buah asam dengan perolehan rendemen sebesar 89%.

Senyawa basa Schiff telah banyak disintesis menggunakan metode konvensional (Shaikh (2013), Eissa (2013), dan Mobinikhaledi (2010)). Salah satu ciri dari metode konvensional adalah penggunaan pelarut organik. Namun banyak pelarut organik yang berbahaya dan bisa merusak kesehatan manusia, selain itu sebagian besar pelarut yang digunakan bersifat mudah menguap dan menyebabkan pencemaran lingkungan dengan dihasilkannya limbah pada produk akhir (Zarei dan Jarrahpour, 2011). Sehingga telah banyak dikembangkan metode yang efisien untuk mengurangi penggunaan pelarut organik, salah satunya yaitu menggunakan metode *green synthesis* dengan metode penggerusan misalnya. Menurut Chavan dkk. (2010), metode penggerusan memiliki banyak keunggulan diantaranya tidak membutuhkan pelarut organik, metode yang mudah dan simpel, serta ramah lingkungan.

Sintesis senyawa basa Schiff diduga dapat dilakukan dengan 2 jalur pada mekanisme reaksi aldehida dan amina primer. Pada metode pertama senyawa produk sintesis dapat dilakukan secara serentak, sedangkan metode kedua dilakukan secara bertahap. Patil dkk. (2012) dalam penelitiannya telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff dengan perbandingan kedua metode. Selain itu, Silva (2019) dalam penelitiannya juga telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff secara serentak dan bertahap.

Sesungguhnya Allah SWT telah menciptakan semua yang ada di muka bumi ini tidak ada yang sia-sia, agar manusia mau memikirkan ciptaan-Nya dan selalu bersyukur kepada-Nya. Begitu pula dengan modifikasi senyawa dengan menggunakan katalis asam dari alam. Katalis asam dari alam merupakan salah satu cara untuk mengurangi kerusakan pada alam karena minimnya penggunaan pelarut kimia yang memiliki dampak buruk bagi alam itu sendiri. Sebagaimana firman Allah SWT dalam QS. Ar Rum (20) ayat 41:

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

Artinya : “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)”.

Ayat tersebut menjelaskan tentang kerusakan-kerusakan di bumi yang disebabkan oleh manusia itu sendiri. Selain itu, ayat tersebut juga menjelaskan teguran dari Allah kepada hamba-hamba Nya yang berbuat kerusakan di bumi, agar mereka kembali ke jalan yang benar. Allah telah mengirimkan manusia ke

atas bumi ini ialah untuk menjadi khalifah Allah. Salah satu cara menjaga kelestarian alam dalam sintesis senyawa organik yaitu dengan mengurangi penggunaan pelarut kimia. *Green synthesis* merupakan salah satu metode untuk mengurangi penggunaan pelarut kimia dengan cara pemanfaatan jeruk lemon sebagai katalis alami.

Penelitian ini akan dilakukan dengan mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon menggunakan katalis asam jeruk lemon. Senyawa basa Schiff kemudian akan dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR, KG-SM, dan ¹HNMR. Setelah itu, untuk mendapatkan produk terbaik akan dilakukan perbandingan volume katalis asam jeruk lemon dan metode yang digunakan.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakter produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon menggunakan variasi volume katalis asam jus jeruk lemon (*Citrus limonium*) ?
2. Berapa kemurnian yang diperoleh dari volume terbaik katalis asam jus jeruk lemon (*Citrus limonium*) yang digunakan pada sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon ?
3. Berapa perbandingan tingkat kemurnian senyawa produk proses bertahap dengan senyawa produk proses serentak pada volume katalis asam terbaik ?

1.3 Tujuan

1. Mengetahui karakter produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon menggunakan variasi volume katalis asam jeruk lemon (*Citrus limonium*)

2. Mengetahui kemurnian yang diperoleh dari volume terbaik katalis asam jeruk lemon (*Citrus limonium*) yang digunakan pada sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon.
3. Mengetahui perbandingan tingkat kemurnian senyawa produk pada proses bertahap dengan senyawa produk pada proses serentak pada volume katalis asam terbaik.

1.4 Manfaat

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai metode *green synthesis* senyawa basa Schiff menggunakan katalis asam alami jus jeruk lemon (*Citrus limonium*) salah satunya yaitu dengan metode penggerusan. Serta memberikan informasi mengenai karakterisasi dari senyawa basa Schiff.

1.5 Batasan Masalah

1. Perbandingan mol vanilin dan *p*-aminoasetofenon 1:1.
2. Penggunaan katalis asam jeruk lemon (*Citrus limonium*) dari SUPERINDO Dinoyo Kabupaten Malang.
3. Variasi volume katalis asam alami jus jeruk lemon (*Citrus limonium*) yaitu 0; 0,25; 0,5; 0,75; 1; 1,25 mL; dan proses bertahap.
4. Identifikasi produk sintesis menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR, KG-SM, dan ¹HNMR.
5. Karakterisasi menggunakan KG-SM dilakukan pada produk yang disintesis secara serentak dan secara bertahap.

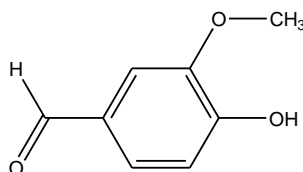
6. Karakterisasi menggunakan ^1H NMR dilakukan pada produk terbaik berdasarkan kemurnian tertinggi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Vanilin

Vanilin dapat diperoleh dari isolasi buah vanila (*Vanilla planifolia*). Tanaman vanila banyak dibudidayakan di Indonesia karena tumbuhan tersebut dapat hidup di daerah tropis (Handayani, 2011). Senyawa vanilin pertama kali disintesis dari eugenol yang merupakan kandungan minyak atsiri pada cengkeh. Vanilin memiliki rumus molekul $C_8H_8O_3$ dengan nama lain 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehid yang merupakan turunan senyawa benzaldehida, mempunyai struktur aromatik benzena. Karakteristik vanilin diantaranya mempunyai wujud kristal berwarna putih atau putih kekuningan dengan bau khas yang harum (Kumar dkk., 2012). Senyawa ini memiliki berat molekul 152,15 g/mol, densitas 1,056 g/cm³, dengan titik lebur dan titik didihnya masing-masing 81-83°C dan 285°C. Vanilin memiliki kelarutan >2% dalam air, sangat larut dalam kloroform, eter dan air panas, serta pH asam dalam bentuk larutan (O'Neil, 2013). Struktur senyawa vanilin dapat dilihat pada Gambar 2.1.



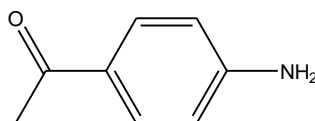
Gambar 2.1 Struktur senyawa vanilin (Kumar dkk., 2012)

Senyawa vanilin biasa digunakan sebagai penyedap makanan dan aroma pada parfum. Vanilin memiliki gugus hidrofobik pada cincin aromatisnya dan gugus-gugus hidrofil yang meliputi gugus hidroksil, metoksi, dan aldehida. Gugus

aldehida pada vanilin mengandung gugus karbonil yang terdapat $C^{\delta+}$ sehingga mudah di serang nukleofil (Kumar, dkk., 2012). Salah satu nukleofil yang dapat bereaksi dengan vanilin adalah amina primer yang kemudian dapat membentuk basa Schiff (Zarei dan Jarrahpour, 2011).

2.2 *p*-Aminoasetofenon

Nama lain dari senyawa *p*-aminoasetofenon yaitu 4-aminoasetofenon serta nama IUPAC-nya yaitu 1-(4-aminophenyl)ethanone dan memiliki rumus kimia C_8H_9NO . Wujud dari senyawa *p*-aminoasetofenon yakni kristal berwarna kuning dengan berat molekulnya sebesar 135.166 g/mol. Senyawa ini memiliki titik leleh $103-108^{\circ}C$ dan titik didih $292-294^{\circ}C$. *p*-Aminoasetofenon larut dalam air panas, etanol dan juga eter. Bentuk struktur dari senyawa *p*-aminoasetofenon ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur senyawa *p*-aminoasetofenon (O'Neil, 2013)

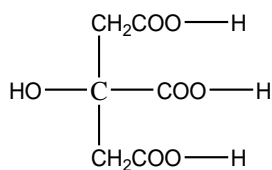
Senyawa *p*-aminoasetofenon dapat digunakan sebagai obat-obatan dan produk organik lainnya. Senyawa ini juga digunakan sebagai reagen dalam penentuan fotometrik dari Ce serta digunakan dalam penentuan paladium dan vitamin B1 (O'Neil, 2013). Gugus amina primer ($R-NH_2$) pada senyawa *p*-aminoasetofenon dapat digunakan sebagai nukleofil pada sintesis senyawa basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982).

2.3 Jeruk Lemon (*Citrus limonium*)

Jeruk lemon termasuk dalam sekelompok jeruk sitrun atau *Citroen* (*Citrus medica*). Adapun taksonomi dari jeruk lemon adalah sebagai berikut (Rukmana, 2001):

Divisi	: Magnoliophyta
Sub Divisio	: Angiospermae
Kelas	: Magnoliopsida
Ordo	: Sapindales
Famili	: Rutaceae
Genus	: <i>Citrus</i>
Spesies	: <i>Citrus medica</i>

Jeruk lemon tidak hanya kaya akan kandungan vitamin C, akan tetapi juga terdapat kandungan bioflavonoid, asam, dan minyak-minyak volatil pada kulitnya seperti limonen ($\pm 70\%$), α -terpinen, α -pinen, β -pinen, sitrat, dan kumarin. Kandungan asam sitrat dalam sari buah jeruk lemon adalah 5%, yang memberikan rasa khas lemon dan pH-nya sekitar 2-3 (Wijaya, 2008). Struktur dari senyawa asam sitrat ditunjukkan pada Gambar 2.3.

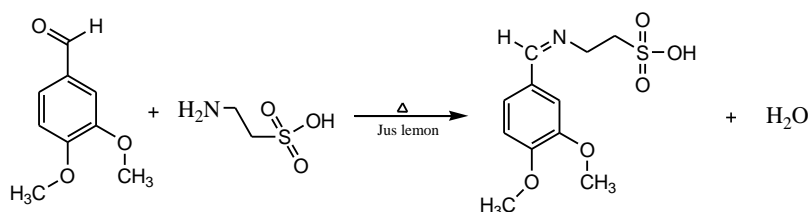


Gambar 2.3. Struktur senyawa asam sitrat (Cairns, 2009)

Asam sitrat merupakan asam organik lemah yang ditemukan pada daun dan buah tumbuhan genus citrus. Senyawa ini merupakan bahan pengawet yang baik dan alami, selain itu juga digunakan sebagai penambah rasa masam pada makanan dan minuman ringan. Keasaman asam sitrat didapatkan dari tiga gugus karboksil (COOH) yang dapat melepas proton dalam larutan. Jika hal ini terjadi, ion yang

dihasilkan adalah ion sitrat. Sitrat sangat baik digunakan dalam larutan penyangga untuk mengendalikan pH larutan (Istiorini, 2011).

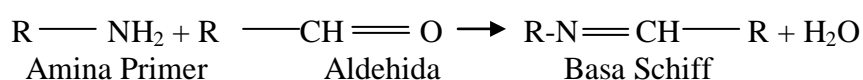
Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff tergantung dengan pH. Jika larutan terlalu asam, konsentrasi amina bebas menjadi semakin kecil sehingga tahap adisi akan menjadi semakin lambat. Akan tetapi laju eliminasi gugus OH yang terprotonkan sebagai air pada tahap akhir reaksi akan meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi asam. Pada kondisi yang demikian terdapat pH optimum yaitu sekitar pH 3-4, yang mana laju reaksi keseluruhan adalah yang paling tinggi (Fessenden dan Fessenden, 1982). Berikut reaksi sintesis basa Schiff dengan katalis asam jus lemon :



Gambar 2.4 Reaksi sintesis senyawa basa Schiff dengan katalis asam jus lemon (Elemike dkk., 2016)

2.4 Basa Schiff

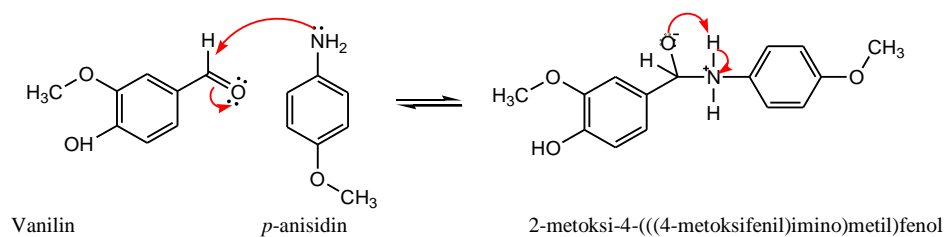
Basa Schiff telah dikenal sejak tahun 1964 oleh Hugo Schiff yang mengenalkan reaksi kondensasi antara amina primer dengan senyawa karbonil (Hussain, dkk., 2014). Basa Schiff merupakan senyawa imina yang memiliki karakteristik ikatan $\text{C}=\text{N}$ - (Fessenden dan Fessenden, 1982). Reaksi pembentukan basa Schiff ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.5 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff (Sirumapea dkk., 2015)

Imina tak tersubstitusi yang terbentuk dari NH_3 tidak stabil dan berpolimerisasi bila didiamkan. Tetapi jika digunakan amina primer (R-NH_2) sebagai ganti amonia, akan terbentuk imina tersubstitusi yang lebih stabil. Aldehida aromatik (seperti benzaldehida) atau arilamina (seperti anilina) menghasilkan imina yang paling stabil, namun aldehida, keton atau amina primer lain juga dapat digunakan (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Salah satu aldehida aromatik alami yang dapat digunakan sebagai *material start* dalam sintesis basa Schiff adalah vanilin. Sebagaimana senyawa aldehida yang lain, vanilin dapat direaksikan dengan *p*-anisidin (yang merupakan amina aromatik primer) untuk menghasilkan senyawa basa Schiff. Persamaan reaksinya ditunjukkan pada Gambar 2.6.

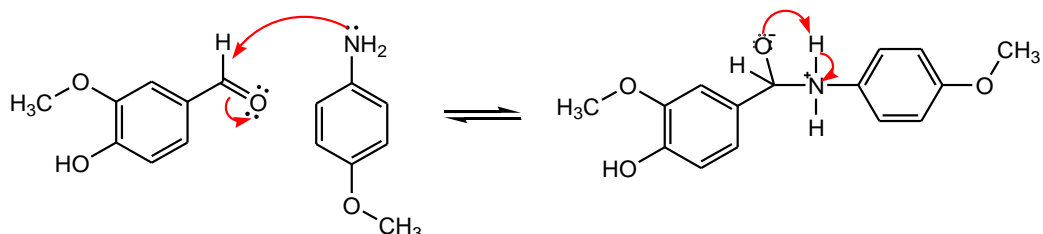


Gambar 2.6 Reaksi vanilin dengan *p*-anisidin (Khasanuddin, 2018)

2.4.1 Reaksi Basa Schiff Menggunakan Katalis Asam Alami

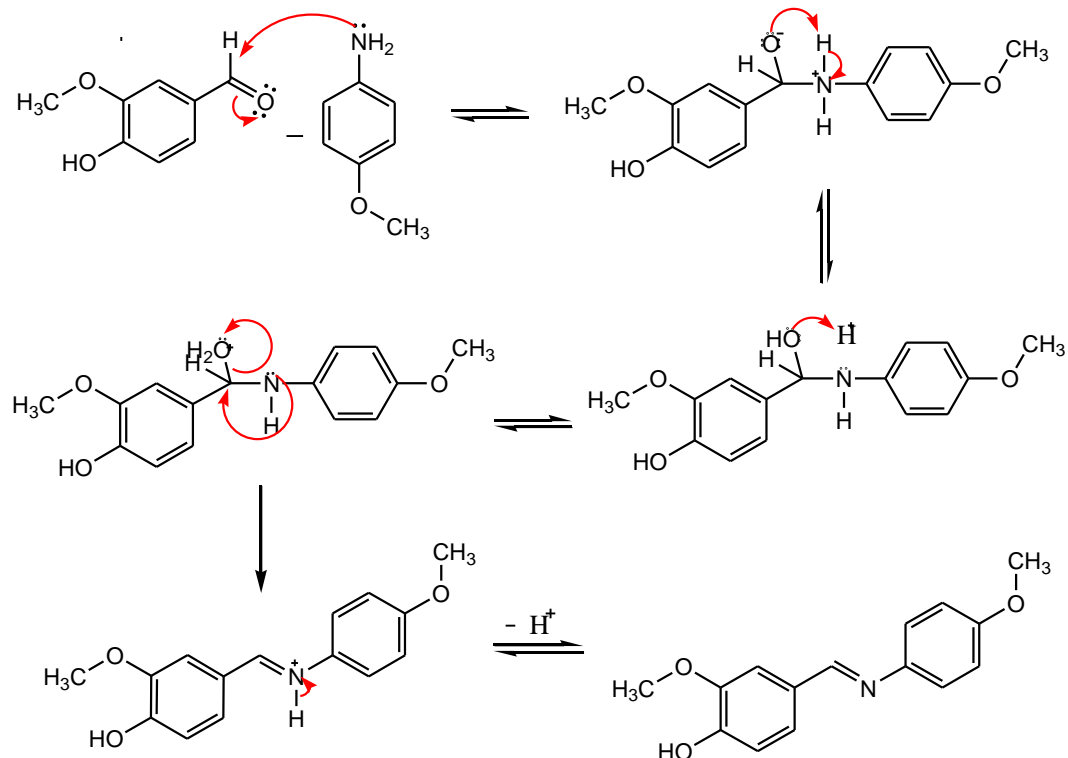
Sintesis senyawa basa Schiff dari senyawa karbonil dengan suatu amina primer dapat dilakukan dengan menerapkan metode *green synthesis* dengan cara digerus (Chavan dkk., 2010) dan menggunakan katalis asam alami (Yadav dan Mani, 2015). Katalis asam pada reaksi basa Schiff berperan pada proses protonasi H^+ (Fessenden dan Fessenden, 1982). Protonasi oleh katalis asam ini dapat mengubah gugus pergi yang buruk ($-\text{OH}$) menjadi gugus pergi yang baik ($-\text{OH}_2^+$) sehingga mengakibatkan eliminasi H_2O (McMurry, 2007). Reaksi antara vanilin

dengan *p*-anisidin membentuk senyawa basa Schiff menggunakan katalis asam ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.7 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff menggunakan katalis asam (Khasanuddin, 2018)

Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff terjadi melalui dua tahap. Pada tahap pertama yaitu reaksi adisi dari amina primer yang berperan sebagai nukleofil terhadap atom C karbonil pada gugus aldehida. Sedangkan pada tahap kedua yaitu reaksi eliminasi dari molekul air. Penambahan katalis asam pada sintesis senyawa basa Schiff berperan pada proses eliminasi molekul air yang diawali dengan terprotonasinya gugus $-OH$ oleh katalis asam. Terprotonasinya gugus $-OH$ dapat terlepas sebagai molekul air yang merupakan gugus pergi yang baik (Fessenden dan Fessenden, 1982). Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan katalis asam ditunjukkan pada Gambar 2.7.

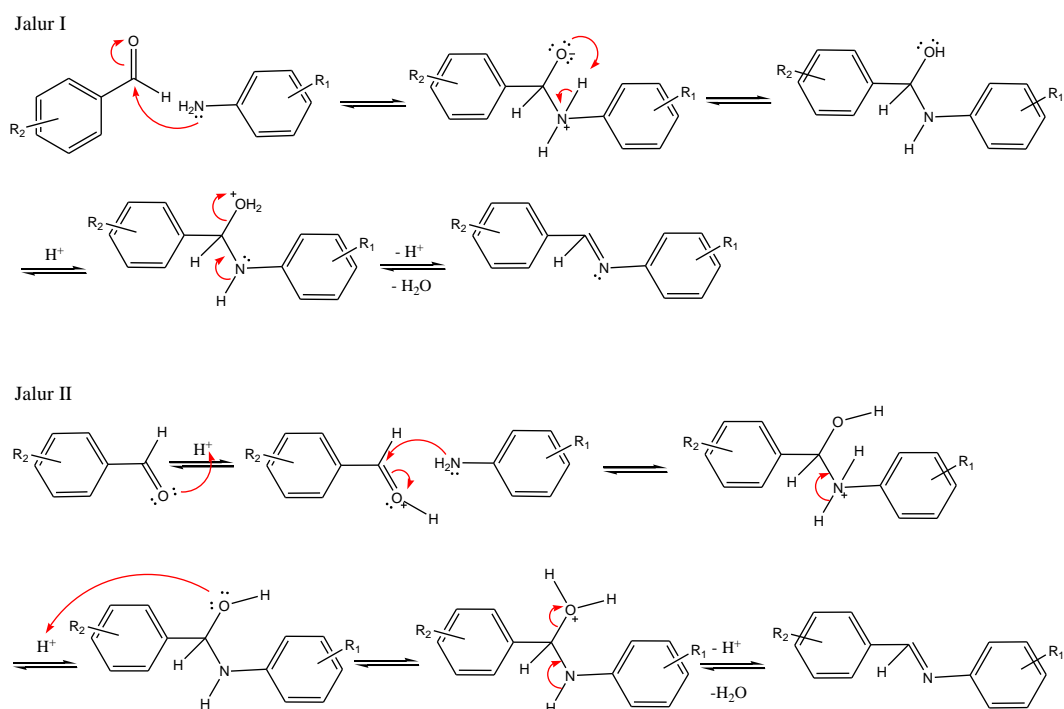


Gambar 2.8 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff
(Khasanuddin, 2018)

Kondisi optimum pada reaksi pembentukan senyawa basa Schiff adalah pada pH 3-4 (Fessenden dan Fessenden, 1982). Hal ini mengakibatkan pembentukan senyawa basa Schiff menjadi sangat bergantung pada pH, sehingga katalis asam pada sintesis ini diharapkan mampu membantu jalannya reaksi pada pH optimum. Beberapa penelitian sebelumnya telah menggunakan katalis asam alami pada sintesis senyawa basa Schiff. Sintesis senyawa basa Schiff dari aril aldehida dan amina primer telah berhasil dilakukan oleh Patil dkk. (2012) dengan menggunakan katalis asam jus lemon dan rendemen yang diperoleh sebesar 97%. Wahab dkk. (2014) juga telah berhasil melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari senyawa benzaldehida dan anilina menggunakan katalis air buah asam dengan rendemen yang diperoleh sebesar 89%.

2.4.2 Reaksi Basa Schiff menggunakan Katalis Asam Alami pada Proses Bertahap

Imina dapat disintesis dengan mudah melalui reaksi reversibel amina dengan aldehida. Pembentukan senyawa basa Schiff pada proses bertahap sangat bergantung pada laju dehidrasi dari campuran reaksi. Mekanisme awal melibatkan kondensasi amina primer dengan senyawa karbonil dengan cara destilasi azeotropik dengan pembuangan air secara simultan (bersamaan). Untuk mengatasi kesulitan dalam menghilangkan air, maka digunakan asam Lewis sebagai katalis untuk mempercepat serangan nukleofilik amina pada karbon karbonil serta sebagai zat dehidrasi untuk melepaskan air pada tahap kedua (tahap eliminasi) (Patil dkk., 2012). Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff proses serentak dan bertahap ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Mekanisme reaksi senyawa basa Schiff secara serentak dan bertahap (Patil dkk., 2012)

Reaksi pada Gambar 2.9 berlangsung melalui tahap tambahan yang membentuk zat antara karbinolamin, yang mengalami dehidrasi imina dalam langkah penentuan laju. Air yang dilepaskan biasanya dikeluarkan dari sistem untuk menggeser keseimbangan menuju produk. Laju reaksi ditentukan pula oleh pH asam (Santerre, Hansrote, dan Crowell, 1958). Penurunan laju reaksi pada pH yang rendah disebabkan oleh protonasi amina, yang menyebabkan tidak dapat menyerang karbonil secara langsung, sedangkan protonasi karbinolamin diperlukan untuk mencapai tingkat dehidrasi yang tinggi (Jencks, 1964).

2.5 Identifikasi Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Purwono dkk., (2013) dalam penelitiannya, fase gerak yang digunakan untuk senyawa 4-hidroksi-3-metoksi-5-(fenildiazenil) benzaldehida dan vanilin adalah kloroform yang cenderung bersifat non-polar. Data yang diperoleh dari KLT adalah nilai R_f (*Retention factor*). Nilai R_f didefinisikan sebagai perbandingan antara jarak senyawa titik awal dan jarak tepi muka pelarut dari titik awal (Gandjar dan Rohman, 2007).

$$R_f = \frac{\text{jarak senyawa yang terelusi}}{\text{jarak pelarut yang mengelusi}} \dots\dots\dots(2.1)$$

Daya pisah (resolusi) harus baik untuk memastikan tidak adanya overlapping antara dua puncak yang dipisahkan. Nilai resolusi yang baik dalam kromatografi apabila mendekati atau lebih dari 1,5. Rumus untuk menghitung resolusi dalam KLT sebagai berikut (Rohman, 2009).

$$R_s = \frac{d}{(w_1+w_2)\sqrt{2}} \dots\dots\dots(2.2)$$

Dimana : R_s = Resolusi
 d = Jarak antara 2 spot
 w = lebar bercak

Penggunaan umum KLT dalam sintesis digunakan untuk memantau berjalannya suatu reaksi, dan menentukan efektifitas kemurnian dalam suatu sintesis organik. Uji identifikasi dapat dilakukan dengan membandingkan nilai R_f yang diperoleh dengan nilai R_f standar. Spot yang mempunyai nilai R_f yang berbeda dengan nilai R_f reaktan diasumsikan bahwa produk sintesis telah terbentuk.

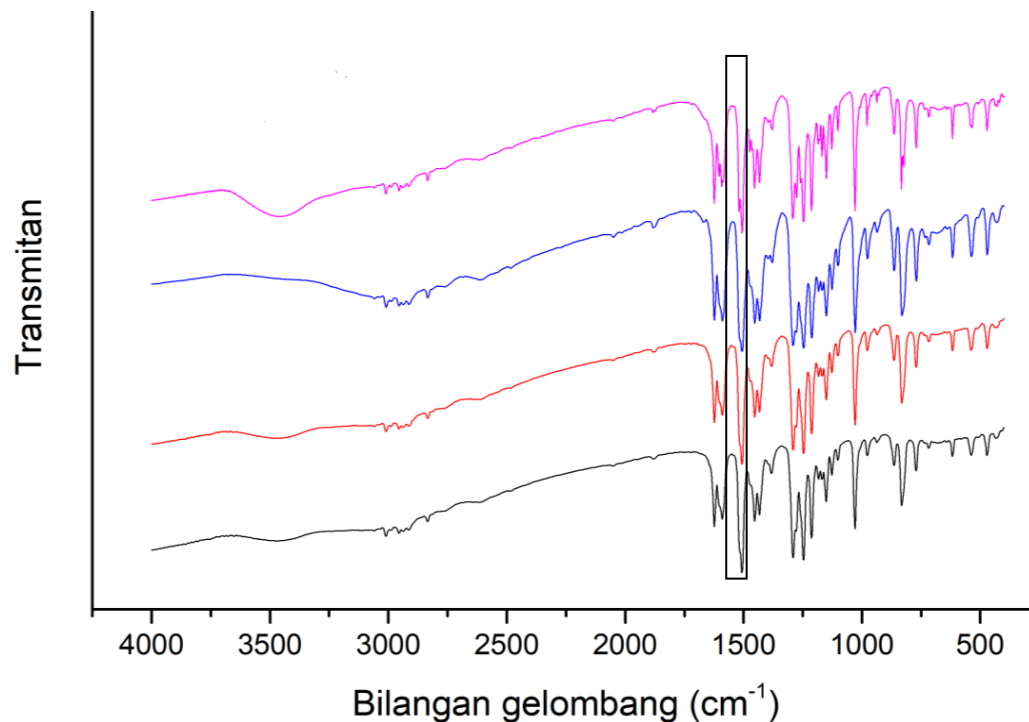
Hasil penyinaran plat KLT menggunakan sinar UV pada panjang gelombang 254 nm mengakibatkan plat KLT berwarna hijau (fluorosensi senyawa yang diembankan pada plat KLT yang menyerap radiasi UV). Sedangkan noda pada sampel nampak seperti noda hitam dari fluorosensi (Mulja dan Suharman, 1995). Senyawa produk memiliki noda dengan nilai R_f yang lebih besar dibandingkan dengan R_f noda dari reaktan (vanilin dan *p*-anisidin) yang digunakan sebagai kontrol. R_f senyawa vanilin sebesar 0,74 dan R_f senyawa *p*-anisidin sebesar 0,76. Sedangkan nilai R_f dari senyawa produk dengan variasi volume katalis asam berkisar antara 0,79-0,81 (Khasanuddin, 2018).

2.6 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff

2.6.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Absorpsi radiasi inframerah ekuivalen dengan frekuensi vibrasi ulur dan tekuk ikatan dalam kebanyakan ikatan kovalen molekul. Daerah spektra pada FTIR dibagi menjadi 3, yaitu daerah dekat ($0,8-2,5 \mu\text{m}$ atau $12.500-4.000 \text{ cm}^{-1}$), daerah tengah ($2,5-25 \mu\text{m}$ atau $4.000-400 \text{ cm}^{-1}$), dan daerah jauh ($25-1.000 \mu\text{m}$

atau $400\text{-}10\text{ cm}^{-1}$), akan tetapi penggunaan yang paling sering digunakan pada daerah tengah (Gandjar dan Rohman, 2007).



Gambar 2.10 Spektra FTIR senyawa basa Schiff (Khasanuddin, 2018)

Khasanuddin (2018) telah berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan metode penggerusan menggunakan katalis jeruk nipis dengan melibatkan variasi volume katalis asam alami. Dari hasil sintesisnya tersebut diperoleh spektra pada Gambar 2.10 gugus fungsi imina (C=N) dari senyawa produk hasil sintesis memiliki bentuk serapan khas yang ditandai dengan adanya bentuk serapan yang tajam serta kuat pada bilangan gelombang 1623 cm^{-1} . Kemudian muncul gugus -OH dengan serapan vibrasi ulur dari senyawa produk pada bilangan gelombang antara $3468\text{-}3459\text{ cm}^{-1}$. Selain itu juga muncul serapan vibrasi ulur gugus eter (C-O-C) pada bilangan gelombang antara $1290\text{-}1291\text{ cm}^{-1}$ dan gugus -CH₃ pada bilangan gelombang antara $1452\text{-}1453\text{ cm}^{-1}$.

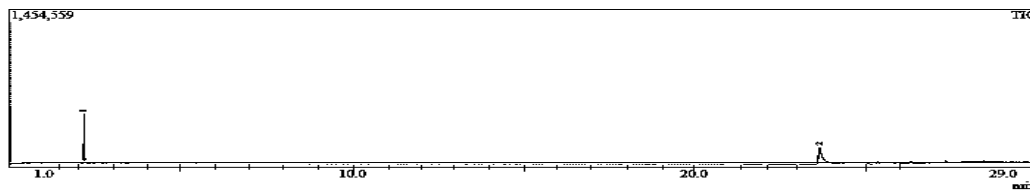
Menurut Ummathur (2009) bahwa serapan yang khas pada basa Schiff terletak pada C=N pada daerah 1550-1600 cm^{-1} dengan karakteristik serapan yang kuat. Berdasarkan Al-Hakimi (2016), sintesis senyawa basa Schiff dari senyawa vanilin dan anilin menggunakan katalis jeruk nipis memiliki serapan C=N pada daerah 1584 cm^{-1} . Adawiyah (2017) telah melakukan penelitian tentang sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan metode penggerusan dengan melibatkan variasi waktu. Dari hasil sintesis tersebut didapatkan spektra dengan gugus fungsi imina (C=N) dari senyawa hasil sintesis memiliki serapan yang khas yang ditandai dengan adanya bentuk serapan yang tajam dan kuat pada bilangan gelombang 1590 cm^{-1} . Selain itu, juga terdapat serapan lain yang menunjukkan adanya gugus -OH *stretch* pada daerah bilangan gelombang 3441-3451 cm^{-1} dengan bentuk serapan yang lebar, ada pula serapan gugus C-O *stretch* fenol pada daerah bilangan gelombang 1212-1213 cm^{-1} , dan serapan kuat gugus C=C aromatik pada bilangan gelombang 1623 dan 1507 cm^{-1} .

2.6.2 Karakterisasi Menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM)

Analisis menggunakan KG-SM dilakukan untuk memperkuat bukti bahwa senyawa target yang disintesis telah terbentuk. Kromatografi gas (KG) merupakan suatu teknik pemisahan senyawa berdasarkan perbandingan distribusi terhadap fasa diam dan fasa gerak. Komponen yang bersifat volatil (dan stabil pada suhu panas) akan bermigrasi melalui kolom yang berisi fasa diam dengan kecepatan yang bergantung pada rasio distribusinya (Rohman dan Gandjar, 2012).

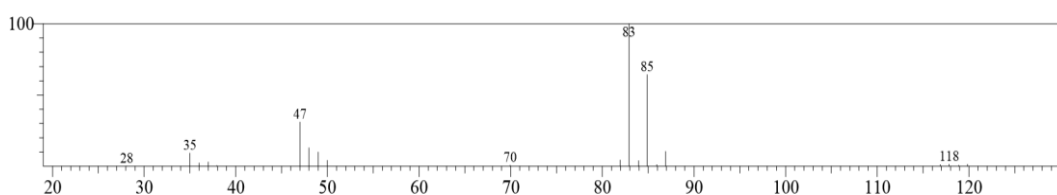
Spektra massa menunjukkan grafik perbandingan massa fragmen (m/z atau m/e) dengan kelimpahan relatif pada masing-masing fragmen tersebut berdasarkan kestabilannya. Kestabilan fragmen dipengaruhi oleh kemampuannya

dalam beresonansi. Semakin stabil suatu fragmen maka kelimpahan relatifnya akan semakin tinggi (Supratman, 2010).



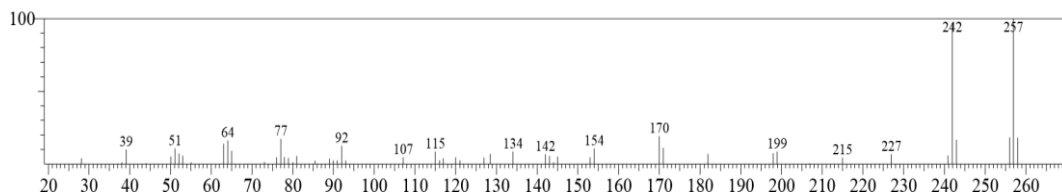
Gambar 2.11 Kromatogram senyawa hasil sintesis variasi katalis 1 mL (Khasanuddin, 2018)

Gambar diatas menunjukkan kromatogram hasil pemisahan melalui kromatografi gas dari senyawa produk sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan katalis jeruk nipis. Kromatogram tersebut memperlihatkan adanya 2 puncak yang terbentuk yang menandakan adanya 2 senyawa yang terpisah dari sampel yang telah dianalisis. Pada puncak pertama memiliki waktu retensi 2,178 menit, sedangkan pada puncak kedua memiliki waktu retensi 23,641 menit (Khasanuddin, 2018). Kemudian pada puncak pertama menunjukkan hasil spektra massa sebagai berikut:



Gambar 2.12 Spektra massa pada puncak 1 (Khasanuddin, 2018)

Spektra massa pada gambar diatas memiliki base peak pada nilai m/z 83. Kemudian muncul puncak yang sangat kecil pada m/z 119 yang merupakan ion molekular (M^+). Nilai tersebut telah sesuai dengan masa molekul relatif dari senyawa kloroform yaitu sebesar 119,38 g/mol.

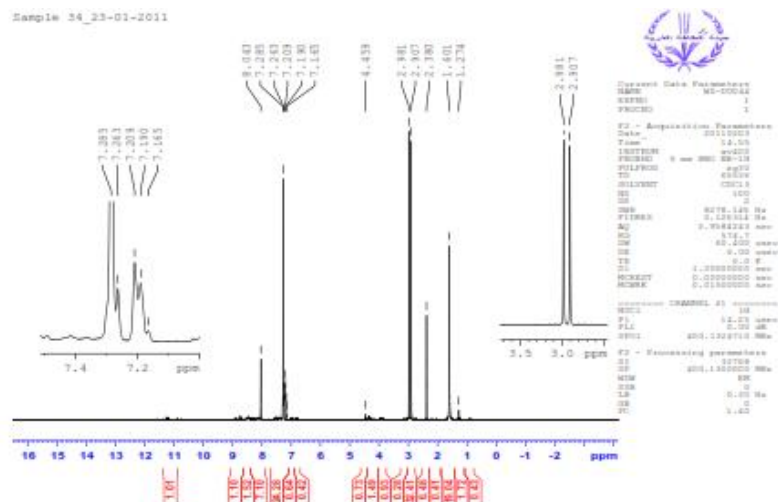


Gambar 2.13 Spektra massa pada puncak 2 (Khasanuddin, 2018)

Dari Gambar 2.13 dapat dilihat bahwa spektra massa tersebut muncul *base peak* pada nilai m/z 257, dimana nilai tersebut merupakan puncak dengan kelimpahan relatif terbesar (100%). Nilai tersebut sesuai dengan berat molekul dari senyawa target basa Schiff yaitu sebesar 257 g/mol. Selain itu, pada Gambar 2.12 juga menunjukkan adanya 2 puncak dengan nilai kelimpahan relatif yang tinggi pada nilai m/z 242 dan m/z 257. Puncak yang memiliki kelimpahan relatif tinggi menandakan fragmen tersebut lebih stabil dibandingkan dengan fragmen lainnya. Puncak dengan nilai m/z 257 merupakan ion molekular (M^+) dengan kelimpahan relatif tertinggi (100%). Sedangkan puncak yang lain merupakan fragmen yang terbentuk dari pemecahan ion molekular (Khasanuddin, 2018).

2.6.3 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer $^1\text{HNMR}$

Analisis dengan spektrofotometer $^1\text{HNMR}$ menghasilkan suatu spektrum yang memberikan informasi jumlah atom H yang terdapat dalam senyawa basa Schiff. Gambar 2.13. menunjukkan bahwa spektrofotometer ini dapat menghasilkan *signal* senyawa basa Schiff. Menurut Eissa (2013), *signal* senyawa basa Schiff muncul di wilayah $\delta=2.981-1.274$ ppm pada gugus metil dalam lingkungan yang berbeda. Muncul *signal* $\delta=11.213$ dan $\delta=8.813$ ppm masing-masing pada gugus amida (CONH) dan imina (-HC=N-). Selain itu juga muncul *signal* di wilayah 8.043-7.165 ppm pada gugus aromatik. Spektrum senyawa basa Schiff ditunjukkan pada Gambar 2.14 berikut :



Gambar 2.14 Spektrum ^1H NMR senyawa basa Schiff (Eissa, 2013)

Al Azzawi (2014) juga menyatakan bahwa spektrum ^1H NMR senyawa basa Schiff muncul *signal* dari gugus CH_2CH_2 pada $\delta=2,96$ ppm, gugus amida (NH) dan imina ($-\text{HC}=\text{N}-$) muncul pada *signal* masing-masing $\delta=7,41-7,99$ ppm serta $\delta=8,16 - 8,71$ ppm. Selain itu, menurut Alikhani (2018) yang telah mensintesis senyawa basa Schiff menggunakan katalis asam jeruk lemon dengan pelarut DMSO, gugus imina ($-\text{HC}=\text{N}-$) muncul pada *signal* 8,30 ppm. Gugus aromatis muncul pada *signal* 7,89-7,91 ppm dan pelarut DMSO muncul pada *signal* 5,84 ppm.

Mohana dan Kumar (2013) juga telah melakukan karakterisasi menggunakan ^1H NMR pada senyawa basa Schiff dengan pelarut DMSO, dimana gugus imina muncul pada *signal* 8,61 ppm. Pelarut DMSO muncul pada *signal* 13,05 ppm, gugus aromatis muncul pada *signal* 6,91-7,52 ppm, gugus metoksi ($-\text{OCH}_3$) muncul pada *signal* 3,83 ppm, dan gugus OH muncul pada *signal* 9,23 ppm. Dikarenakan adanya ikatan hidrogen intramolekuler dengan gugus $-\text{OCH}_3$, menyebabkan kerapatan elektron di sekitar O pada $-\text{OCH}_3$ membesar sedangkan di sekitar H pada $-\text{OH}$ rapatan elektronnya mengecil sehingga proton-proton tidak

terperisai dan berada pada keadaan downfield (kurang terperisai) yang semakin jauh dari TMS (Priscylio, 2013).

2.7 Pemanfaatan Senyawa Basa Schiff dalam Perspektif Islam

Senyawa basa Schiff merupakan senyawa produk hasil sintesis dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon. Pendayagunaan sumber daya alam yang kurang tepat mengakibatkan berbagai hal dapat merugikan hewan, tumbuhan, maupun manusia itu sendiri selaku khalifah Allah SWT. Kerusakan lingkungan adalah salah satu dampak buruk penyalahgunaan sumber daya alam.

Dalam Al-Qur'an telah dijelaskan bahwa sumber daya alam yang ada di bumi ditujukan untuk kemakmuran manusia. Manusia yang menjadi khalifah untuk mengurus dan memanfaatkannya tanpa merusak tatanan yang telah ada. Hal tersebut telah dijelaskan dalam firman Allah SWT QS. Al An'am (6) ayat 165 yang berbunyi:

وَهُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ الْأَرْضِ وَرَفَعَ بَعْضَكُمْ فَوْقَ بَعْضٍ دَرَجَاتٍ لِيُبْلُوَكُمْ فِي مَا آتَاكُمْ ۗ إِنَّ رَبَّكَ سَرِيعُ الْعِقَابِ وَإِنَّهُ لَغَفُورٌ رَحِيمٌ ﴿١٦٥﴾

Artinya : “Dan Dialah yang menjadikan kamu penguasa-penguasa di bumi dan Dia meninggikan sebahagian kamu atas sebahagian (yang lain) beberapa derajat, untuk mengujimu tentang apa yang diberikan-Nya kepadamu. Sesungguhnya Tuhanmu amat cepat siksaan-Nya dan sesungguhnya Dia Maha Pengampun lagi Maha Penyayang”.

Menurut tafsir Al-Mukhtashar, ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah telah menjadikan manusia sebagai khalifah di muka bumi untuk memakmurkannya. Selain itu, Allah SWT juga menjadikan manusia dengan derajat yang berbeda-beda dalam hal rupa, rezeki, kekuatan, kemuliaan, dan ilmu untuk menguji

hambanya. Dan Dia menurunkan Al-Qur'an untuk dijadikan pedoman dan petunjuk bagi umat-Nya yang berakal hingga pada akhirnya manusia menyadari kesempurnaan akan ciptaan Allah SWT seperti yang telah dijelaskan pada firman Allah QS. Ali Imran ayat 190-191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا
 مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

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

Berdasarkan QS. Ali Imran ayat 190-191, Allah SWT telah menegaskan bahwa dalam penciptaan langit dan bumi terdapat tanda-tanda kekuasaan-Nya. Namun, tidak semua menyadarinya, karena hanya orang-orang yang berakal dan memikirkan tanda-tanda kekuasaan-Nya yang dapat menyadarinya. Maksud dari orang-orang yang berakal ialah orang-orang yang selalu mengingat tanda-tanda kekuasaan Allah SWT dalam keadaan apapun. Agar manusia dapat selalu beriman dan bersyukur bahwa sesungguhnya semua yang ada di langit dan bumi adalah bukti dari kebesaran-Nya (Satrio, 2012).

Ilmu pengetahuan pada zaman sekarang telah berkembang menjadi sangat luas. Perkembangan itu pula membuat kebudayaan manusia menjadi semakin maju dan kebutuhan manusia juga semakin berkembang. Hal tersebut menjadikan

apapun yang sudah ada di alam kurang mampu memenuhi kebutuhan manusia. Sehingga untuk mengatasi hal tersebut manusia dibekali akal oleh Allah SWT untuk melakukan penelitian dan menciptakan berbagai macam penemuan. Salah satunya dengan membuat senyawa baru seperti basa Schiff yang memiliki beragam manfaat bagi manusia itu sendiri.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilakukan dengan skala laboratorium pada bulan Maret - Juli 2019 di Laboratorium Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, bola hisap, mortar dan alu, neraca analitik, desikator, indikator universal, oven, botol semprot, plat KLT GF₂₅₄, spektrofotometer FTIR, spektrometer KG-SM VARIAN CP-3800 SATURN 2200, dan ¹HNMR.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya vanilin p.a (Merck), *p*-aminoasetofenon p.a (Merck), jeruk lemon (*Citrus limonium*), kloroform, metanol, aseton p.a, aseton teknis, DMSO-d₆, plat KLT GF₂₅₄, kertas saring, dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut :

1. Preparasi katalis asam dari jeruk lemon (*Citrus limonium*)
2. Sintesis senyawa basa Schiff dengan mol vanilin : *p*-aminoasetofenon (1:1) dan variasi volume katalis asam jeruk lemon (*Citrus limonium*) yaitu 0; 0,25; 0,5; 0,75; 1; 1,25 mL, dan proses bertahap

3. Monitoring produk hasil sintesis
4. Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan FTIR
5. Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan KG-SM
6. Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan $^1\text{HNMR}$
7. Analisis data

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Katalis Asam Jeruk Lemon (*Citrus limonium*)

Buah lemon dicuci dan dibelah menjadi 2. Kemudian diperas dan dimasukkan ke dalam gelas beker, air buah lemon yang dihasilkan kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring hingga mendapatkan air lemon yang bersih. Air lemon diuji nilai pH-nya dan dikondisikan hingga pH 3-4 dengan menggunakan aquades. Air lemon siap digunakan sebagai katalis dalam sintesis.

3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff Mol Vanilin : *p*-Aminoasetofenon (1:1) dengan Variasi Volume Katalis Asam Jeruk Lemon

Vanilin sebanyak 5 mmol (0,761 gram) dimasukkan ke dalam mortar. Selanjutnya ditambah dengan 5 mmol (0,676 gram) *p*-aminoasetofenon dan katalis asam jeruk lemon dengan variasi volume secara berturut-turut 0; 0,25; 0,5; 0,75; 1; dan 1,25 mL. Kemudian digerus pada suhu ruangan selama 15 menit sampai dihasilkan padatan berwarna kuning. Padatan yang terbentuk dicuci menggunakan aquades hingga pH mencapai pH aquades. Padatan dikeringkan dalam desikator. Selanjutnya padatan hasil sintesis dianalisis menggunakan FTIR, KG-SM, dan $^1\text{HNMR}$. Produk yang memiliki rendemen tinggi dengan kemurnian yang tinggi pula akan dilakukan sintesis menggunakan metode bertahap. Mula-mula vanilin yang dicampur dengan katalis asam jeruk lemon, kemudian

ditambahkan *p*-aminoasetofenon.

Vanilin sebanyak 5 mmol (0,761 gram) dimasukkan ke dalam mortar. Kemudian ditambahkan katalis pada volume 0,25 mL dan digerus pada suhu ruang selama 15 menit. Selanjutnya ditambahkan *p*-aminoasetofenon dan digerus ulang pada suhu ruang selama 15 menit. Padatan yang terbentuk dicuci menggunakan aquades hingga pH mencapai pH aquades. Padatan dikeringkan dalam desikator. Selanjutnya padatan hasil sintesis dianalisis menggunakan FTIR dan KG-SM.

3.4.3 Identifikasi Hasil Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Plat KLT silika GF₂₅₄ berukuran 10 x 10 cm diaktivasi menggunakan oven pada suhu 100°C selama 20 menit. Selanjutnya senyawa hasil sintesis dan senyawa reaktan ditotolkan bersebelahan pada plat KLT dengan jarak 1 cm dari tepi bawah plat menggunakan pipa kapiler sebanyak 3 totolan. Kemudian dimasukkan ke dalam *chamber* yang berisikan eluen. Eluen yang digunakan adalah kloroform dan metanol dengan perbandingan 9:1 mL. Selanjutnya, plat silika gel diangkat dan dikeringkan. Lalu disinari dengan UV pada panjang gelombang 254 nm. Spot yang terbentuk dari masing-masing totolan dari variasi volume katalis ditandai dan dibandingkan dengan hasil KLT reaktan (*starting material*).

3.4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Identifikasi gugus fungsi senyawa produk menggunakan spektrofotometer FTIR Varian tipe FT 1000. Senyawa produk dicampur dengan KBr lalu digerus dalam mortar agate. Kemudian campuran dipress dan dibentuk pelet, setelah itu pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR

pada rentang bilangan gelombang 4000-40 cm^{-1} .

3.4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Kromatografi Gas Spektrometri Massa (KG-SM)

Senyawa produk hasil sintesis yang telah dilarutkan dengan kloroform diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* kedalam tempat KG-SM VARIAN CP-3800 SATURN 2200 dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: AGILENT J&W VF-5MS
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: QP2010
Oven	: Terprogram 100°C (10 menit) → 330°C (20 menit)
Temperatur Injector	: 350°C
Tekanan gas	: 16,5 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,5 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium
MS (m/z)	: 33-300 m/z

3.4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan $^1\text{HNMR}$

Identifikasi senyawa produk terbaik pembentukan senyawa basa Schiff menggunakan instrumen $^1\text{HNMR}$ AGILENT DD2 dapat dilakukan di Laboratorium Kimia, Institut Teknologi Bandung (ITB). Spektra $^1\text{HNMR}$ dari basa Schiff dalam larutan DMSO-d_6 akan dicatat dalam spektrometer JNM-ECZ500R pada frekuensi 500 MHz, dan perubahan kimianya dicatat dalam bentuk ppm.

3.4.7 Analisis Data

1. Keberhasilan sintesis dilihat dari karakter produk sintesis yang diperoleh, yaitu berupa padatan berwarna kuning dan memunculkan noda kuning pada plat KLT. Nilai R_f pada senyawa produk hasil sintesis dengan variasi volume katalis asam berkisar antara 0,79-0,81.

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 basa Schiff lebih lanjut dilakukan dengan KG-SM dan $^1\text{HNMR}$. Pada KG-SM, dugaan komponen senyawa dalam produk sintesis basa Schiff dapat diketahui berdasarkan berat molekul dan pola fragmentasinya pada spektra massa. Senyawa produk hasil sintesis 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon memiliki ion molekuler pada m/z 269. Sedangkan pada spektrum $^1\text{HNMR}$, senyawa basa Schiff dengan gugus (-HC=N-) muncul pada *signal* δ sekitar 8,16 - 8,71 ppm.

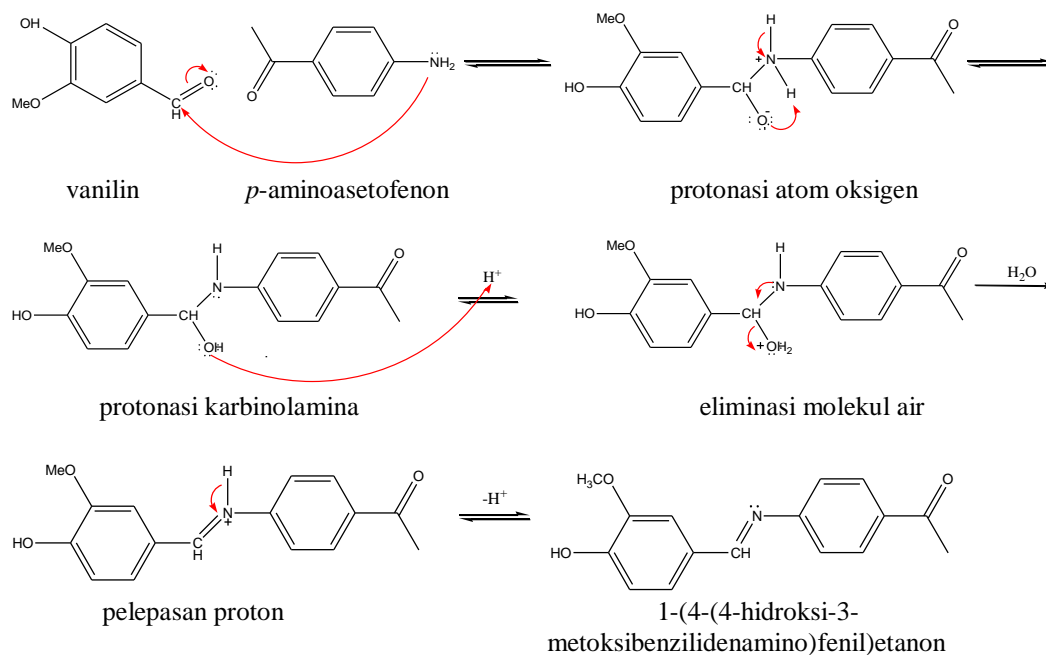
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon menggunakan katalis asam dari jeruk lemon pada proses serentak

Senyawa basa Schiff 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon disintesis dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon, kedua senyawa tersebut secara berturut-turut berperan sebagai penyedia gugus aldehida dan gugus amina primer. Sintesis ini dilakukan menggunakan metode penggerusan pada suhu ruang dengan bantuan katalis asam dari jeruk lemon yang telah dilakukan pengenceran dengan aquades. Menurut Sana, dkk. (2012) pada proses penggerusan terjadi proses konversi energi mekanik menjadi energi panas sehingga dapat membentuk produk.

Reaksi antara molekul vanilin dengan molekul *p*-aminoasetofenon melibatkan proses serah terima elektron, dimana molekul vanilin bertindak sebagai asam Lewis (penerima pasangan elektron) dan *p*-aminoasetofenon bertindak sebagai basa Lewis (pendonor pasangan elektron) (Khasanuddin, 2018). Mekanisme reaksi yang terjadi pada pembentukan senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon terdiri dari dua tahap (Fessenden & Fessenden, 1982). Tahap pertama adalah tahap adisi amina primer terhadap atom C pada gugus C=O dari vanilin. Kemudian tahap kedua adalah tahap eliminasi yang diawali dengan protonasi gugus hidroksi (-OH), kemudian diikuti oleh pelepasan molekul air. Dugaan mekanisme reaksi yang terjadi selama proses sintesis berlangsung ditunjukkan pada Gambar 4.1, serta hasil pengamatan sifat fisik dari senyawa produk sintesis dapat dilihat pada Tabel 4.1:



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon dengan katalis asam

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisik senyawa hasil sintesis

Pengamatan	Massa (gr)	Titik Lebur (°C)	Produk Sintesis
P₀	1,3396	160,6-163,3	
P_{0,25}	1,2638	161-163,3	
P_{0,5}	1,1812	160,6-163	
P_{0,75}	1,1544	160,3-163,3	
P₁	1,1451	160,3-163,3	
P_{1,25}	1,1393	160,6-163,3	

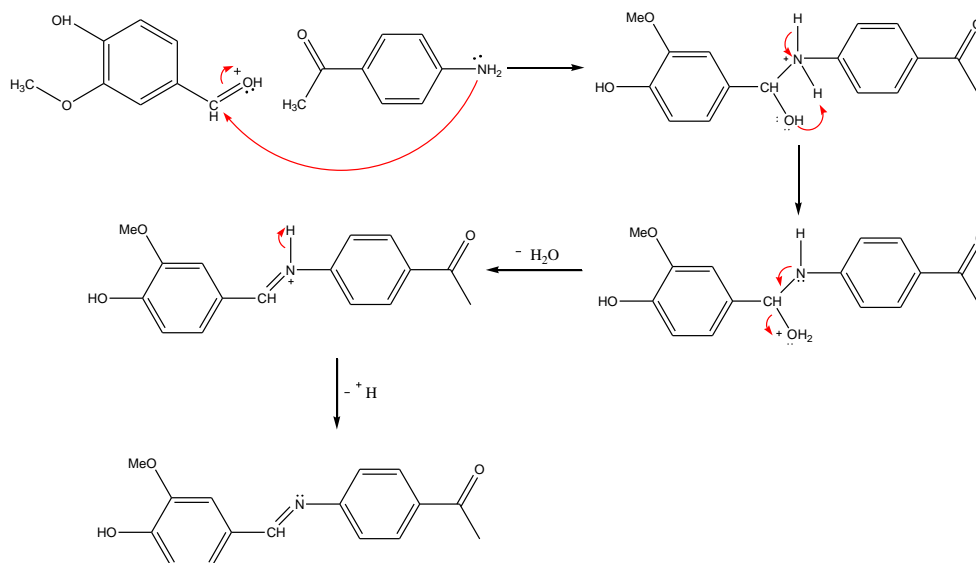
Keterangan: P₀ = Produk variasi katalis 0 mL P_{0,75} = Produk variasi katalis 0,75 mL
P_{0,25} = Produk variasi katalis 0,25 mL P₁ = Produk variasi katalis 1 mL
P_{0,5} = Produk variasi katalis 0,5 mL P_{1,25} = Produk variasi katalis 1,25 mL

Berdasarkan Tabel 4.1 senyawa produk hasil sintesis berwujud padatan berwarna kuning. Rendemen yang diperoleh menunjukkan bahwa semakin berkurang seiring dengan peningkatan jumlah katalis yang digunakan. Hasil uji titik lebur dari masing-masing produk sintesis menunjukkan memiliki rentang perbedaan 1-3 °C. Hal ini disebabkan oleh perbedaan tingkat kemurnian dari masing-masing senyawa produk hasil sintesis. Menurut Reddy, dkk. (2016),

keberadaan pengotor dalam senyawa kimia dapat menyebabkan berubahnya rentang nilai titik lebur yang dimiliki oleh suatu senyawa meskipun dalam jumlah sedikit keberadaan pengotor tersebut. Vanilin memiliki titik lebur 81-83 °C dan *p*-aminoasetofenon 103-108 °C, sedangkan titik lebur senyawa produk hasil sintesis berada direntang 160,3-163,6 °C. Berdasarkan tabel diatas rendemen senyawa produk hasil sintesis paling tinggi diperoleh pada volume katalis 0,25 mL yaitu 93,96 %.

4.2 Sintesis senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon menggunakan katalis asam dari jeruk lemon pada proses bertahap

Perbedaan keelektronegatifan atom karbon dan oksigen menyebabkan gugus karbonil bersifat lebih elektro positif. Menurut Rudyanto dan Hartanti (2008), sistem terkonjugasi pada gugus fenil menyebarkan muatan positif pada atom karbon karbonil melalui efek resonansi. Karena muatan positif tersebar, maka kereaktifan gugus karbonil terhadap adisi nukleofilik menurun. Senyawa produk pada proses bertahap memiliki nilai rendemen kemurnian sebesar 32,75 %. Rendemen kemurnian tersebut lebih rendah dibanding senyawa produk pada proses serentak yang memiliki rendemen kemurnian sebesar 84,91 %. Mekanisme reaksi yang terjadi pada proses bertahap ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon pada proses bertahap



(a)

(b)

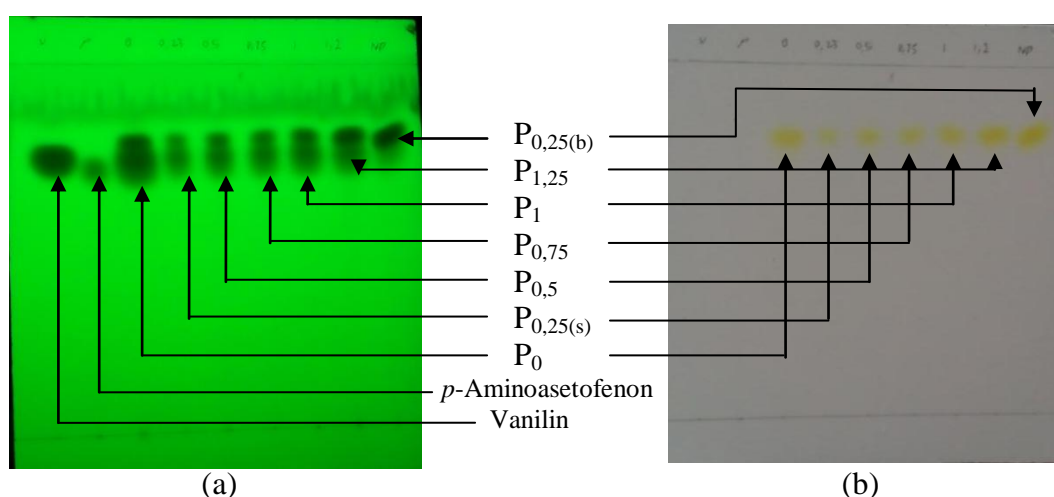
Gambar 4.3 Senyawa produk sintesis dengan katalis 0,25 mL (a) proses bertahap (b) proses serentak

Pada Gambar 4.3 dapat diketahui bahwa senyawa produk pada proses bertahap secara morfologi memiliki wujud padatan lebih kasar berwarna kuning gelap dibanding senyawa produk pada proses serentak. Selain itu, senyawa produk pada proses bertahap menghasilkan rendemen biasa sebesar 1,1166 gram serta titik leburnya sebesar 161-163,6°C. Rendemen kemurnian senyawa produk sintesis pada proses bertahap lebih rendah dibanding pada proses serentak. Hal ini menunjukkan bahwa kereaktifan atom karbon karbonil pada senyawa vanilin (proses bertahap) lebih rendah dibanding senyawa vanilin pada proses serentak.

4.3 Identifikasi Produk Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Monitoring produk menggunakan plat KLT dilakukan untuk mengetahui kemungkinan terbentuknya senyawa produk dalam sintesis berdasarkan noda yang terbentuk. Monitoring ini dilakukan dengan tiga kali proses penotolan. Penyinaran plat KLT dengan sinar UV pada panjang gelombang 254 nm menyebabkan plat KLT berwarna hijau (akibat fluoresensi senyawa pada plat KLT yang menyerap radiasi sinar UV), sedangkan noda sampel seperti noda hitam (Muljam dan Suharman, 1995). Dikarenakan adanya interaksi antara sinar UV dengan indikator fluoresensi yang terdapat pada lempeng, menyebabkan bercak sampel berwarna gelap ketika dilakukan penyinaran. Fluoresensi yang tampak merupakan emisi cahaya yang dipancarkan oleh komponen tersebut ketika elektron yang tereksitasi dari tingkat energi dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Kemudian kembali pada keadaan semula dengan melepaskan energi (Gibbons, 2006).

Hasil KLT dari ketujuh produk sintesis serta reaktan (vanilin dan *p*-aminoasetofenon) ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil KLT (a) dengan penyinaran lampu UV pada 254 nm (b) tanpa penyinaran lampu UV

Adanya noda pada hasil sintesis yang memiliki nilai Rf yang berbeda dengan noda dari reaktan vanilin dan *p*-aminoasetofenon (yang digunakan sebagai kontrol) merupakan tanda terbentuknya senyawa produk (Gandjar dan Rohman, 2007). Eluen yang digunakan pada penelitian ini adalah kloroform:metanol (9:1) yang merupakan fase gerak dan fase diam berupa silika gel pada plat KLT GF₂₅₄. Jika dilihat dari tingkat kepolarannya, senyawa reaktan (vanilin dan *p*-aminoasetofenon) lebih bersifat polar dibandingkan senyawa produk (1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon). Hal ini dikarenakan silika gel bersifat polar sehingga senyawa yang bersifat polar akan cenderung terikat sedangkan senyawa yang bersifat nonpolar akan terelusi (Iskandar, 2007). Sebagaimana produk pada proses serentak, senyawa produk pada proses bertahap juga bersifat nonpolar karena terelusi oleh eluen dan reaktannya bersifat polar. Nilai Rf dari masing-masing noda ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil KLT reaktan dan ketujuh produk sintesis

Sampel	Rf			Rs	
	Noda 1	Noda 2	Noda 3	Spot 1-2	Spot 2-3
<i>p</i> -Aminoasetofenon	0,86	-	-	-	-
Vanilin	0,83	-	-	-	-
P ₀	0,92	0,87	0,81	0,31	0,40
P _{0,25(s)}	0,92	0,87	0,83	0,35	0,35
P _{0,5}	0,92	0,88	0,83	0,38	0,28
P _{0,75}	0,93	0,87	0,83	0,30	0,40
P ₁	0,93	0,88	0,84	0,29	0,30
P _{1,25}	0,92	0,87	0,83	0,35	0,41
P _{0,25(b)}	0,92	0,87	0,83	0,45	0,44

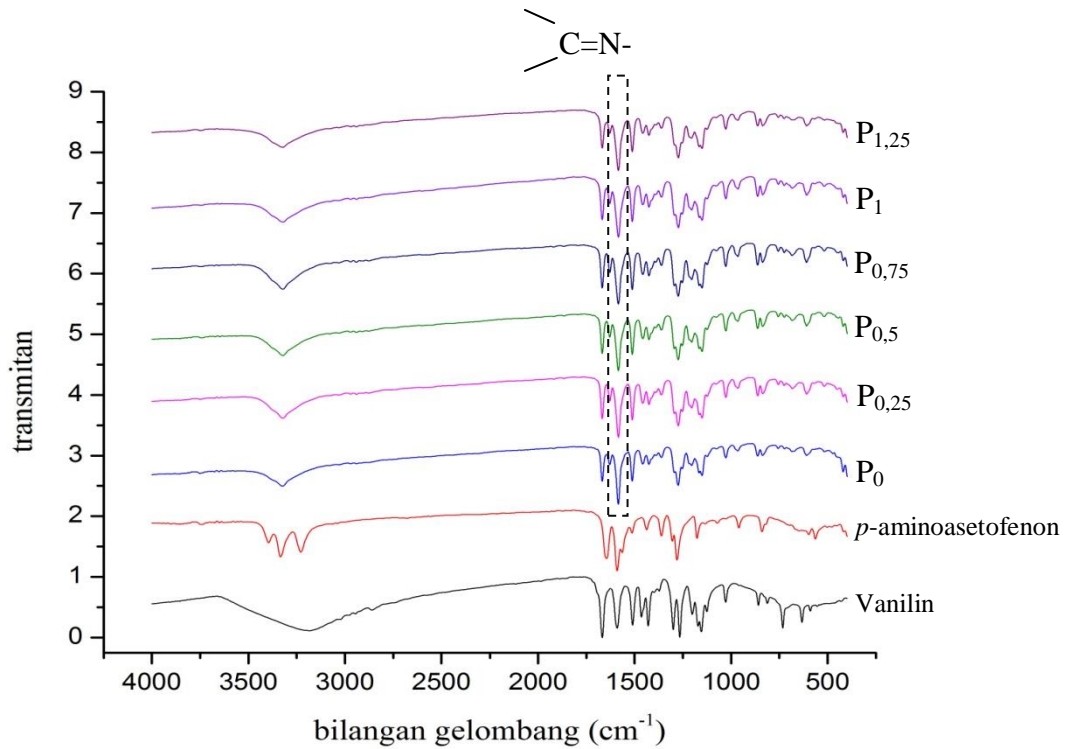
Keterangan: P₀ = Produk variasi katalis 0 mL
P_{0,25(s)} = Produk variasi katalis 0,25 mL proses serentak
P_{0,5} = Produk variasi katalis 0,5 mL
P_{0,75} = Produk variasi katalis 0,75 mL
P₁ = Produk variasi katalis 1 mL
P_{1,25} = Produk variasi katalis 1,25 mL
P_{0,25(b)} = Produk variasi katalis 0,25 mL proses bertahap
Rs = Resolusi pemisahan

Tabel 4.2 menunjukkan bahwa ketujuh produk sintesis memiliki tiga noda dengan nilai Rf yang berbeda. Noda 1 dari ketujuh produk sintesis memiliki nilai Rf dan warna yang berbeda dengan senyawa vanilin dan *p*-aminoasetofenon, sehingga diduga bahwa noda 1 merupakan senyawa target. Noda 2 dari ketujuh memiliki nilai Rf yang sama dengan senyawa vanilin, sehingga diduga bahwa noda 2 merupakan senyawa vanilin yang tersisa. Sedangkan noda 3 dari ketujuh produk juga memiliki nilai Rf yang sama dengan senyawa *p*-aminoasetofenon, sehingga diduga bahwa noda 3 merupakan senyawa *p*-aminoasetofenon yang tersisa. Resolusi pemisahan (Rs) menunjukkan seberapa baiknya pemisahan yang dihasilkan, nilai Rs yang baik adalah 1,5. Pada penelitian ini senyawa yang dipisahkan berjumlah banyak, sehingga dihasilkan nilai Rs rata-rata dibawah 1,5.

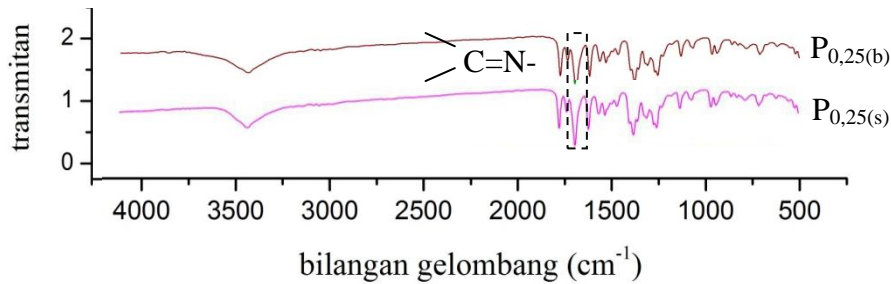
4.4 Karakterisasi Produk Sintesis

4.4.1 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa produk sintesis. Spektra FTIR produk sintesis yang diperoleh, diidentifikasi gugus fungsinya untuk mengetahui keberadaan senyawa target dalam produk sintesis (Adawiyah, 2017). Pembacaan spektra inframerah dilakukan pada bilangan gelombang rentang $4000-400\text{ cm}^{-1}$. Hasil puncak-puncak yang muncul pada spektra senyawa produk dibandingkan dengan spektra reaktan. Hasil spektra FTIR dari senyawa produk sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.4 dan Gambar 4.6, dimana dari spektra tersebut menunjukkan bahwa ketujuh variasi senyawa memiliki spektra inframerah yang mirip. Puncak-puncak muncul di setiap variasi pada bilangan gelombang yang hampir sama dengan intensitas berbeda.



Gambar 4.5 Spektra FTIR reaktan dan senyawa produk hasil sintesis



Gambar 4.6 Spektra FTIR senyawa produk proses bertahap dan serentak pada volume katalis 0,25 mL

Berdasarkan Gambar 4.5 dapat diketahui bahwa daerah serapan gugus C=C, C=N, dan C=O berdekatan akibat konstanta gaya ikatan serta massa atomnya yang berurutan yakni $C=C < C=N < C=O$. Perhitungan teoritis suatu bilangan gelombang dijelaskan dalam rumus Hukum Hooke (Silverstein dkk., 2005):

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{f}{(m_1 m_2)/(m_1 + m_2)}} \dots\dots\dots(4.1)$$

Dimana: $\bar{\nu}$ = bilangan gelombang (cm^{-1})
 c = kecepatan cahaya (cm/s)
 f = konstanta gaya ikatan (dyne/cm)
 m = massa atom

Dari rumus tersebut dapat diketahui bahwa gaya ikatan massa atom berbanding lurus dengan bilangan gelombang, dimana semakin besar gaya ikatan dan massa atom maka semakin besar pula bilangan gelombangnya. Menurut hasil perhitungan teoritis tersebut diperoleh bilangan gelombang pada gugus C=C sebesar 1650 cm^{-1} , gugus C=N pada bilangan gelombang 1691 cm^{-1} , dan gugus C=O pada bilangan gelombang 1733 cm^{-1} . Table 4.3 menyajikan gugus fungsi yang dapat terbaca berdasarkan bilangan gelombangnya terhadap ketujuh variasi senyawa produk sintesis.

Tabel 4.3 Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})						
	P ₀	P _{0,25(s)}	P _{0,5}	P _{0,75}	P ₁	P _{1,25}	P _{0,25(b)}
C-O	1151	1150	1151	1151	1151	1151	1150
C-O-C	1274	1274	1274	1274	1273	1273	1273
-CH ₃	1457	1457	1457	1457	1457	1457	1457
C=C	1512	1512	1512	1512	1512	1512	1512
-C=N-	1584	1583	1584	1584	1583	1584	1583
C=O	1667	1667	1667	1667	1667	1667	1667
C _{sp³} -H	2940-	2950-	2960-	2970-	2950-	2940-	2940-
	2850	2850	2850	2850	2850	2850	2850
C _{sp²} -H	3040	3040	3040	3040	3040	3040	3040
-OH	3322	3320	3321	3321	3321	3322	3321

Keterangan : P₀ = Produk variasi katalis 0 mL
P_{0,25(s)} = Produk variasi katalis 0,25 mL proses serentak
P_{0,5} = Produk variasi katalis 0,5 mL
P_{0,75} = Produk variasi katalis 0,75 mL
P₁ = Produk variasi katalis 1 mL
P_{1,25} = Produk variasi katalis 1,25 mL
P_{0,25(b)} = Produk variasi katalis 0,25 mL proses bertahap

Tabel 4.3 menunjukkan bahwa serapan khas gugus imina (HC=N-) senyawa produk sintesis terbaca pada bilangan gelombang 1584 cm^{-1} . Gugus imina hasil serapan tersebut mirip dengan serapan senyawa basa Schiff yang telah dilakukan

oleh Mohana dan Kumar (2013) dimana muncul serapan pada bilangan gelombang 1584 cm^{-1} . Selain itu, Jasmarullah (2018) juga telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff dan gugus imina muncul pada bilangan gelombang 1584 cm^{-1} . Senyawa produk tidak menunjukkan adanya serapan khas vibrasi ulur gugus C=O aldehida dari senyawa vanilin pada bilangan gelombang 1666 cm^{-1} dan serapan khas vibrasi ulur N-H dari *p*-aminoasetofenon pada bilangan gelombang $3395\text{-}3332\text{ cm}^{-1}$. Tidak munculnya serapan C=O (vanilin) dan N-H (*p*-aminoasetofenon) memperkuat dugaan bahwa senyawa produk 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon telah berhasil disintesis.

Tabel 4.3 juga menunjukkan bahwa serapan vibrasi ulur gugus –OH dengan ikatan hydrogen intramolekul dari senyawa produk terbaca pada bilangan gelombang 3321 cm^{-1} . Selain itu juga muncul serapan vibrasi ulur lain yakni pada gugus C-O-C asimetrik pada bilangan gelombang 1274 cm^{-1} , C-O-C simetrik pada bilangan gelombang 1028 cm^{-1} dan gugus –CH₃ pada bilangan gelombang 1457 cm^{-1} (Socrates, 1994). Selain itu, overtone C-H aromatis muncul pada bilangan gelombang $1700\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas rendah.

4.4.2 Karakterisasi KG-SM pada senyawa produk dengan perbandingan metode secara serentak dan bertahap

Analisis dengan menggunakan KG-SM pada senyawa produk bertujuan untuk mengetahui adanya senyawa target (basa Schiff) dalam produk sintesis. Kemudian diperkuat dengan mengetahui berat molekul senyawa target berdasarkan nilai *m/z* ion molekuler yang diperoleh melalui spektra massa (Adawiyah, 2017). Karakterisasi ini dilakukan pada senyawa produk dengan volume katalis 0 mL (tanpa katalis), 0,25 mL pada tahap secara serentak, dan 0,25 mL pada proses bertahap.

Perbandingan kromatogram senyawa produk dengan variasi volume katalis 0 mL dan 0,25 mL telah disajikan pada Gambar 4.7.

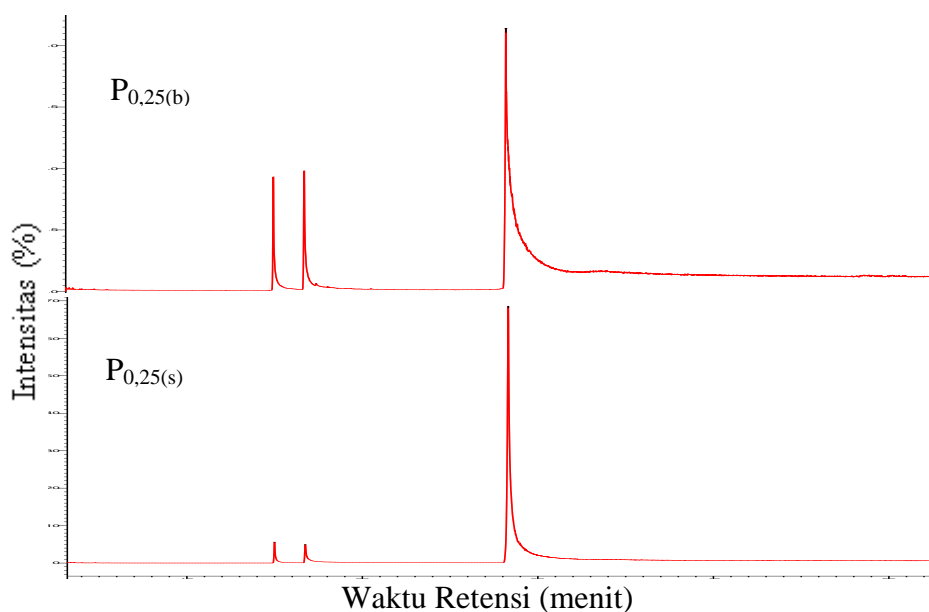


Gambar 4.7 Kromatogram senyawa produk variasi volume katalis 0 mL dan volume katalis 0,25 mL

Hasil kromatografi pada senyawa produk yang menggunakan katalis asam memiliki kadar kemurnian yang tinggi dibanding senyawa produk tanpa katalis (0 mL). Hal ini menandakan bahwa katalis asam memiliki pengaruh terhadap sintesis senyawa basa Schiff. Keberadaan katalis diduga mampu menghambat kerja dari pengotor sehingga kemurnian yang diperoleh senyawa produk yang menggunakan katalis lebih dominan.

Hasil kromatogram menunjukkan bahwa senyawa produk pada proses serentak juga lebih dominan dibandingkan pada proses bertahap. Hal ini diduga karena adanya kompetisi antar atom N dengan atom O, dimana pada proses bertahap atom C pada karbon karbonil lebih ruah sehingga kurang reaktif dan nukleofil sulit untuk menyerang atom C karbonil. Perbandingan kromatogram senyawa produk dengan volume katalis 0,25 mL pada proses bertahap dan

serentak ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Kromatogram senyawa produk proses langsung dan proses bertahap dengan volume katalis 0,25 mL

Nilai dari waktu retensi dan rendemen senyawa produk dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Waktu retensi dan tingkat kemurnian senyawa produk pada variasi volume katalis 0 mL, 0,25 mL, dan proses bertahap

NO.	Jenis Produk	Waktu Retensi (menit)	Luas Area (%)
1.	P ₀	14,982	1,94
		16,777	27,91
		28,262	70,15
2.	P _{0,25(b)}	14,989	25,45
		16,742	35,06
		28,207	39,48
3.	P _{0,25(s)}	14,993	4,53
		16,745	5,12
		28,309	90,37

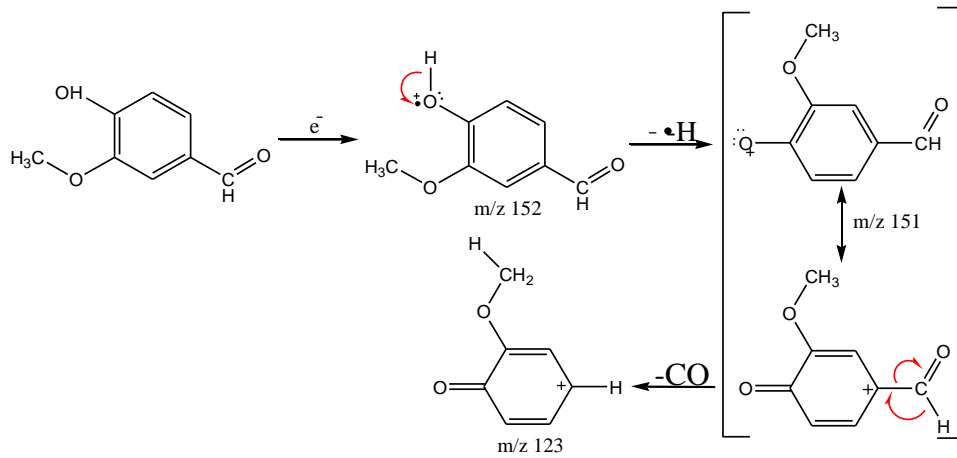
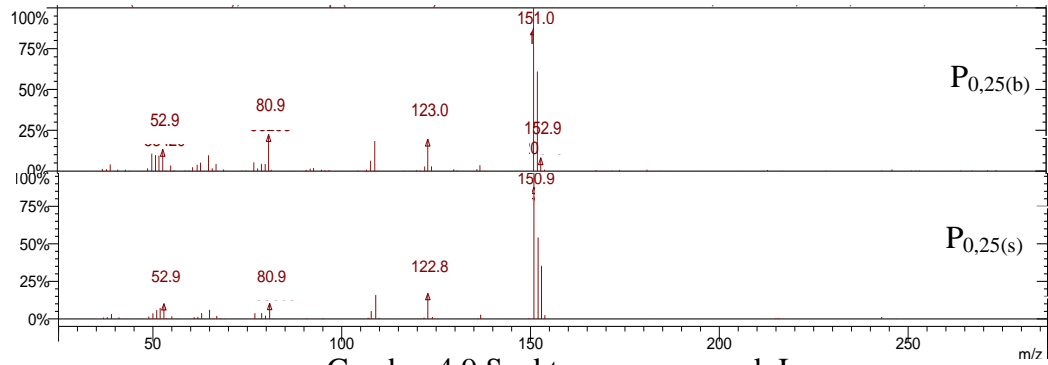
Keterangan : P₀ = Produk variasi katalis 0 mL

P_{0,25(s)} = Produk variasi katalis 0,25 mL proses serentak

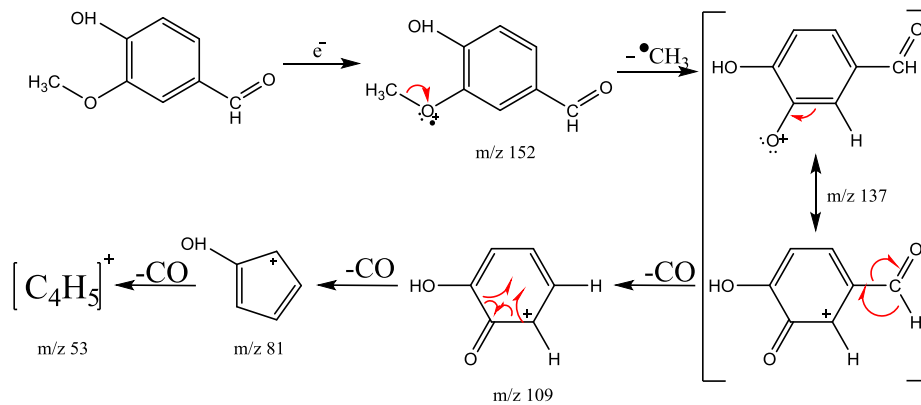
P_{0,25(b)} = Produk variasi katalis 0,25 mL proses bertahap

Hasil analisis puncak 1 kedua kromatogram menggunakan spektrometer massa ditunjukkan pada Gambar 4.9. Kemudian pola fragmentasi spektra massa

puncak 1 dari kedua kromatogram ditunjukkan pada Gambar 4.10 dan Gambar 4.11.

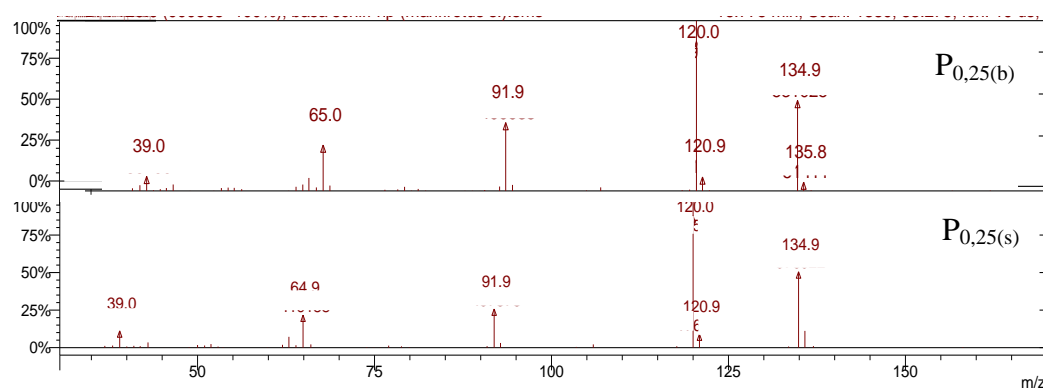


Pola fragmentasi lain:



Spektra massa puncak 1 dari kedua kromatogram memiliki ion molekuler yang sama dengan nilai m/z 152 memiliki *base peak* pada nilai m/z 150,9. Nilai ion molekuler tersebut sama dengan berat molekul pada senyawa vanilin yaitu sebesar 152,15 g/mol. Senyawa vanilin merupakan salah satu reaktan yang digunakan dalam sintesis, sehingga puncak 1 diduga merupakan senyawa vanilin. Hal tersebut mengindikasikan adanya sisa vanilin yang belum bereaksi sempurna. Adanya sisa reaktan tersebut dikarenakan proses penggerusan yang kurang maksimal yang mengakibatkan tumbukan antar partikel tidak terjadi secara efektif sehingga muncul spektra sisa vanilin pada kromatogram.

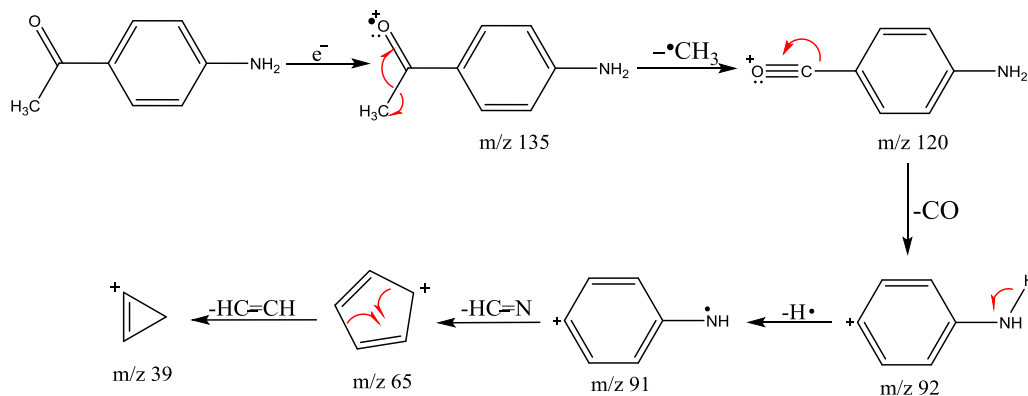
Hasil analisis puncak II kedua kromatogram menggunakan spektrometer massa ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Spektra massa puncak II

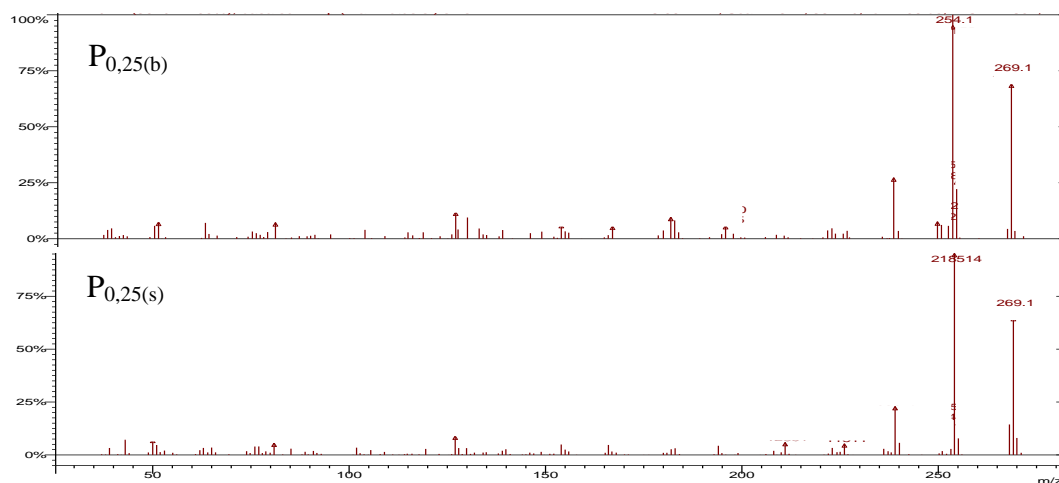
Spektra massa puncak II kedua kromatogram dengan m/z ion molekuler 135 memiliki *base peak* pada nilai m/z 120. Nilai ion molekuler tersebut sama dengan berat molekul pada senyawa *p*-aminoasetofenon yaitu sebesar 135,166 g/mol. Senyawa tersebut juga merupakan salah satu reaktan yang digunakan dalam sintesis, sehingga puncak II diduga merupakan senyawa *p*-aminoasetofenon. Hal tersebut mengindikasikan adanya sisa *p*-aminoasetofenon yang belum bereaksi

sempurna. Pola fragmentasi spektra massa puncak 2 ditunjukkan pada Gambar 4.13.

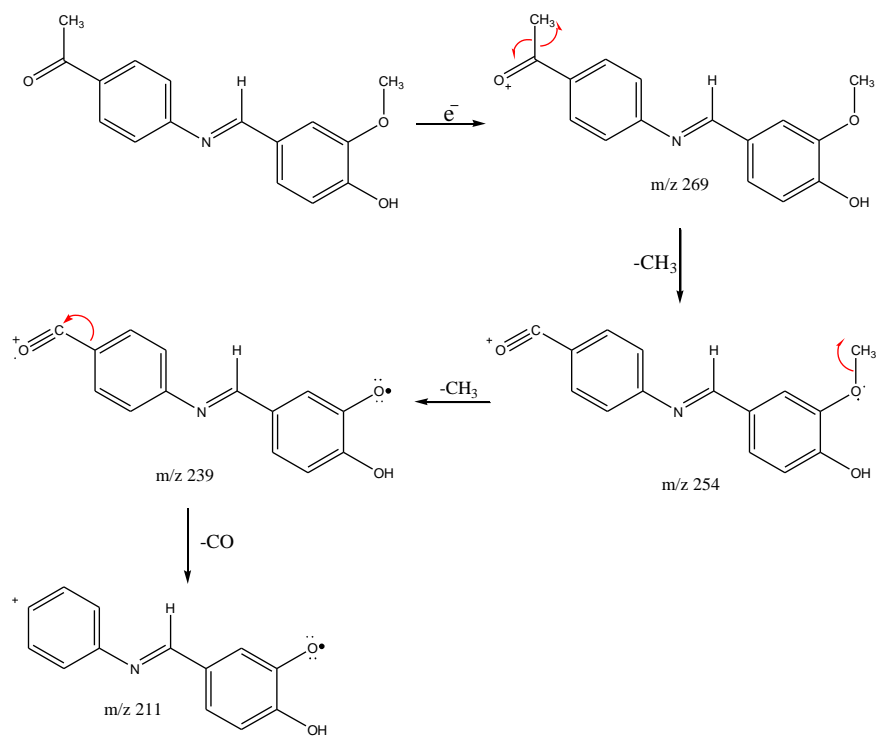


Gambar 4.13 Pola fragmentasi spektra massa puncak II

Hasil analisis puncak III senyawa produk pada proses serentak dan bertahap dengan spektrometer massa ditunjukkan pada Gambar 4.14. Struktur dari senyawa target pada puncak III dapat dianalisis berdasarkan pola fragmentasi dari puncak-puncak yang muncul. Dugaan pola fragmentasi ditunjukkan pada Gambar 4.15 dan Gambar 4.16.

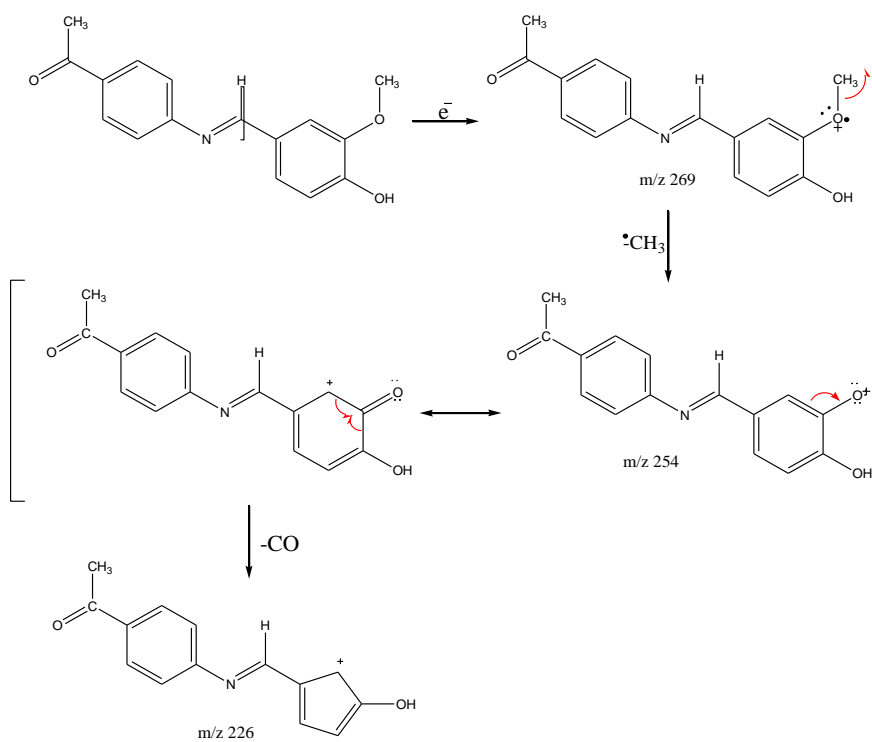


Gambar 4.14 Spektra massa puncak III



Gambar 4.15 Pola fragmentasi 1 spektra massa puncak III

Pola fragmentasi lain:



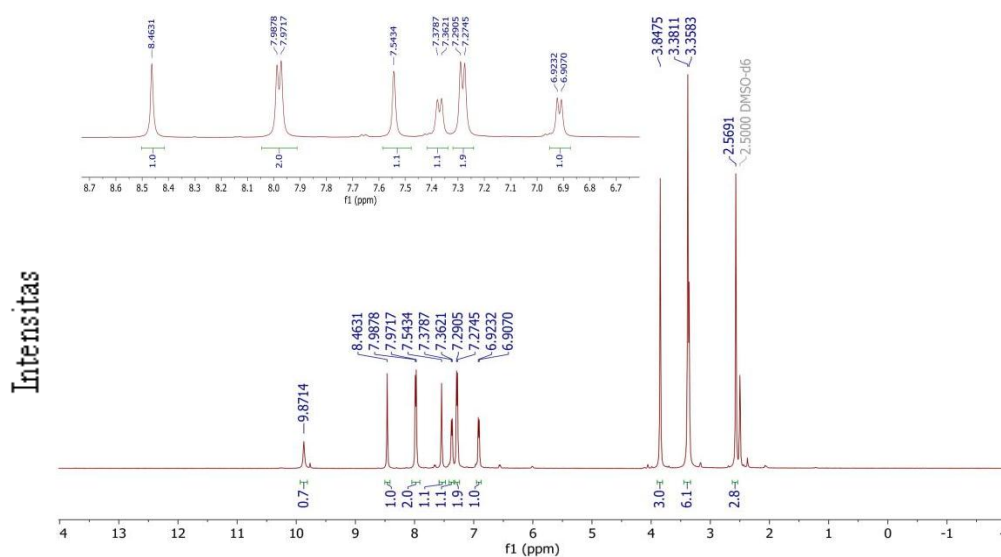
Gambar 4.16 Pola fragmentasi 2 spektra massa puncak III

Spektra massa puncak III dengan m/z ion molekuler 269,1 yang menunjukkan ion molekuler senyawa target dan memiliki *base peak* pada nilai m/z 254,1 dengan kelimpahannya 100%. Nilai ion molekuler tersebut sama dengan berat molekul pada senyawa target 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)-etanon yaitu sebesar 269,303 g/mol, sehingga diduga bahwa puncak III yang muncul pada kromatogram merupakan senyawa produk basa Schiff.

4.4.3 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan $^1\text{HNMR}$

Analisis dengan menggunakan $^1\text{HNMR}$ bertujuan untuk memperkuat bukti bahwa senyawa hasil sintesis telah terbentuk. Hal ini ditandai dengan adanya kesetaraan antara jumlah atom H pada pergeseran kimia dengan senyawa produk. Pergeseran kimia $^1\text{HNMR}$ memiliki rentang antara 0-15 ppm dengan standar internalnya adalah tetrametilsilan (TMS). Spektroskopi $^1\text{HNMR}$ memberikan informasi mengenai lingkungan kimia atom hidrogen, jumlah atom hidrogen dalam setiap lingkungan dan struktur gugus yang berdekatan dengan setiap atom hidrogen (Creswell, Olaf dan Malcon, 1982).

Hasil spektrum $^1\text{HNMR}$ dari senyawa produk sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.17. Munculnya berbagai *signal* yang disebabkan oleh proton dalam molekul berada di lingkungan kimia yang berbeda. *Signal* tersebut letaknya dipisahkan oleh pergeseran kimia. Tidak semua *signal* sederhana (singlet), beberapa *signal* mengikuti pola *splitting* yang karakteristik, seperti doublet, triplet, kuartet, dan sebagainya. Terjadinya *splitting* disebabkan oleh spin-spin *coupling*, yaitu interaksi magnetik dari satu inti dengan inti lainnya (Harmita, 2006).



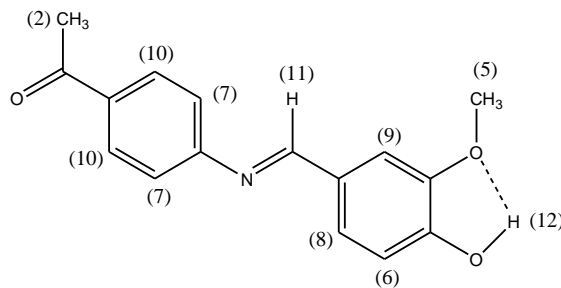
δ ppm
Gambar 4.17 Spektrum ^1H NMR senyawa basa Schiff

Dugaan struktur senyawa produk ditunjukkan pada Gambar 4.18 dan Tabel 4.5 menyajikan angka pergeseran kimianya serta jenis proton dalam senyawa produk sintesis.

Tabel 4.5 Jenis proton dan pergeseran kimia senyawa produk sintesis

No.	δH (ppm)	ΣH	Splitting	Jenis Proton
1.	2,5000		s	DMSO-d ₆
2.	2,5691	3H	s	-CH ₃
3.	3,3583	6H	d	DMSO
	3,3811			
5.	3,8475	3H	s	-OCH ₃
6.	6,9070	1H	d	=CH aromatic
	6,9232			
7.	7,2745	2H	d	=CH aromatic
	7,2905			
8.	7,3621	1H	d	=CH aromatic
	7,3787			
9.	7,5434	1H	s	=CH aromatic
10.	7,9717	2H	d	=CH aromatic
	7,9878			
11.	8,4631	1H	s	-HC=N- (imina)
12.	9,8714	1H	s	-OH

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



Gambar 4.18 Dugaan struktur senyawa 1-4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon pada spektroskopi $^1\text{HNMR}$

Tabel 4.5 menunjukkan bahwa jenis proton gugus imina ($-\text{HC}=\text{N}-$) senyawa produk sintesis muncul pada pergeseran kimia 8,4631 ppm. Pergeseran kimia tersebut sama dengan pergeseran kimia gugus imina ($-\text{HC}=\text{N}-$) senyawa basa Schiff yang telah dilakukan oleh Yong (2016) yang muncul *signal* pada pergeseran kimia 8,45 ppm. Senyawa produk menunjukkan adanya *signal* gugus $-\text{OH}$ pada pergeseran kimia 9,8714 ppm. Gugus OH muncul pada pergeseran kimia yang jauh dari TMS dikarenakan adanya ikatan hidrogen intramolekuler dengan atom O pada gugus metoksi (Silverstein dkk., 2005). Semakin besar elektronegatifitas suatu gugus yang berdekatan, maka efek perlindungan elektron semakin besar sehingga semakin jauh pergeserannya dari standar TMS (Bresnick, 2003).

Tabel 4.5 juga menunjukkan bahwa munculnya *signal* dari pelarut DMSO- d_6 pada pergeseran kimia 2,5000 ppm (Dachriyanus, 2004). Namun, pelarut tersebut juga muncul pada pergeseran kimia 3,3583 ppm dan 3,3811 ppm dengan integrasi sebesar 6,1. Alikhani (2016) dalam penelitiannya menunjukkan bahwa *signal* DMSO- d_6 muncul pada pergeseran kimia 3,65-3,67 ppm. Kemudian muncul *signal* dengan jenis proton gugus $-\text{CH}_3$ dari senyawa produk pada pergeseran kimia 2,5691 ppm. Selain itu juga muncul *signal* jenis proton $-\text{OCH}_3$

pada pergeseran kimia 3,8475 ppm dan =CH aromatik pada pergeseran kimia 6,9070-7,9878 ppm (Hussain dkk. (2014), Eissa (2013), dan Mobinikhaledi (2010)).

4.5 Tinjauan Sintesis Basa Schiff Berdasarkan Pandangan Islam

Senyawa basa Schiff dapat disintesis dari aldehida/keton dengan amina primer yang mana kedua gugus tersebut terkandung dalam vanilin dan *p*-aminoasetofenon. Kedua senyawa tersebut direaksikan dengan menambahkan katalis alami dari buah jeruk lemon. Metode sintesis dengan penambahan katalis alami ini merupakan salah satu dari metode *green synthesis*. Adanya metode *green synthesis* tersebut dapat membantu menjaga kelestarian lingkungan karena tidak terdapat penambahan pelarut kimia. Sebagaimana dalam firman Allah SWT QS. Al-A'raf (7) ayat 56:

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

Artinya : “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”.

Ayat di atas telah menjelaskan bahwa bumi sebagai tempat tinggal dan tempat hidup manusia dan makhluk Allah lainnya sudah dijadikan Allah dengan penuh rahmat-Nya. Semua yang ada di muka bumi diciptakan untuk diolah dan dimanfaatkan dengan sebaik-baiknya oleh manusia selaku khalifah Allah SWT, bukan malah merusak dan membinasakannya. Sebagaimana pemanfaatan senyawa produk dari hasil sintesis basa Schiff.

Produk yang diperoleh dalam penelitian ini adalah senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon. Senyawa basa Schiff memiliki banyak kegunaan, diantaranya: antikorosi (Jamil dkk., 2018), antibakteri (Venugopala dkk., 2008), antikanker (Dhar dan Taploo, 1982), dan antiradang (Hadjipavlou dkk., 1996), sehingga dapat diaplikasikan sebagai obat melalui uji lanjutan terlebih dahulu (Adawiyah, 2017). Allah SWT menciptakan segala sesuatu yang ada di bumi ini tiada yang sia-sia, sebagaimana firman Allah SWT dalam QS. Shaad (38) ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۗ ذَلِكَ ظُنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۖ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا
مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

Artinya : *“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir; maka celakalah orang-orang kafir itu, karena mereka akan masuk neraka”*.

Menurut tafsir Al-Muyassar (Kemenag Saudi Arabia, 2007), ayat di atas menjelaskan bahwa Allah SWT tidak menciptakan langit dan bumi dengan sia-sia, melainkan selalu ada hikmah dibalik penciptaan-Nya. Sedangkan menurut tafsir Tafheem (Al Maududi, 1984), firman Allah SWT tersebut juga menjelaskan bahwa Allah tidak hanya menciptakan segala sesuatu di alam semesta tapi juga menentukan bentuk, ukuran, kemampuan, sifat, masa kehidupan, dan segala sesuatu berkaitan dengannya. Kemudian Dia menciptakannya dengan tujuan yang baik untuk lingkungannya. QS. Shaad (38) ayat 27 di atas juga menjelaskan bahwa Allah menciptakan makhluk hidup memuat rahasia-rahasia serta kemaslahatan yang banyak (Al-Maraghi, 1974). Salah satu contoh

pemanfaatannya yaitu senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon yang dapat digunakan sebagai antikorosi (Jamil dkk., 2018).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon menggunakan spektrofotometer FTIR menghasilkan puncak khas gugus imina (-C=N-) pada bilangan gelombang 1584 cm^{-1} . Karakterisasi menggunakan KG-SM memunculkan ion molekular pada m/z 269,1. Sedangkan karakterisasi menggunakan $^1\text{HNMR}$ muncul pergeseran kimia sekitar 8,4631 ppm.
2. Hasil sintesis dari variasi katalis asam jeruk lemon (*Citrus limonium*) terbaik terdapat pada volume 0,25 mL dengan perolehan kemurnian sebesar 90,37%.
3. Senyawa produk pada proses serentak dan bertahap memiliki kemurnian masing-masing sebesar 90,37% dan 39,48%.

5.2 Saran

1. Perlunya dilakukan pengoptimalan pada senyawa produk dengan tingkat kemurnian tertinggi.
2. Perlunya dilakukan uji lanjutan senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon dibidang farmakologi.

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-Azzawi, A. M., dan Raheem, A. A. K. 2014. Synthesis dan Characterization of New Schiff Bases Linked to Sulfonamido Succinimide Moiety with Biological Activity. *Kerbala Journal of Pharmaceutical Science*. No (8).
- Al-Hakimi, N. S. 2016. Sintesis Senyawa Imina dari Vanilin dan Anilina dengan Variasi Jumlah Katalis Air Jeruk Nipis. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Al-Maraghi, A. M. 1974. *Tafsir Al-Maraghi Juz 14*. Semarang: CV. Toha Putra Semarang.
- Al-Maududi, A. A. 1984. *Tafsir Tafheem*. Bandung: Al-Ma'arif.
- Alikhani, A., Foroughifar, N., dan Pasdar, H. 2018. Lemon Juice as a Natural Catalyse for Synthesis of Schiff's base: A Green Chemistry Approach. *International Journal of Advanced Engineering Research and Science (IJAERS)*, Vol-5, issue-2, Feb-2018, ISSN: 2349-6945, 2456-1908.
- Bresnick, S. 2003. *Intisari Kimia Organik Terjemahan Hadian Kotong*. Jakarta: Hipokrates.
- Cairns, D. 2009. *Essentials of Pharmaceutical Chemistry Second Edition* (Intisari Kimia Farmasi Edisi Kedua). Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Chavan, S. B., Zangade, S. B., Mokle, S. S., dan Vibhute, Y. B. 2010. Synthesis of New Bis-Schiff Bases Via Environmentally Benign Grindstone Technique. *Der Pharma Chemica*, 2010, 2(6): 139-143.
- Creswell, C. J., Olaf, A. R., dan Malcom, M. C. 1982. *Analisa Spektrum Senyawa Organik Edisi Kedua*. Bandung: Institut Teknologi Bandung (ITB).
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: Multipedia LPTIK.
- Dhar, D. N., dan Taploo, C. L. 1982. Schiff Bases and Their Applications. *J Sci Ind Res* 41: 501-506.
- Eissa, H. H. 2013. Synthesis, Characterization and Antibacterial Activity of Macrocyclic Schiff Base Based on 1,3-Docarbonyl Phenyl Dihydrazide, 1,4-Docarbonyl Phenyl Dihydrazide. *Organic Chemm Curr Ress* 2013,2:3.

- Elemike, E. E., Dare, E. O., Sanuel, I. D., dan Onwuka, J. C. 2016. 2-Imino-(3,4-dimethoxybenzyl) Ethanesulfonic Acid Schiff Base Anchored Silver Nanocomplex Mediated by Sugarcane Juice and Their Antibacterial Activities. *Journal of Applied Research and Technology*, 14: 38-46.
- Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S., 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*, Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga.
- Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S., 1986. *Kimia Organik Jilid 2 Edisi III*, Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga.
- Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S., 1995. *Kimia Organik*. Diterjemahkan oleh Sukmariah, M, dkk, 396-387. Jakarta: Binarupa Aksara.
- Gandjar, I., dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gibbons, S. 2006. *An Introduction to Planar Chromatography*. Totowa New Jersey: Humana Press.
- Hadjipavlou, D. J. dan Geronikaki, A. A.1996. *Drug Des. Discov.*, 15, 199.
- Handayani, S., Arianingrum, R., dan Haryadi, W. 2011. Vanillin Structure Modification of Isolated Vanilla Fruit (*Vanilla Planifolia Andrews*) to form Vanillinacetone. *Proceedings at 14th Asign Chemical Congrets 2011*. Page 252-257.
- Harmita. 2006. Analisis Fisikokimia. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Hussain, Z., Emad, Y., Ahmed, A., dan Ali, A. 2014. Synthesis And Characterization of Schiff's Bases of Sulfathazole. *Organic and Medicinal Chemistry Letters 2014*, 4:1.
- Iskandar, Y. 2007. *Karakteristik Zat Metabolit Sekunder Dalam Ekstrak Bunga Krisan (Chrysanthemum cinerariaefolium) Sebagai Bahan Pembuatan Biopestisida*. Semarang: FMIPA Press.
- Jamil, D. M., Ahmed, K. A., Shaimaa, B. A, Ahmed, A. A., Abdulhadi, K., Tayser, S. G., Abdul, A. H. K., dan Abu, B. M. 2018. Experimental and Theoretical Studies of Schiff Bases as Corrosion Inhibitors. *Chemistry Central Journal (2018) 12:7*.
- Jasmarullah, M. F. 2018. Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin dan Anilina. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Jencks, W. P. 1964. *Mechanism and Catalyst of Simple Carbonyl Group Reactions*. Hoboken, NJ, USA: John Willey & Sons, Inc. DOI: 10.1002/978047171813.
- [Kemenag Saudi Arabia] Kementerian Agama Saudi Arabia. 2007. *Tafsir Al-Muyassar* (Kementerian Agama Saudi Arabia). Jakarta: Qisthi Press.
- Khasanuddin, A. 2018. Sintesis Basa Schiff Dari Vanilin dan *p*-Anisidin Dengan Variasi Jumlah Katalis Asam Dari Jus Jeruk Nipis. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Khumar, R., Sharma, P. K., dan Prem, S. M. 2012. A Review on the Vanillin Derivatives Showing Various Biological Activities. *International Journal of Pharm Tech Research, Vol.4, No.1, page 266-279*.
- Kong, D., Zhang, X., Zhu, Q., Xie, J., dan Zhou, X. 1998. *Zhongguo Yaowu Huaxue Zazhi*. 8(4), 245.
- Priscylio, G. 2013. *Spektrometri Resonansi Magnetik Inti (Nuclear Magnetic Resonance)*. Padang: Universitas Negeri Padang.
- McMurry, J. 2007. *Organic Chemistry*. New York: Baker Laboratory.
- McMurry, J. 2011. *Organic Chemistry with Biological Applications 2e*. USA: Brooks/Cole.
- Mobinikhaledi, A., dan Kalhor, M. 2010. Synthesis and Biological Activity of Some Oxo- and Thioxopyrimidines. *International Journal of Drug Development & Research, April-June 2010, Vol. 2, Issue 2, ISSN 0975-9344*.
- Mohana, K. N., dan Kumar, C. B. P. 2013. Synthesis and Antioxidant Activity of 2-Amino-5-methylthiazol Derivates Containing 1,3,4-Oxadiazol-2-thiol Moiety. *Hindawi Publishing Corporation ISRN Organic Chemistry Volume 2013, Article ID 620718, 8 pages*.
- Mulja, M., dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumental Edisi 1*. Surabaya: Airlangga University Press.
- O'Neil, M. J. 2013. *The Merck Index – An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biological*. Cambridge. UK: Royal Society of Chemistry, p. 1843.
- Parekh, J., Pranav, I., Rathish, N., Shipra, B., dan Sumitra, C. 2005. Synthesis and Antibacterial Activity of Some Schiff Bases Derived From 4-Aminobenzoic Acid. *J. Serb. Chem. Soc.* 70 (10) 1155-1161.

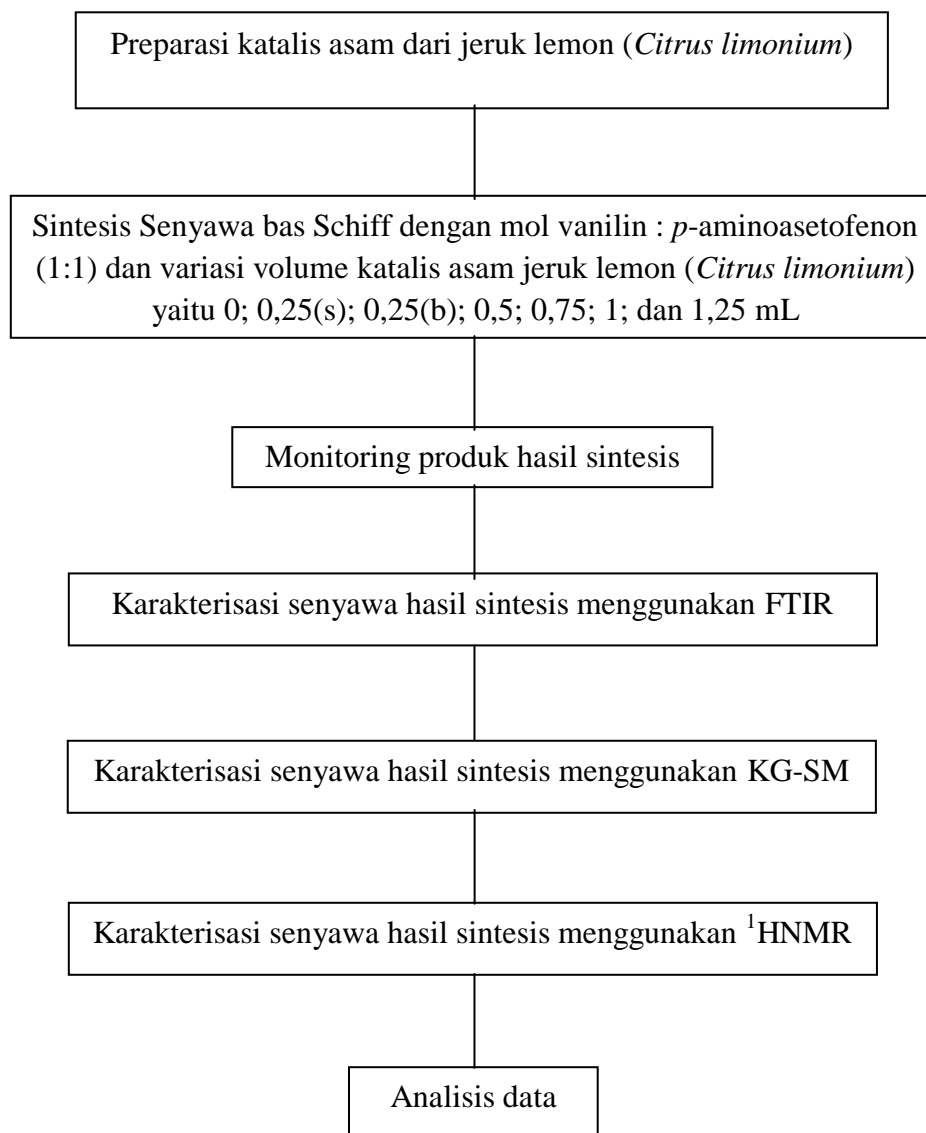
- Patil, S., Jahav, S. D., dan Patil, U. P. 2012. Natural Acid Catalyzed Synthesis of Schiff Base under Solvent-free Condition: As a Green Approach. *Organic Research Laboratory*, PG Department of Chemistry, PDVP College, Tasgaon, Sangli, India. Scholars Research Library.
- Purwono, B., Chairil, A., dan Ahmad, H. 2013. Synthesis of Azo-Imine Derivatives From Vanillin As An Acid Base Indicator. *Indo. J. Chem. Vol. 13, Nomor 1 : 1-6*.
- Ramaish, P. 2010. Green Chemistry. India: Principal Research Scientist Department of Organic Chemistry Indian Institute of Science Bangalore-560 012. *Prodesh, India. Vol. 3, No. 3, September 2010, 217-223*.
- Reddy C. S. K., Khan, K. K. A., and Nagaraja, C. 2012. A Review on the Determination of Melting Point Measurement System. *International Journal of Advanced Research in Electrical, Electronics and Instrumentation Engineering*, 5(2): 975-979.
- Rohman, A. 2009. *Kromatografi Untuk Analisis Obat*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Rohman, A. Dan Gandjar, I. G. 2012. *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Rudyanto, M. dan Hartanti, L. 2008. Synthesis of Some Cinnamic Acid Derivatives: Effect of Groups Attached on Aromatic Ring to the Reactivity of Benzaldehyde. *Indo. J. Chem*, 8 (2), 226-230.
- Rukmana, H. R. 2001. *Jeruk Lemon Cetakan Ke-5*. Yogyakarta: Penerbit Kasinus.
- Sabry, N. M., Eman, M. F., Mohamed, A. A., dan Abd, E. E. A. 2013. Research Article Synthesis and Antimicrobial Activities of Some New Synthesized Imide and Schiff's Base Derivatives. *Hindawi Publishing Corporation Journal of Chemistry Volume 2013, Article ID 106734, 6 pages*.
- 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: 233-247.
- Santerre, G. M., Hansrote, C. J., dan Crowell, T. I. 1958. The Reaction of Aromatic Aldehydes with n-Butylamine. Acid Catalysis and Substituent Effects. *Journal of the American Chemical Society* 80:1254–1257. DOI: 10.1021/ja01538a056.
- Sarma, T. S., Sreeramulu, J., dan Siddaiah, M. 2017. Comparative Study of Synthesized Schiff Bases. *Sreeramulu. J et al, J. Global Trends Pharm Sci*, 2017; 8(4): 4528-4536.

- Satrio. 2012. <http://satrioarissetiawan.blogspot.co.id/2012/11/isi-kandungan-surat-ali-imran-190.html>”1. Diakses pukul 17:05 pada tanggal 24 April 2018.
- Shaikh, R. U., Nida, S. S., dan Dipak, T. T. 2013. Eco-friendly Synthesis of Schiff Bases. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science Research*, 3(3): 100-102.
- Silva, P. J. 2019. New Insights Info The Mechanism of Schiff Base Synthesis from Aromatic Amines In The Absence of Acid Catalyst or Polar Solvents. *PeerJ Preprints. CC BY 4.0 Open Access*, 7 May 2019.
- Silverstein, R. M., Webster, F. X., and Kiemle, D. J. (2005). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 7th Edition. John Wiley & Sons. New York.
- Sirumapea, L., Asmiyanti, dan Anis, K. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Antibakteri Kompleks Fe (III) dengan Derivat Schiff Base. *IJPST, Volume 2, Nomor 2, Juni 2015*.
- Socrates. 1994. *Infrared Characteristic Group Frequencies Tables and Charts Second Edition*. John Wiley & Sons, Inc.
- Suarsa, I. W. 2017. *Pengembangan Bahan Ajar Teori Tumbukan Pada Laju Reaksi Kimia*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Udayana.
- Supratman, U. 2010. *Elusidasi Struktur Molekul Organik*. Bandung: Widya Pajajaran.
- 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. *J. Argent. Chem. Soc.*, 2009, 97(2), 31-29.
- Venugopala, K. N., dan Jayashree, B. S. 2008. Microwave-Induced Synthesis of Schiff Bases of Amino-thiazolyl Bromocoumarins as Antibacterial. *Indian J. Pharm. Sci.* 70, 88.
- Wadher, S. J., Puranik, M. P., Karande, N. A., dan Yeole, P.. 2009. Synthesis and Biological Evaluation of Schiff base of Dapsone and their derivate as Antimicrobial Agents. *Int. J. Pharm. Tech. Res. ISSN: 0974-4304*.
- Wahab, A., Syed, S. H., Iffat M., Talat M., Sikandar K. S., dan Sandaleen K. 2014. Synthesis of Schiff Bases From Natural Products and Their Remarkable Antimicrobial and Antioxidant Activity. *FUUAST J. BIOL*, 4(1): 27-32.

- Wijaya, Y. A. 2008. Daya Analgesik Sari Buah Jeruk Lemon (*Citrus limon (L.) Burm. F.*) Pada Mencit Putih Betina. *Skripsi*. Fakultas Farmasi Universitas Sanata Dharma Yogyakarta.
- Yadav, G., dan Mani, J. V. 2013. Green Synthesis of Schiff Base by Using Natural Acid Catalyst. *International Journal of Science and Research (IJSR) ISSN (online): 2319-7064*.
- Yong, J. N., Evans, N. M., Sally, J. E. N., dan Peter, T. N. 2016. Synthesis, Characterization and Antibacterial Studies of Some Isoniazid-derived Schiff Bases. *International Research Journal of Pure & Applied Chemistry ISSN: 2231-3443, NLM ID: 101647669*.
- Zarei, M., dan Jarrahpour, A. 2011. Green and Efficient Synthesis of Azo Schiff Bases. *Iranian Journal of Science & Technology, A3:235-242*.

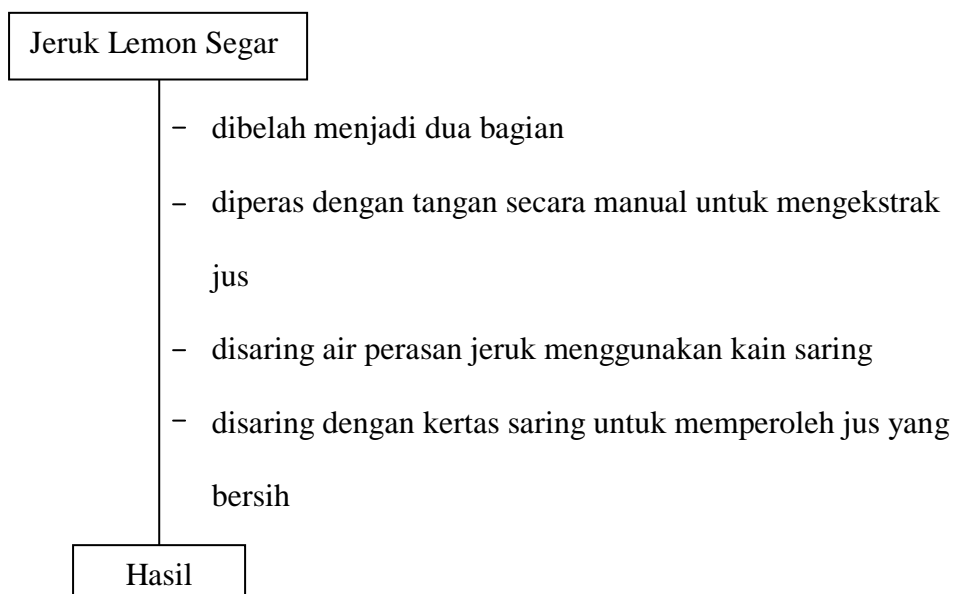
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian

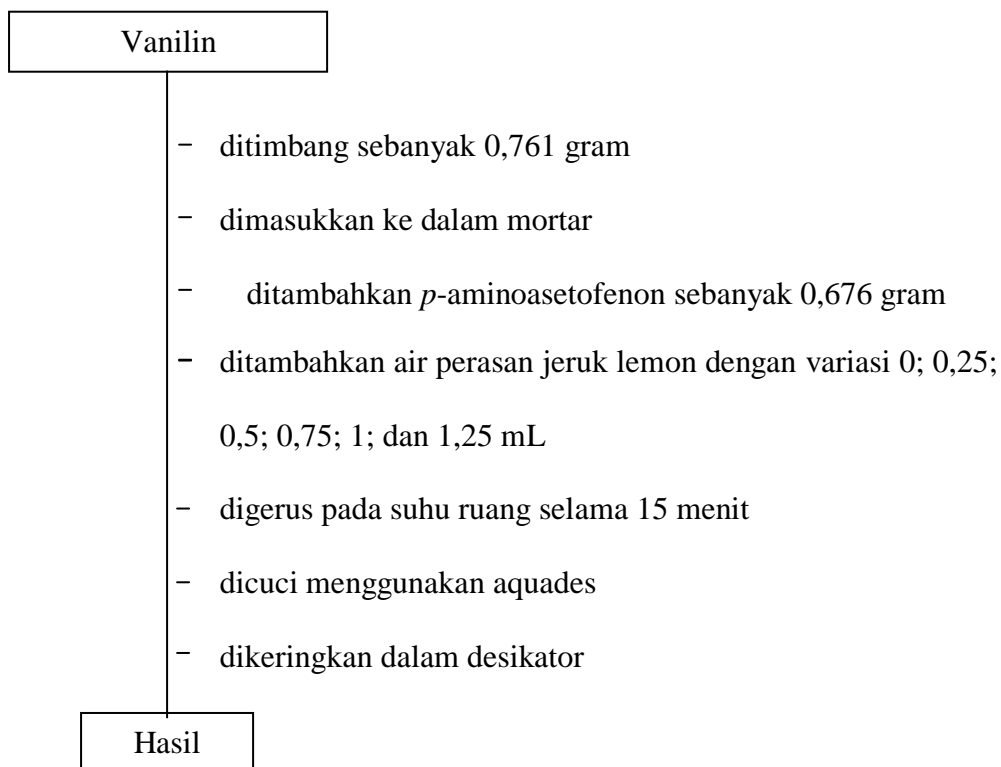


Lampiran 2. Skema Kerja

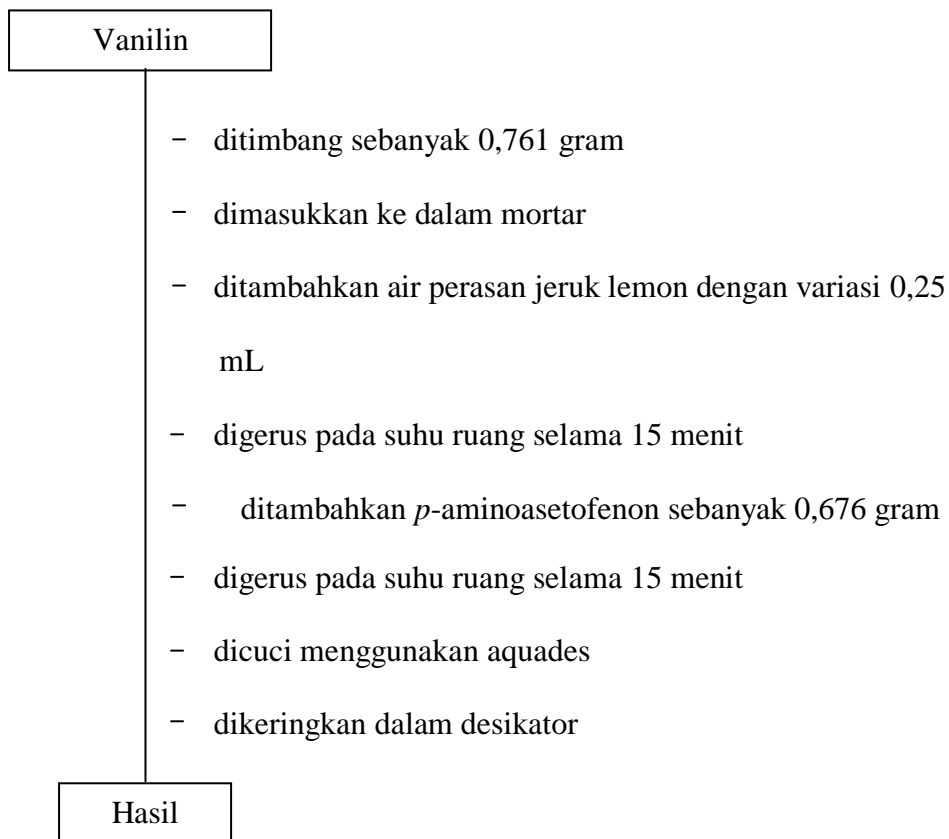
L.2.1 Preparasi katalis asam dari jeruk lemon



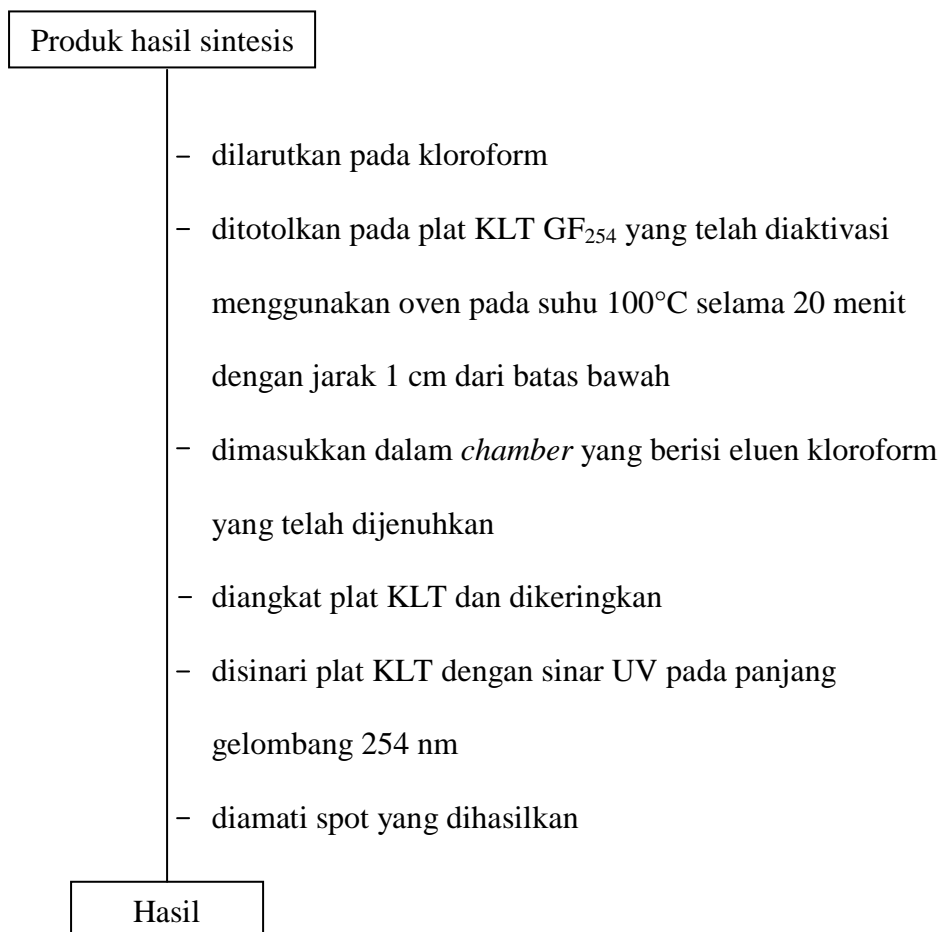
L.2.2 Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon pada proses serentak



L.2.3 Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon pada proses bertahap

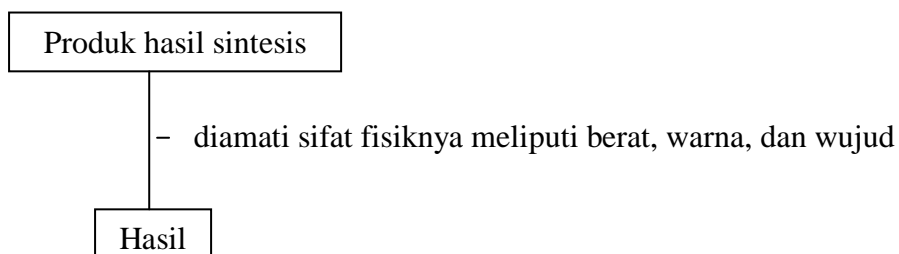


L.2.4 Monitoring senyawa hasil sintesis dengan plat KLT

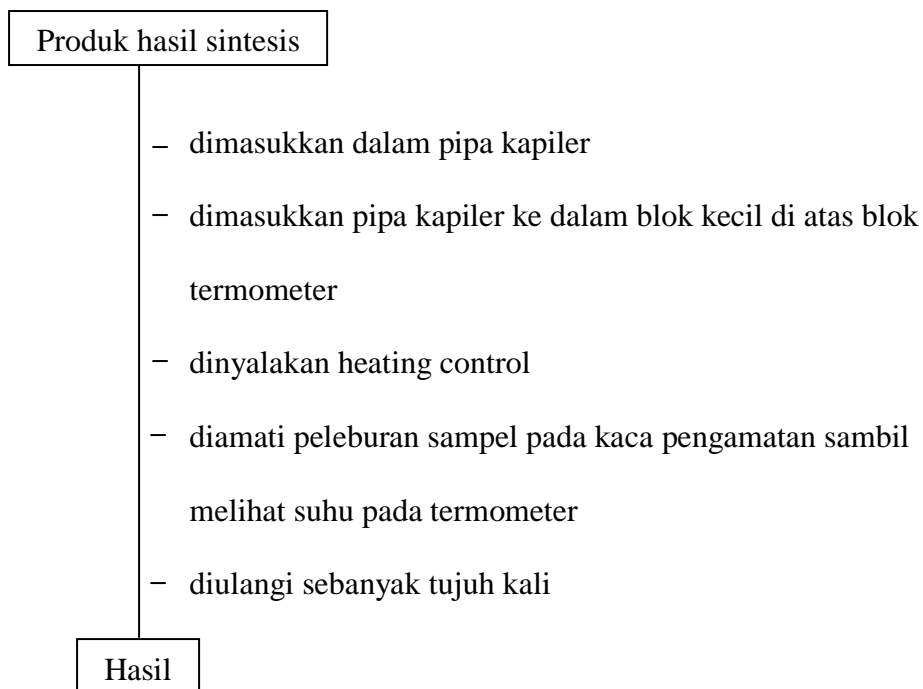


L.2.5 Karakterisasi senyawa hasil sintesis

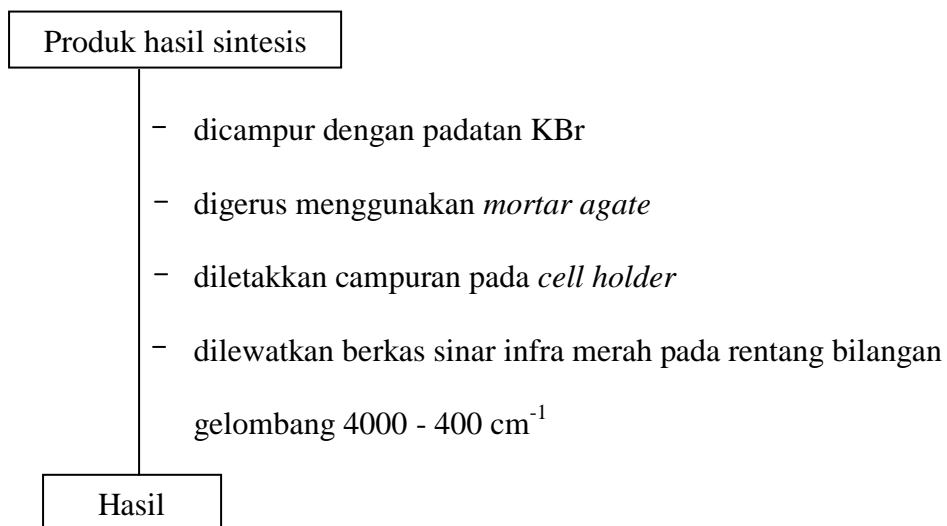
L.2.5.1 karakterisasi sifat fisik



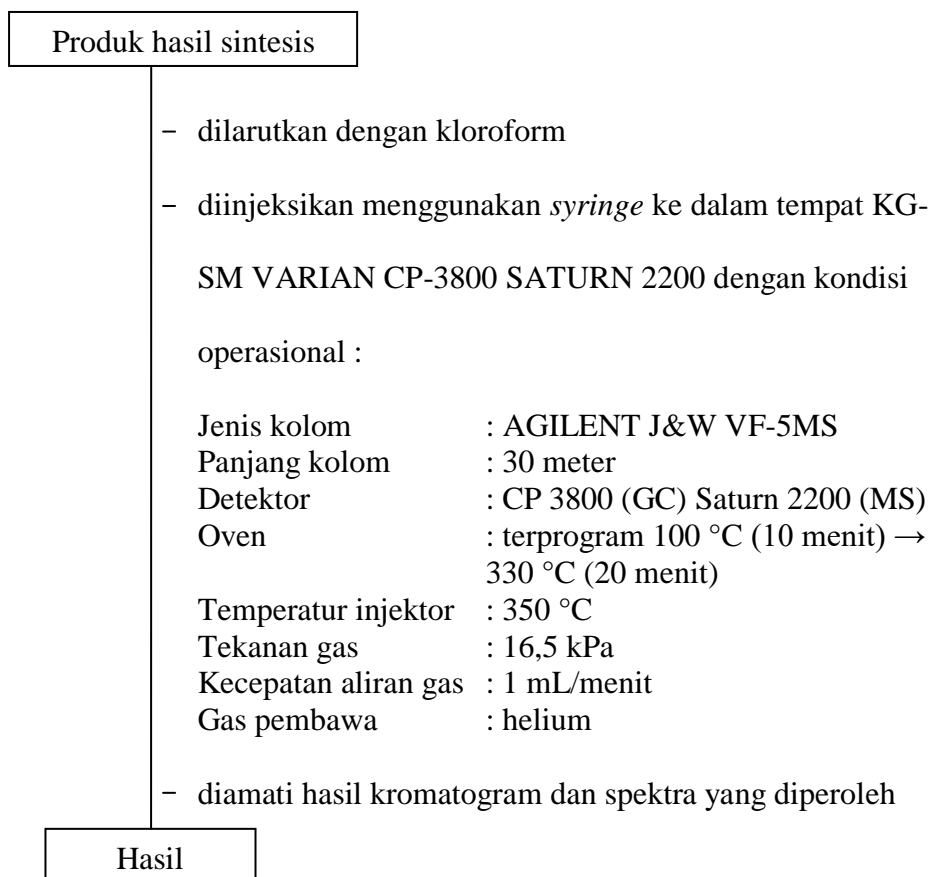
L.2.5.2 uji titik lebur senyawa hasil sintesis



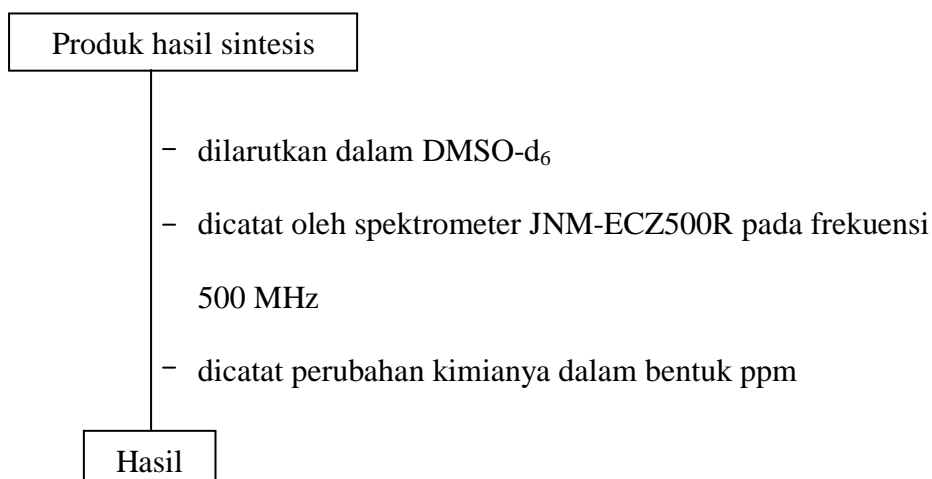
L.2.5.3 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan FTIR



L.2.5.4 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan KG-SM



L.2.5.5 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan ¹HNMR



Lampiran 3. Perhitungan

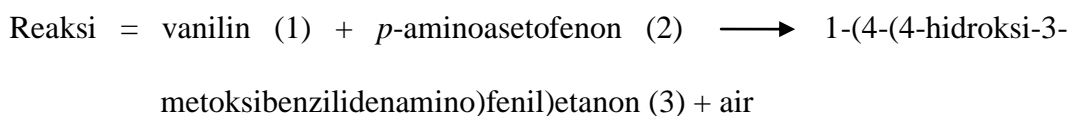
L.3.1 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin 5 mmol (1)

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa (1)} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\ \text{BM senyawa (1)} &= 152,15 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa (1)} &= 0,005 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (1)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,005 \text{ mol} \times 152,15 \text{ g/mol} \\ &= 0,761 \text{ g} \end{aligned}$$

L.3.2 Perhitungan Pengambilan Massa *p*-Aminoasetofenon 5 mmol (2)

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa (2)} &= \text{C}_8\text{H}_9\text{NO} \\ \text{BM senyawa (2)} &= 135,166 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa (2)} &= 0,005 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,005 \text{ mol} \times 135,166 \text{ g/mol} \\ &= 0,676 \text{ g} \end{aligned}$$

L.3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon (3) yang diharapkan terbentuk



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

$$\text{Rumus molekul senyawa (3)} = \text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{NO}_3$$

$$\text{BM senyawa (3)} = 269 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol senyawa (3)} = 0,005 \text{ mol}$$

$$\text{Massa senyawa (3)} = \text{mol} \times \text{BM}$$

$$= 0,005 \text{ mol} \times 269 \text{ g/mol}$$

$$= 1,345 \text{ g}$$

L.3.4 Perhitungan Rendemen Biasa Senyawa Produk Sintesis

$$\begin{aligned} 1. \text{ Volume } 0 \text{ mL} &= 1,3396 \text{ g} \\ \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,3396 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 100 \% = 99,60 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 2. \text{ Volume } 0,25 \text{ mL (s)} &= 1,2638 \text{ g} \\ \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,2638 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 100 \% = 93,96 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 3. \text{ Volume } 0,5 \text{ mL} &= 1,1812 \text{ g} \\ \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,1812 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 100 \% = 87,82 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 4. \text{ Volume } 0,75 \text{ mL} &= 1,1544 \text{ g} \\ \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,1544 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 100 \% = 85,82 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 5. \text{ Volume } 1 \text{ mL} &= 1,1451 \text{ g} \\ \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,1451 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 100 \% = 85,14 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 6. \text{ Volume } 1,25 \text{ mL} &= 1,1393 \text{ g} \\ \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,1393 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 100 \% = 84,70 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 7. \text{ Volume } 0,25 \text{ mL (b)} &= 1,1166 \text{ g} \\ \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,1166 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 100 \% = 83,02 \% \end{aligned}$$

L.3.5 Perhitungan Rendemen Kemurnian Senyawa Produk Sintesis

1. Volume 0 mL

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times \% \text{ Kemurnian GC}$$

$$= \frac{1,1166 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 70,15 \% \\ = 69,85 \%$$

2. Volume 0,25 mL (b)

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times \% \text{ Kemurnian GC} \\ = \frac{1,1166 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 39,48 \% \\ = 32,75 \%$$

3. Volume 0,25 mL (s)

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times \% \text{ Kemurnian GC} \\ = \frac{1,1166 \text{ g}}{1,3450 \text{ g}} \times 90,37 \% \\ = 84,91 \%$$

L.3.6 Perhitungan Rf Hasil KLT

$$\text{Rf Vanilin} = \frac{5,95}{6,9} = 0,86$$

$$\text{Rf } p\text{-Aminoasetofenon} = \frac{5,75}{6,9} = 0,83$$

$$\text{Rf } P_0 = \frac{6,35}{6,9} = 0,92$$

$$\text{Rf } P_{0,25(s)} = \frac{6,35}{6,9} = 0,92$$

$$\text{Rf } P_{0,5} = \frac{6,35}{6,9} = 0,92$$

$$\text{Rf } P_{0,75} = \frac{6,4}{6,9} = 0,93$$

$$\text{Rf } P_1 = \frac{6,4}{6,9} = 0,93$$

$$\text{Rf } P_{1,25} = \frac{6,35}{6,9} = 0,92$$

$$\text{Rf } P_{0,25(b)} = \frac{6,35}{6,9} = 0,92$$

L.3.7 Perhitungan Resolusi Pemisahan Hasil KLT

$$\text{Resolusi (Rs)} = \frac{d}{(w_1 + w_2)\sqrt{2}}$$

0 mL

$$\text{Rs spot 1-2} = \frac{0,35}{(0,5 + 0,3)\sqrt{2}} = \frac{0,35}{1,13} = 0,31$$

$$\text{Rs spot 2-3} = \frac{0,4}{(0,3 + 0,4)\sqrt{2}} = \frac{0,4}{0,99} = 0,40$$

0,25 mL (s)

$$R_s \text{ spot 1-2} = \frac{0,3}{(0,3 + 0,3)\sqrt{2}} = \frac{0,3}{0,85} = 0,35$$

$$R_s \text{ spot 2-3} = \frac{0,35}{(0,3 + 0,4)\sqrt{2}} = \frac{0,35}{0,99} = 0,35$$

0,5 mL

$$R_s \text{ spot 1-2} = \frac{0,3}{(0,3 + 0,25)\sqrt{2}} = \frac{0,3}{0,78} = 0,38$$

$$R_s \text{ spot 2-3} = \frac{0,3}{(0,25 + 0,5)\sqrt{2}} = \frac{0,3}{1,06} = 0,28$$

0,75 mL

$$R_s \text{ spot 1-2} = \frac{0,3}{(0,4 + 0,3)\sqrt{2}} = \frac{0,3}{0,99} = 0,30$$

$$R_s \text{ spot 2-3} = \frac{0,4}{(0,3 + 0,4)\sqrt{2}} = \frac{0,4}{0,99} = 0,40$$

1 mL

$$R_s \text{ spot 1-2} = \frac{0,25}{(0,35 + 0,25)\sqrt{2}} = \frac{0,25}{0,85} = 0,29$$

$$R_s \text{ spot 2-3} = \frac{0,3}{(0,25 + 0,45)\sqrt{2}} = \frac{0,3}{0,99} = 0,30$$

1,25 mL

$$R_s \text{ spot 1-2} = \frac{0,3}{(0,4 + 0,2)\sqrt{2}} = \frac{0,3}{0,85} = 0,35$$

$$R_s \text{ spot 2-3} = \frac{0,35}{(0,2 + 0,4)\sqrt{2}} = \frac{0,35}{0,85} = 0,41$$

0,25 mL (b)

$$R_s \text{ spot 1-2} = \frac{0,35}{(0,45 + 0,1)\sqrt{2}} = \frac{0,35}{0,78} = 0,45$$

$$R_s \text{ spot 2-3} = \frac{0,25}{(0,1 + 0,3)\sqrt{2}} = \frac{0,25}{0,57} = 0,44$$

L.3.8 Perhitungan Bilangan Gelombang pada FTIR

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{f}{(m_1 m_2)/(m_1 + m_2)}}$$

Gugus C=C

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2(3,14)(2,998 \times 10^{10})} \sqrt{\frac{9,7 \times 10^5 (2,10^{-23} + 2,10^{-23})}{(2,10^{-23} \times 2,10^{-23})}} = 1650 \text{ cm}^{-1}$$

Gugus C=N

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2(3,14)(2,998 \times 10^{10})} \sqrt{\frac{10,9 \times 10^5 (2,10^{-23} + 2,3 \cdot 10^{-23})}{(2,10^{-23} \times 2,3 \cdot 10^{-23})}} = 1691 \text{ cm}^{-1}$$

Gugus C=O

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2(3,14)(2,998 \times 10^{10})} \sqrt{\frac{12,1 \times 10^5 (2,10^{-23} + 2,6 \cdot 10^{-23})}{(2,10^{-23} \times 2,6 \cdot 10^{-23})}} = 1733 \text{ cm}^{-1}$$

L.3.9 Perhitungan Persen Luas Area Hasil KG-SM

a. Persen Luas Area pada Senyawa Produk Variasi Volume 0 mL

$$\% \text{ Luas Area} = \frac{\text{Area puncak senyawa}}{\Sigma \text{ Area puncak}} \times 100 \%$$

1. Puncak I $= \frac{519601}{2,680 \times 10^7} \times 100 \% = 1,94 \%$
2. Puncak II $= \frac{7,480 \times 10^6}{2,680 \times 10^7} \times 100 \% = 27,91 \%$
3. Puncak III $= \frac{1,8880 \times 10^7}{2,680 \times 10^7} \times 100 \% = 70,15 \%$

b. Persen Luas Area pada Senyawa Produk Variasi Volume 0,25 mL Proses Serentak

$$\% \text{ Luas Area} = \frac{\text{Area puncak senyawa}}{\Sigma \text{ Area puncak}} \times 100 \%$$

1. Puncak I $= \frac{8,790 \times 10^6}{1,942 \times 10^8} \times 100 \% = 4,53 \%$
2. Puncak II $= \frac{9,952 \times 10^6}{1,942 \times 10^8} \times 100 \% = 5,12 \%$
3. Puncak III $= \frac{1,755 \times 10^6}{1,942 \times 10^8} \times 100 \% = 90,37 \%$

c. Persen Luas Area pada Senyawa Produk Variasi Volume 0,25 mL Proses Bertahap

$$\% \text{ Luas Area} = \frac{\text{Area puncak senyawa}}{\Sigma \text{ Area puncak}} \times 100 \%$$

1. Puncak I $= \frac{6,472 \times 10^6}{2,5428 \times 10^7} \times 100 \% = 25,45 \%$
2. Puncak II $= \frac{8,916 \times 10^6}{2,5428 \times 10^7} \times 100 \% = 35,06 \%$
3. Puncak III $= \frac{1,004 \times 10^7}{2,5428 \times 10^7} \times 100 \% = 39,48 \%$

L.3.9 Pergeseran Kimia Hasil HNMR

a. $\delta \text{ CH}_3 = 0,9 + \alpha$

$$= 0,9 + \Sigma(\beta + \gamma)$$

1. $\delta \text{ CH}_3 = 0,9 + \alpha (\text{ArO-})$
 $= 0,9 + 2,8$
 $= 3,7 \text{ ppm}$
2. $\delta \text{ CH}_3 = 0,9 + \alpha (\text{ArCO-})$
 $= 0,9 + 1,7$
 $= 2,6 \text{ ppm}$

b. $\delta \text{ Aromatik} = 7,3 + \alpha_o + \alpha_m + \alpha_p$

1. $\text{CH} = 7,3 + (\text{ArO-})_o + (\text{Ar-OH})_m + (\text{Ar-H})_p$
 $= 7,3 + (-0,5) + (-0,1) + 0 = 6,7 \text{ ppm}$
2. $\text{CH} = 7,3 + (\text{Ar-OH})_o + (\text{ArO-})_m + (\text{Ar-H})_p$
 $= 7,3 + (-0,6) + (-0,1) + 0 = 6,6 \text{ ppm}$
3. $\text{CH} = 7,3 + (\text{ArNC-})_o + (\text{Ar-H})_m + (\text{ArO-})_p$

- $$= 7,3 + 0,4 + 0 + (-0,4) = 7,3 \text{ ppm}$$
4. $\text{CH} = 7,3 + (\text{Ar-H})_o + (\text{Ar-CO})_m + (\text{Ar-H})_p$
 $= 7,3 + 0 + 0,1 + 0 = 7,4 \text{ ppm}$
 5. $\text{CH} = 7,3 + (\text{Ar-CO})_o + (\text{Ar-H})_m + (\text{Ar-H})_p$
 $= 7,3 + 0,6 + 0 + 0 = 7,9 \text{ ppm}$
 6. $\text{CH} = 7,3 + (\text{Ar-CO})_o + (\text{ArH-})_m + (\text{Ar-H})_p$
 $= 7,3 + 0,6 + 0 + 0 = 7,9 \text{ ppm}$
 7. $\text{CH} = 7,3 + (\text{Ar-H})_o + (\text{ArCO-})_m + (\text{Ar-H})_p$
 $= 7,3 + 0 + 0,1 + 0 = 7,4 \text{ ppm}$

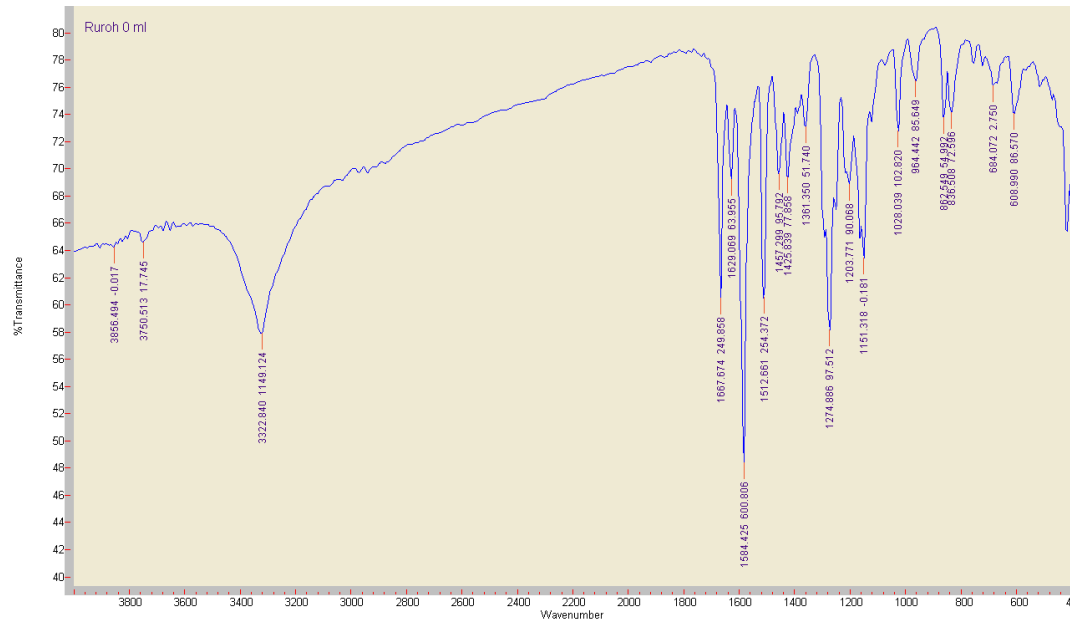
L.3.10 Pengamatan Titik Lebur Produk

Titik Lebur (°C)	Ulangan			
	1	2	3	Rata-rata
P ₀	161-164	160-163	161-163	160,6-163,3
P _{0,25(s)}	162-164	161-163	160-163	161-163,3
P _{0,5}	161-163	160-163	161-163	160,6-163
P _{0,75}	160-163	161-164	160-163	160,3-163,3
P ₁	159-162	160-164	162-164	160,3-163,3
P _{1,25}	160-163	161-164	161-163	160,6-163,3
P _{0,25(b)}	161-164	162-164	160-163	161-163,6

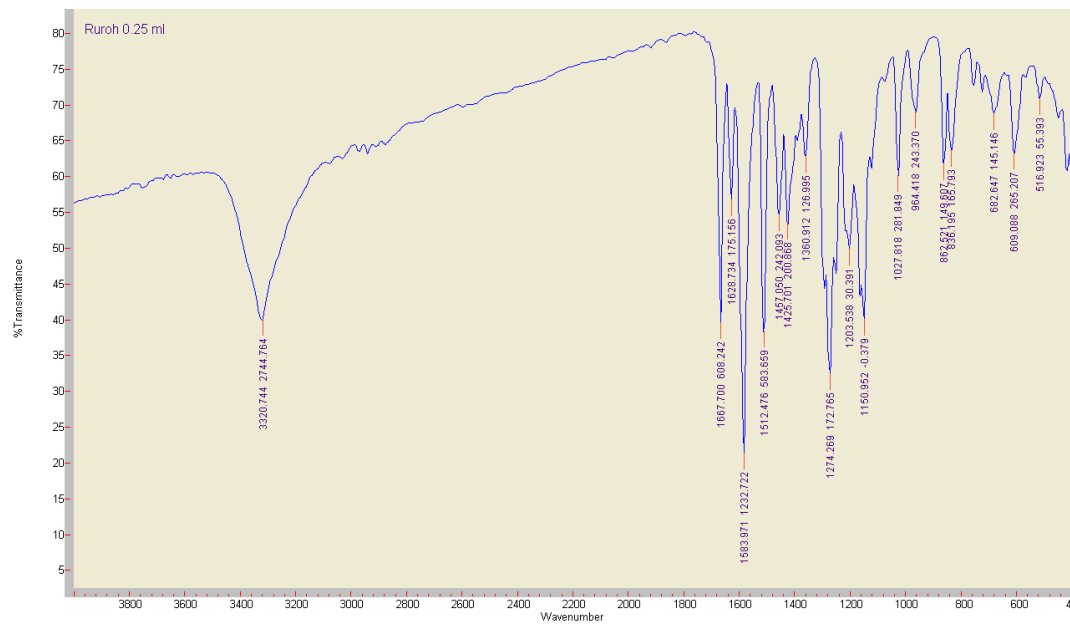
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan FTIR

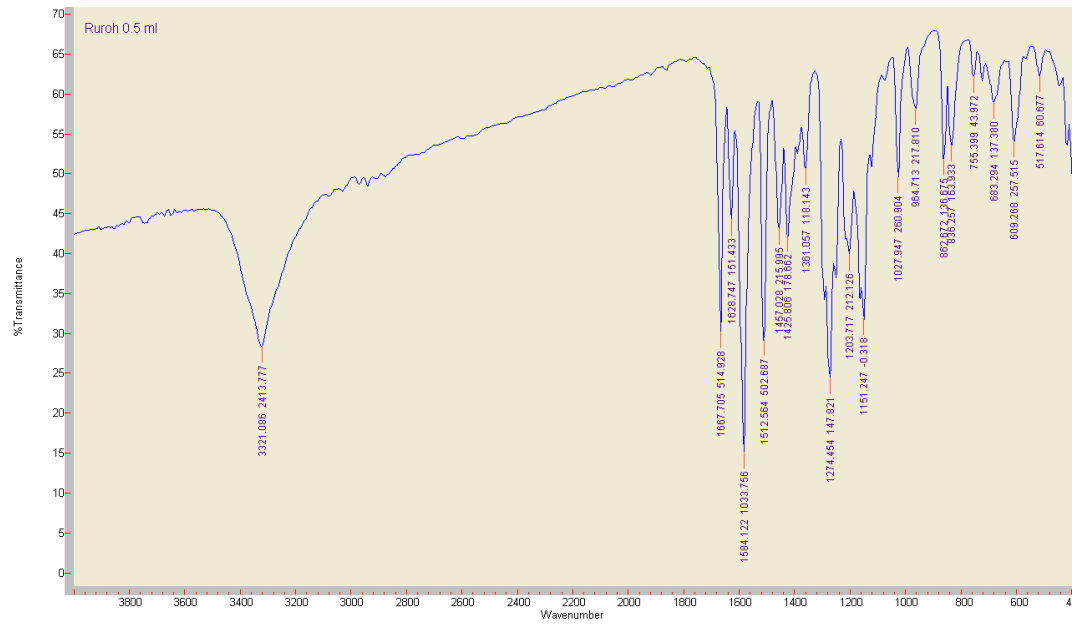
L.4.1.1 Hasil Karakterisasi Produk 1 (0 mL)



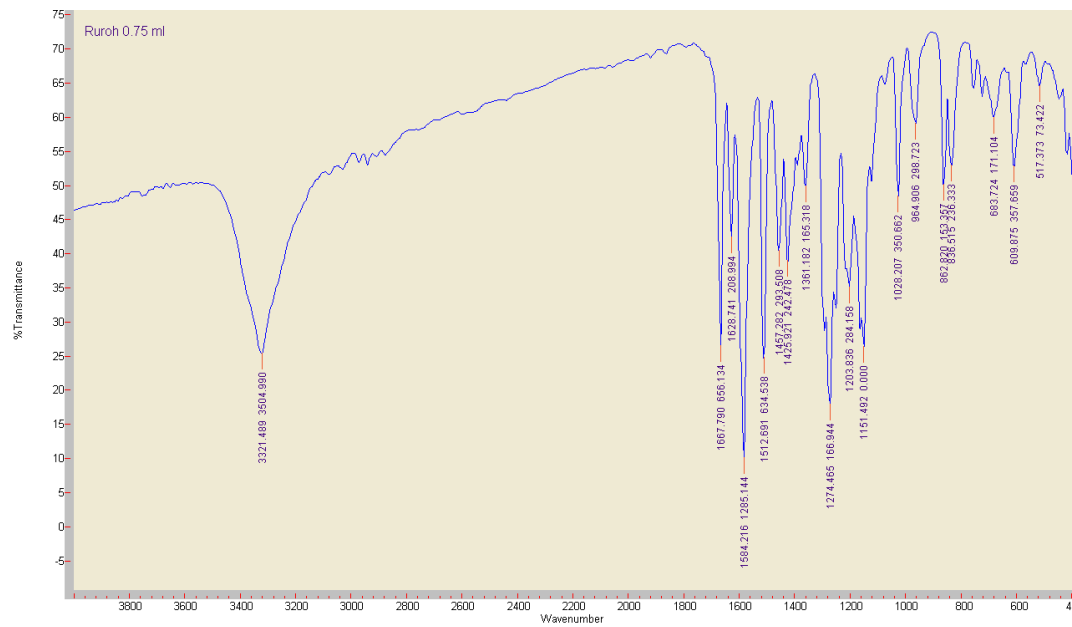
L.4.1.2 Hasil Karakterisasi Produk 2 (0,25 mL)



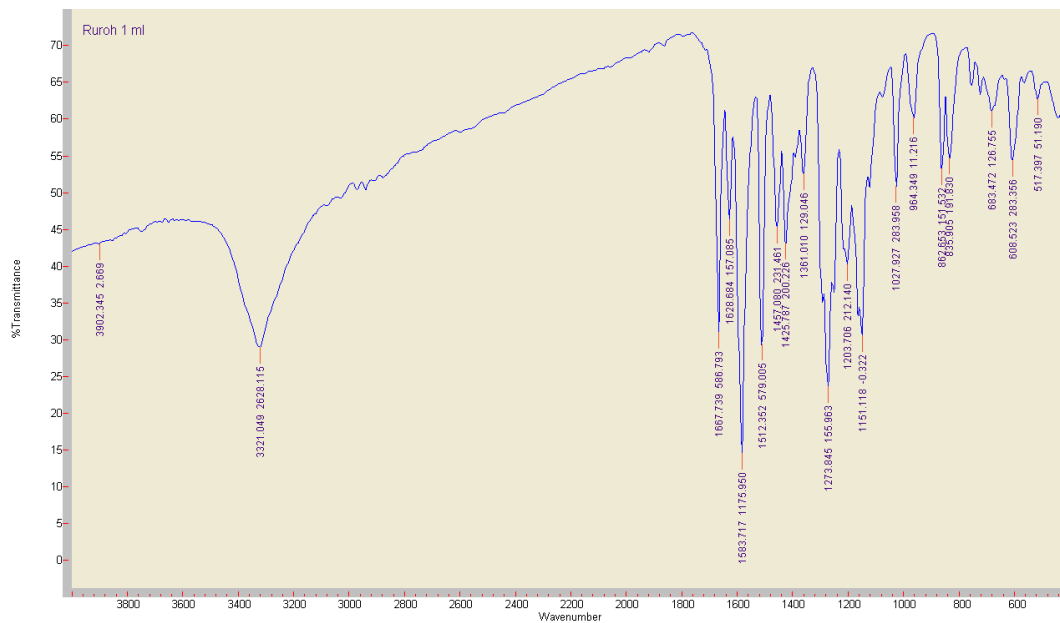
L.4.1.3 Hasil Karakterisasi Produk 3 (0,5 mL)



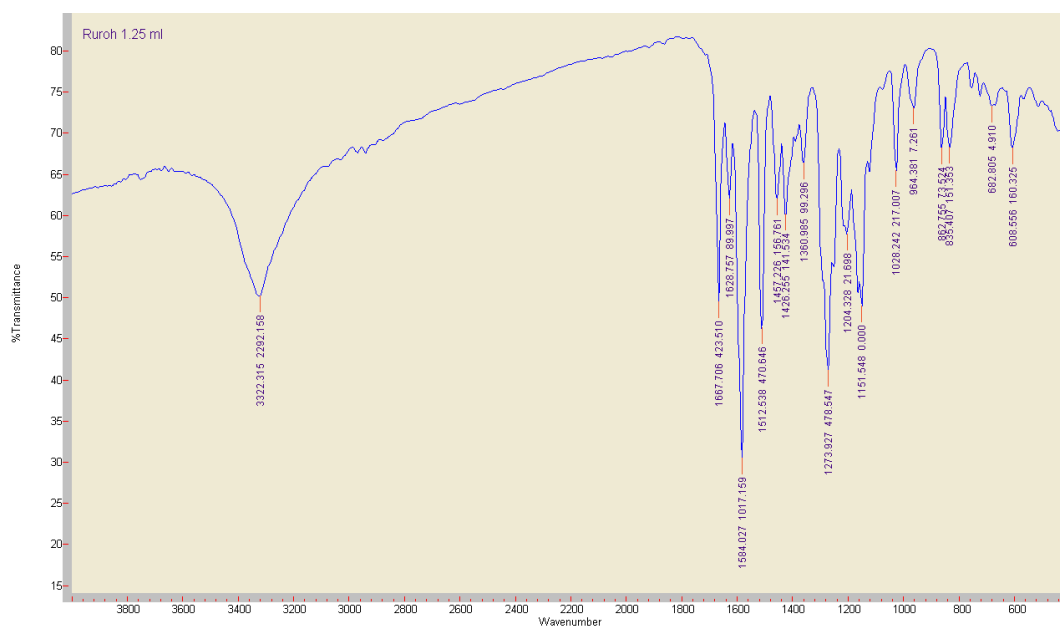
L.4.1.4 Hasil Karakterisasi Produk 4 (0,75 mL)



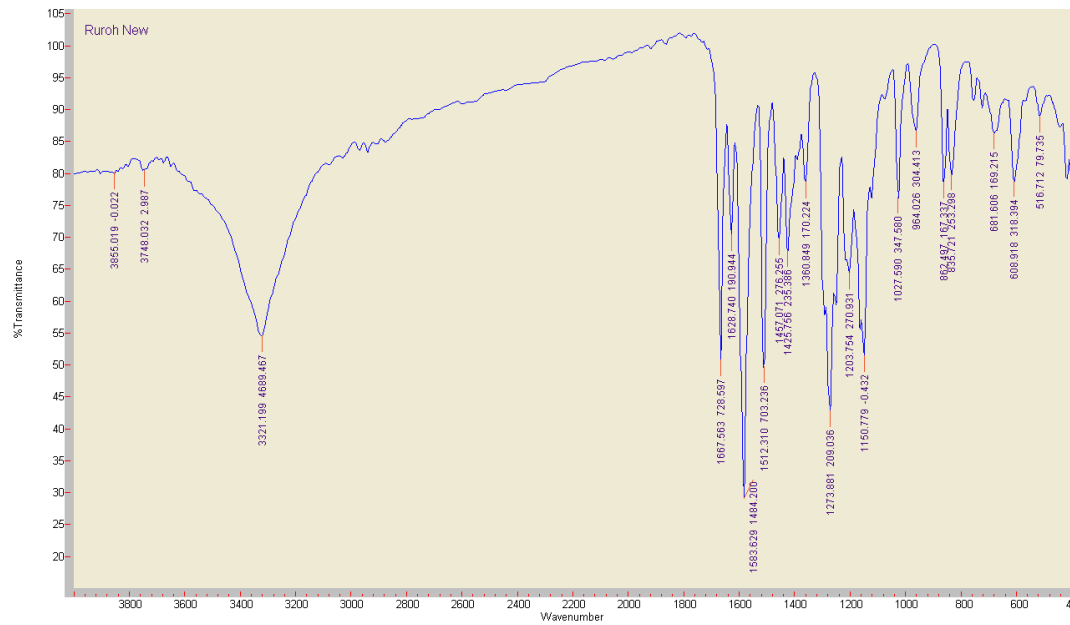
L.4.1.5 Hasil Karakterisasi Produk 5 (1 mL)



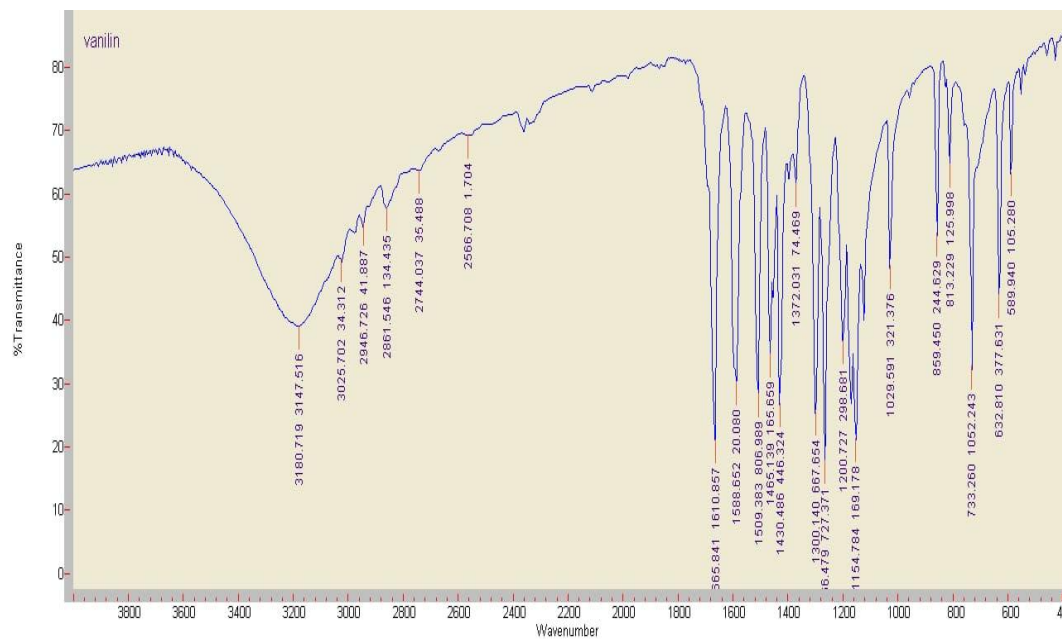
L.4.1.6 Hasil Karakterisasi Produk 6 (1.25 mL)



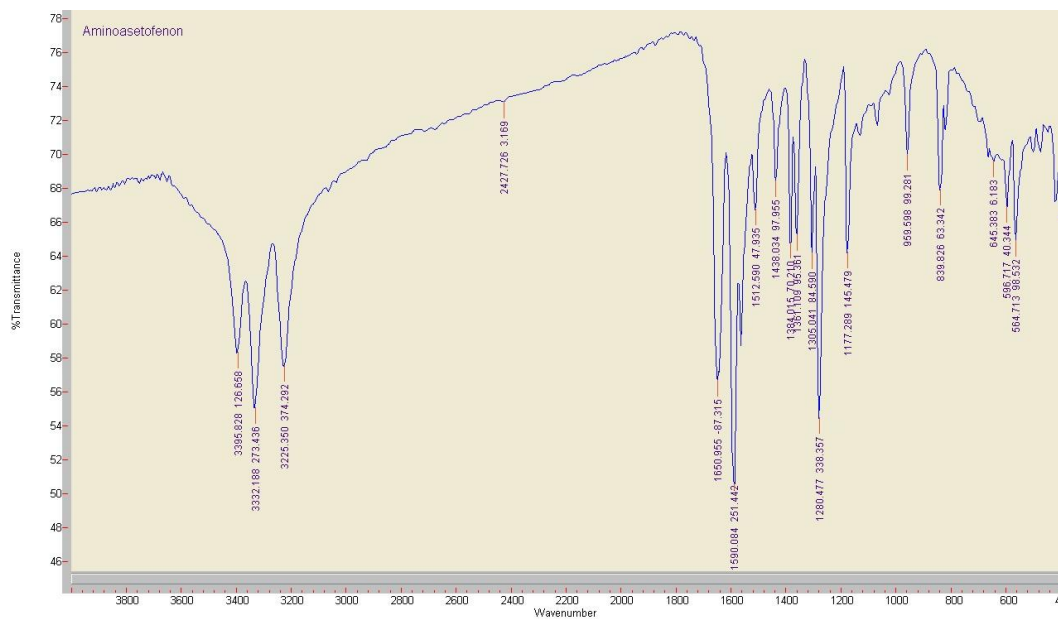
L.4.1.7 Hasil Karakterisasi Produk Proses Bertahap Volume Katalis 0,25 mL



L.4.1.8 Spektra FTIR Vanilin



L.4.1.9 Spektra FTIR *p*-Aminoasetofenon



L.4.2 Hasil Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan KG-SM

L.4.2.1 Hasil Kromatogram Gas pada Variasi volume 0 mL

Chromatogram Plot

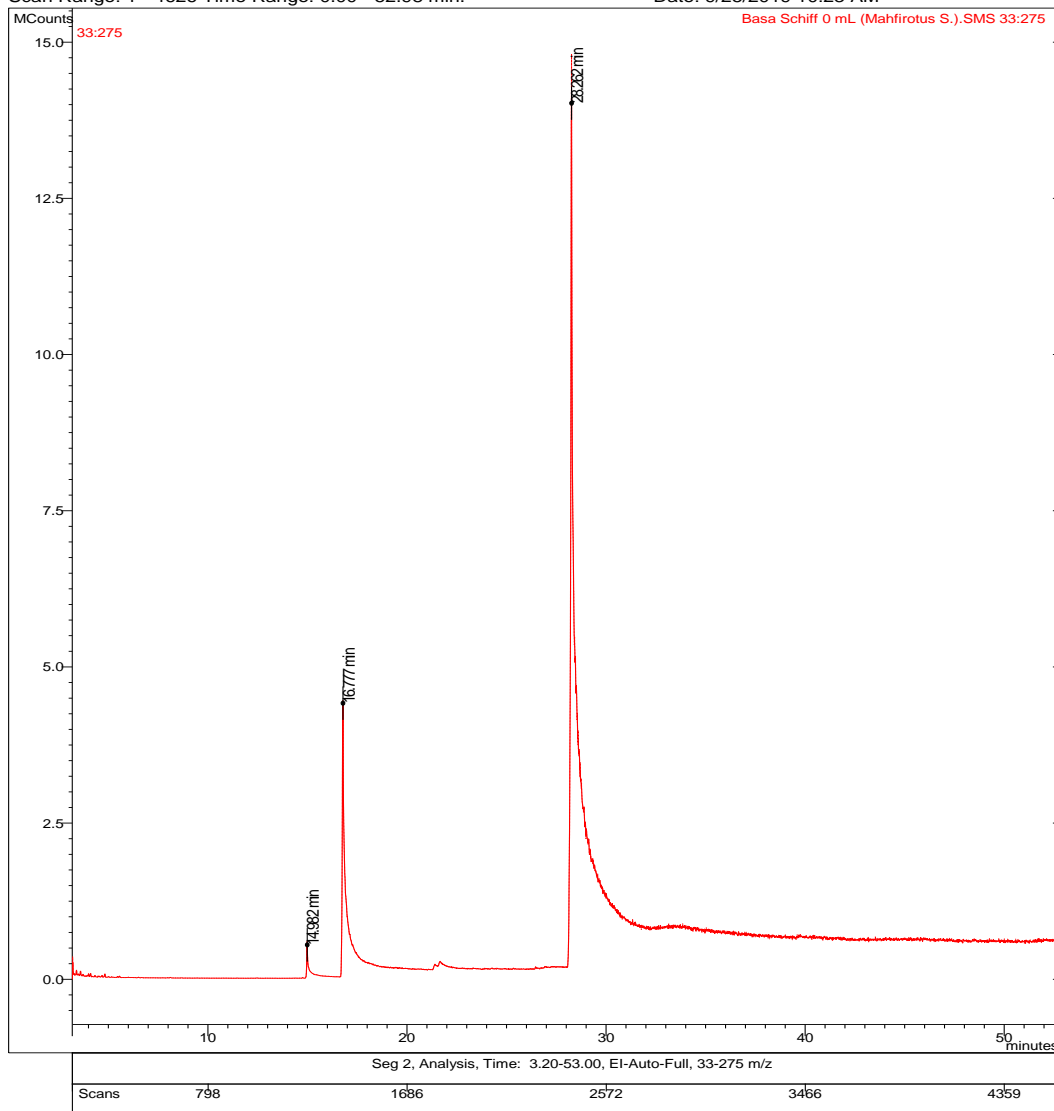
File: c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 0 ml (mahfirotus s.) sms

Sample:

Operator: mei

Scan Range: 1 - 4626 Time Range: 0.00 - 52.98 min.

Date: 9/25/2019 10:23 AM



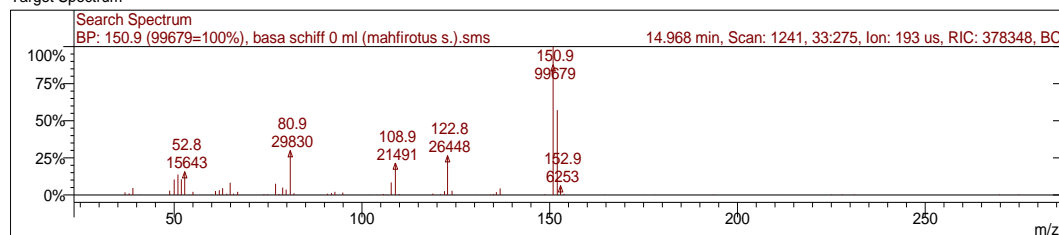
Target Compounds

Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	14.982	senyawa 1	519601	519601
2	16.777	senyawa 2	7.480e+6	7480125
3	28.262	senyawa 3	1.880e+7	18797550

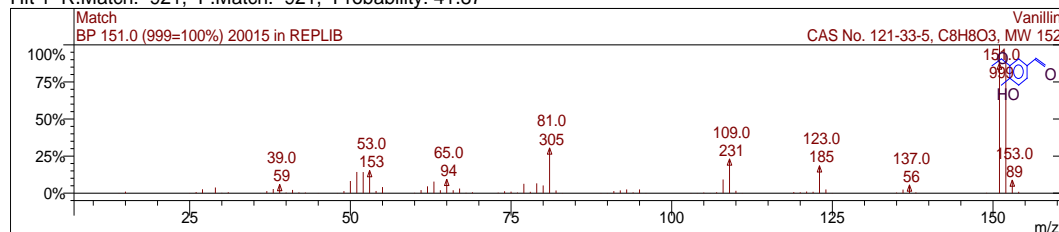
L.4.2.2 Hasil Spektroskopi Massa Senyawa Produk Variasi Katalis 0 mL

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



Hit 1 R.Match: 921, F.Match: 921, Probability: 41.87



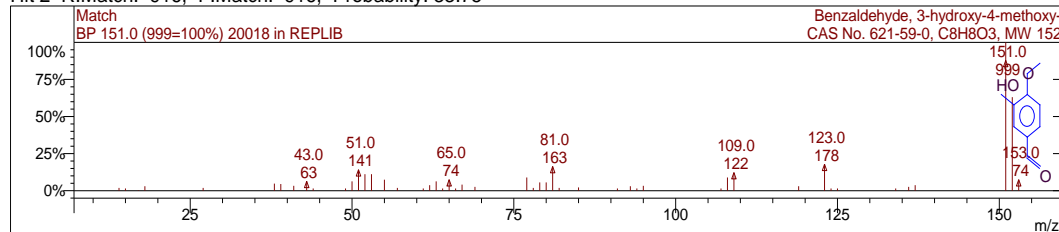
Spectrum 20015 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 81 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 14.0 - 154.0 m/z

Hit 2 R.Match: 916, F.Match: 916, Probability: 33.75



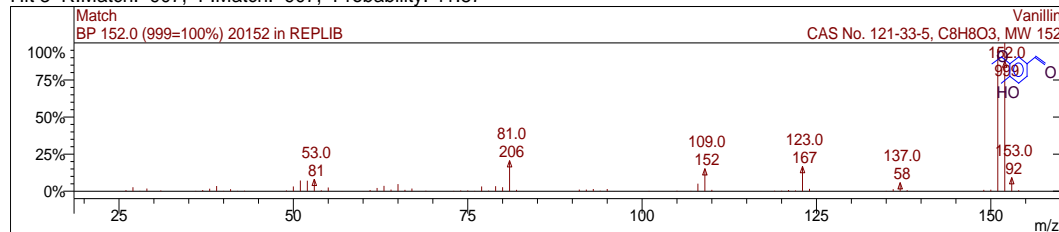
Spectrum 20018 from REPLIB Library

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 3 R.Match: 907, F.Match: 907, Probability: 41.87



Spectrum 20152 from REPLIB Library

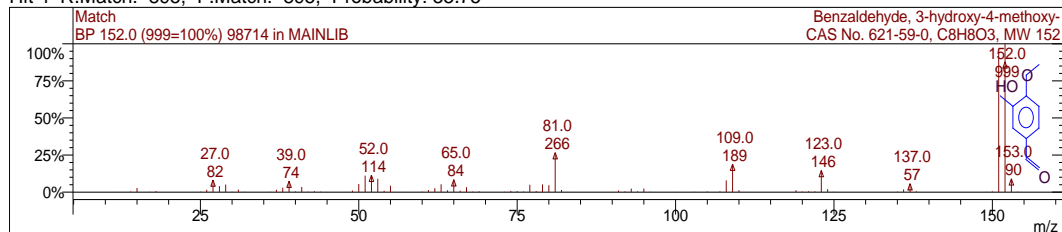
Name: Vanillin

Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

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

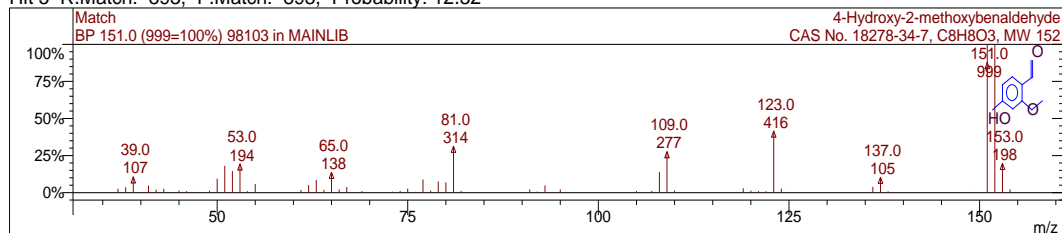
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 895, F.Match: 895, Probability: 33.75



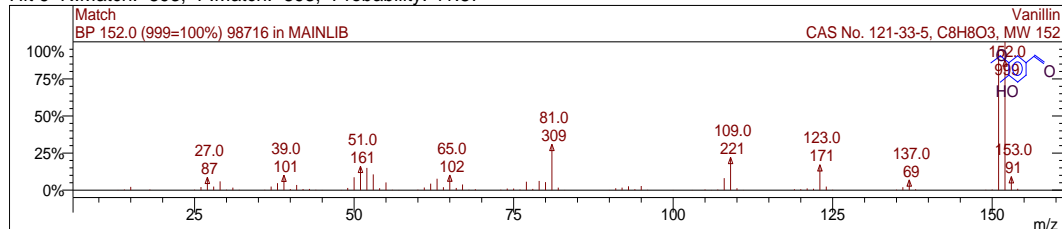
Spectrum 98714 from MAINLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 89 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Hit 5 R.Match: 893, F.Match: 893, Probability: 12.32



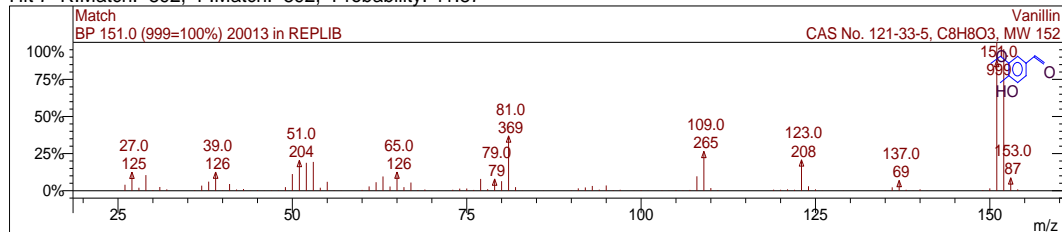
Spectrum 98103 from MAINLIB Library
Name: 4-Hydroxy-2-methoxybenzaldehyde
Pair Count: 74 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 18278-34-7 Acquired Range: 37.0 - 155.0 m/z

Hit 6 R.Match: 893, F.Match: 893, Probability: 41.87



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

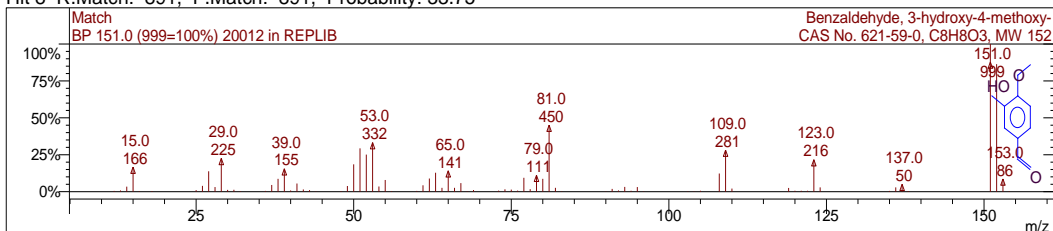
Hit 7 R.Match: 892, F.Match: 892, Probability: 41.87



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

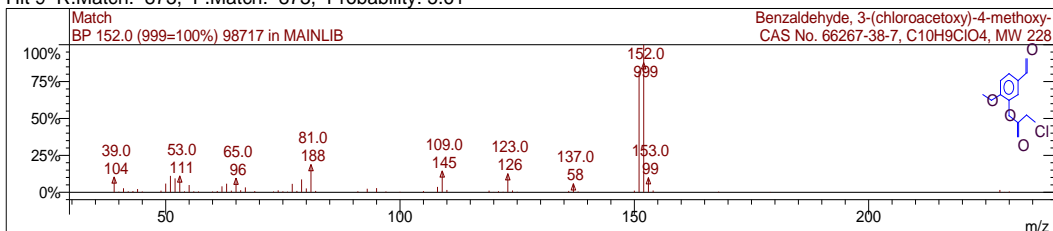
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 891, F.Match: 891, Probability: 33.75



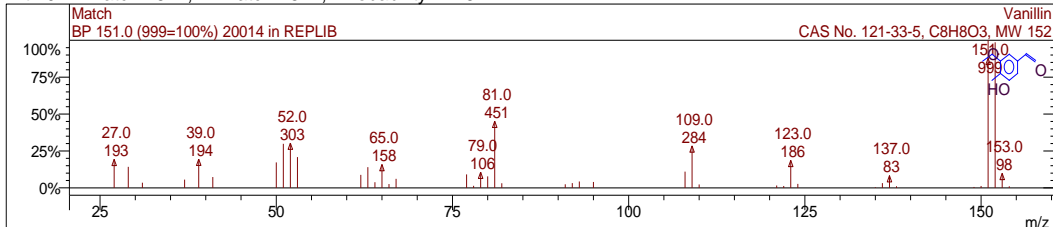
Spectrum 20012 from REPLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 80 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Hit 9 R.Match: 873, F.Match: 873, Probability: 5.61



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

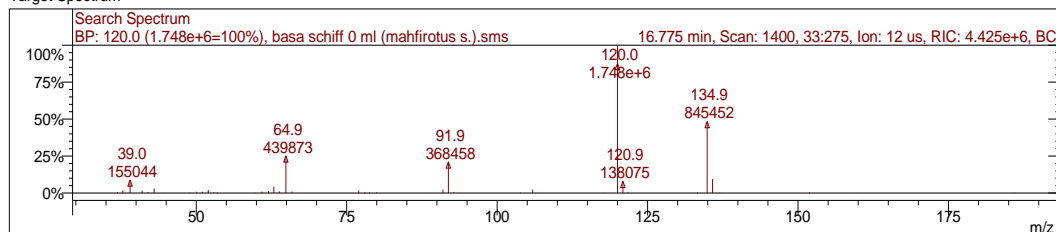
Hit 10 R.Match: 872, F.Match: 872, Probability: 41.87



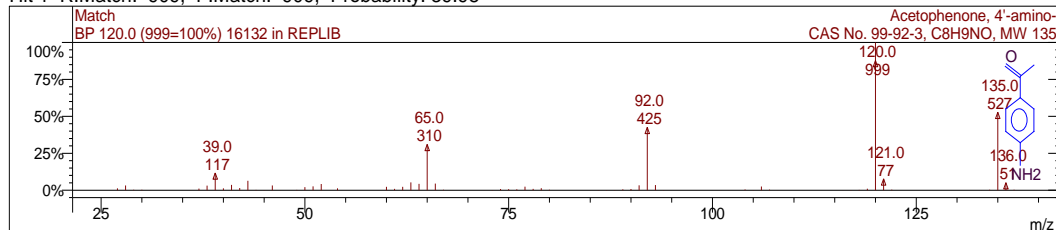
Spectrum 20014 from REPLIB Library
Name: Vanillin
Pair Count: 43 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 27.0 - 154.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



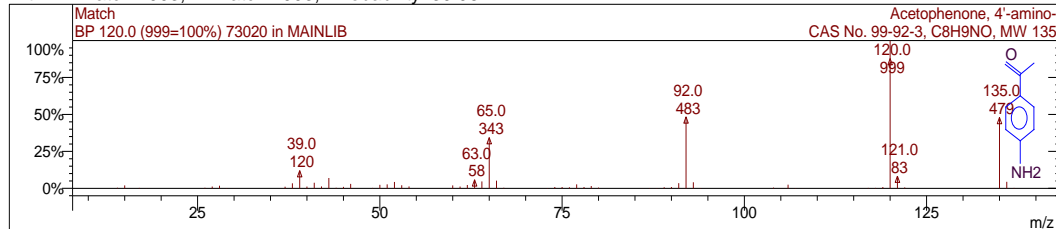
Hit 1 R.Match: 909, F.Match: 909, Probability: 39.98



Spectrum 16132 from REPLIB Library

Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 73 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 27.0 - 137.0 m/z

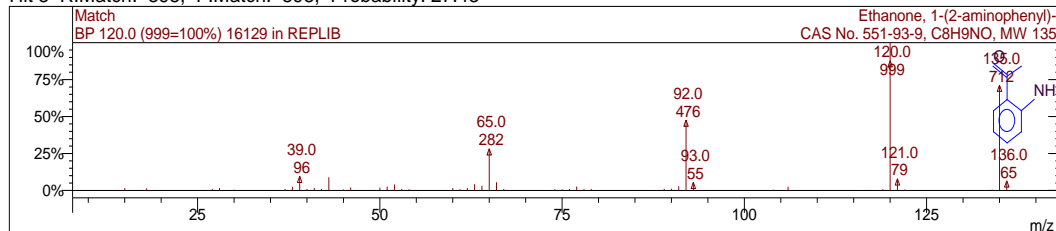
Hit 2 R.Match: 903, F.Match: 903, Probability: 39.98



Spectrum 73020 from MAINLIB Library

Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 68 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 3 R.Match: 898, F.Match: 898, Probability: 27.43

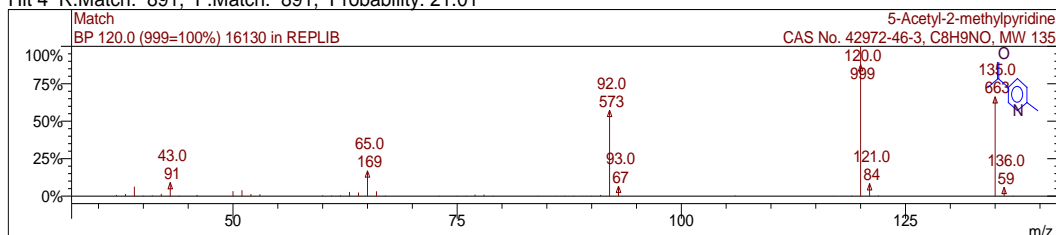


Spectrum 16129 from REPLIB Library

Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 72 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

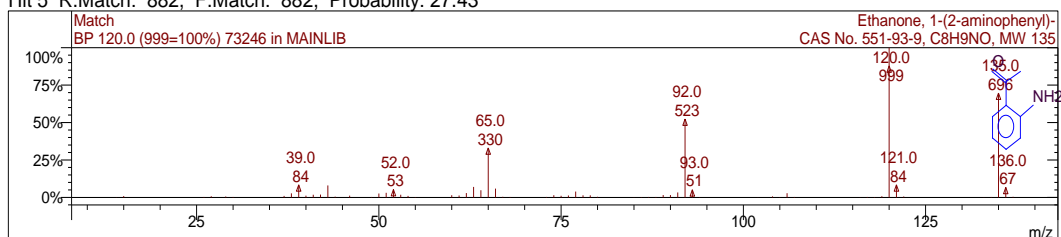
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 891, F.Match: 891, Probability: 21.01



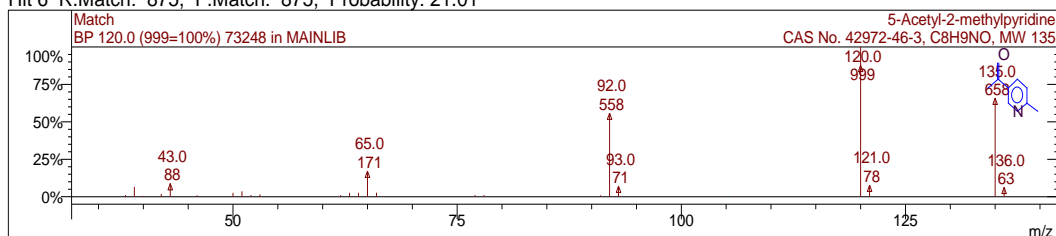
Spectrum 16130 from REPLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 54 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

Hit 5 R.Match: 882, F.Match: 882, Probability: 27.43



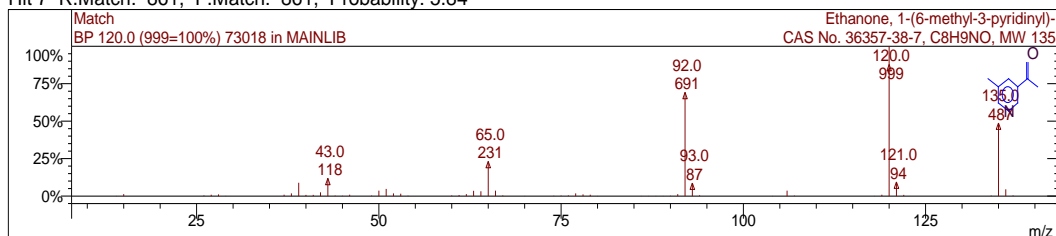
Spectrum 73246 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 66 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 6 R.Match: 875, F.Match: 875, Probability: 21.01



Spectrum 73248 from MAINLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 58 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

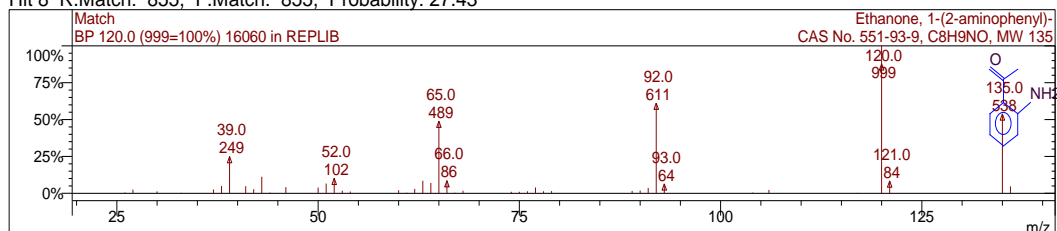
Hit 7 R.Match: 861, F.Match: 861, Probability: 5.84



Spectrum 73018 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(6-methyl-3-pyridinyl)-
Pair Count: 59 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 36357-38-7 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

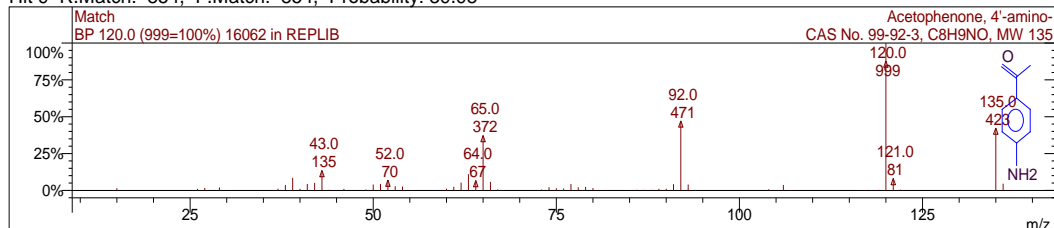
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 855, F.Match: 855, Probability: 27.43



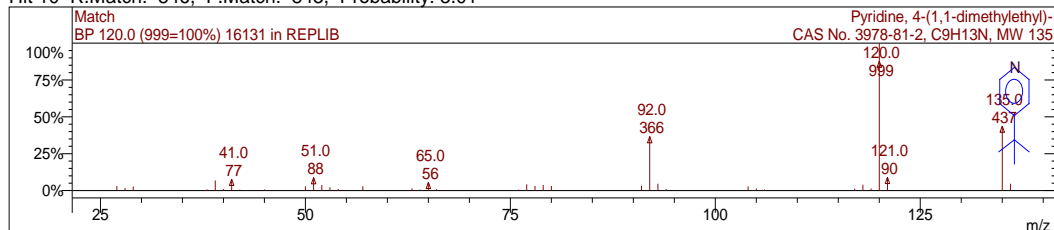
Spectrum 16060 from REPLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 57 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 25.0 - 136.0 m/z

Hit 9 R.Match: 854, F.Match: 854, Probability: 39.98

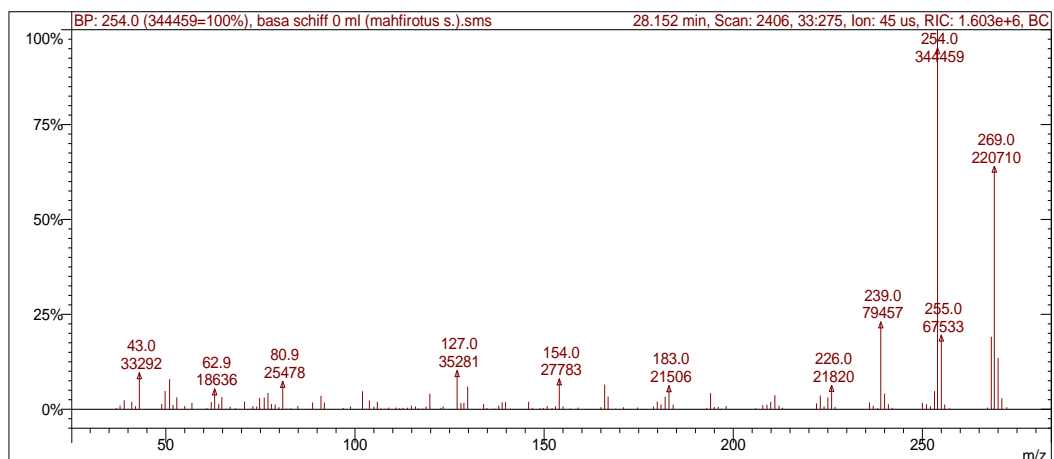


Spectrum 16062 from REPLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 61 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

Hit 10 R.Match: 846, F.Match: 843, Probability: 3.01



Spectrum 16131 from REPLIB Library
Name: Pyridine, 4-(1,1-dimethylethyl)-
Pair Count: 38 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 3978-81-2 Acquired Range: 27.0 - 136.0 m/z



L.4.2.3 Hasil Kromatogram Gas pada Variasi volume 0,25 mL

Chromatogram Plot

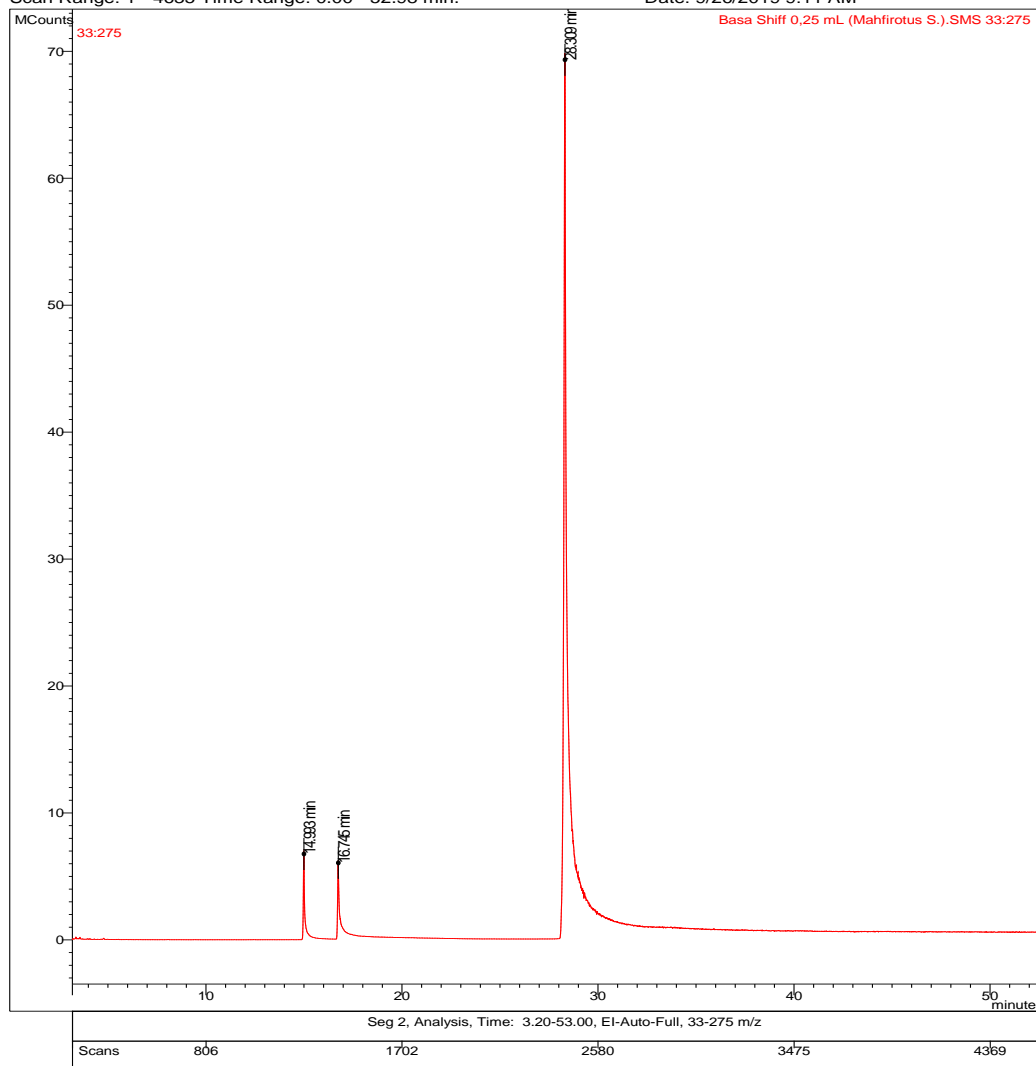
File: c:\varianws\data_xyz\analisa\basa shiff 0,25 ml (mahfirotus s.).sms

Sample:

Operator: mei

Scan Range: 1 - 4635 Time Range: 0.00 - 52.98 min.

Date: 9/26/2019 9:11 AM



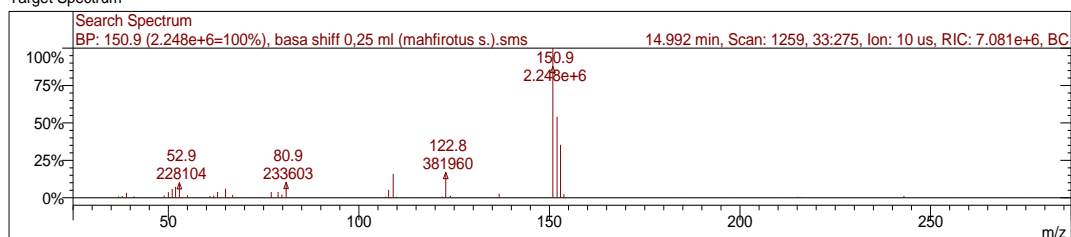
Target Compounds

Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	14.993	senyawa 1	8.790e+6	8790203
2	16.745	senyawa 2	9.952e+6	9951539
3	28.309	senyawa 3	1.755e+8	175543216

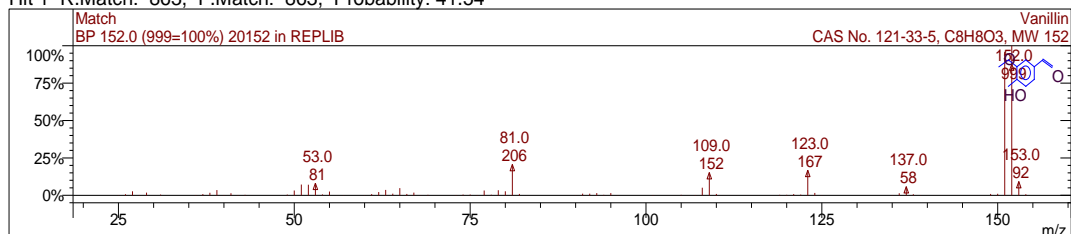
L.4.2.4 Hasil Spektroskopi Massa Senyawa Produk Variasi Katalis 0,25 mL

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



Hit 1 R.Match: 863, F.Match: 863, Probability: 41.54



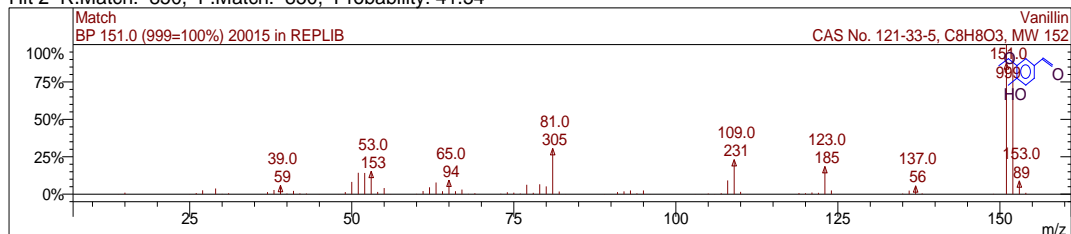
Spectrum 20152 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

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

Hit 2 R.Match: 850, F.Match: 850, Probability: 41.54



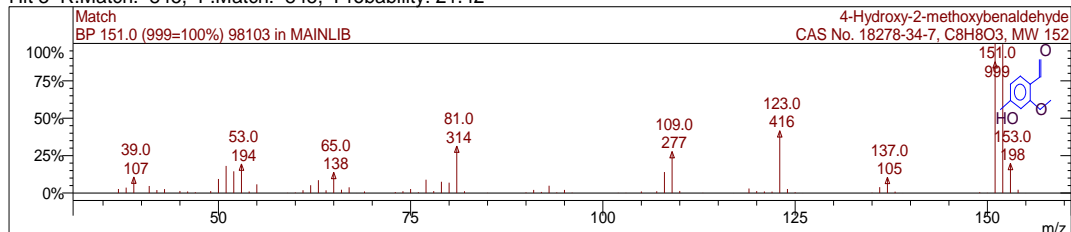
Spectrum 20015 from REPLIB Library

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: 845, F.Match: 845, Probability: 21.42



Spectrum 98103 from MAINLIB Library

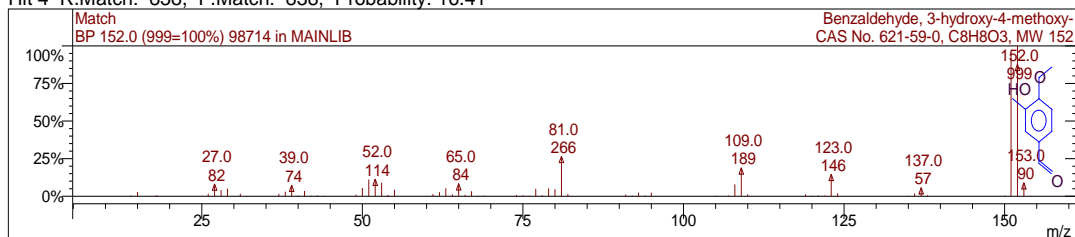
Name: 4-Hydroxy-2-methoxybenzaldehyde

Pair Count: 74 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 18278-34-7 Acquired Range: 37.0 - 155.0 m/z

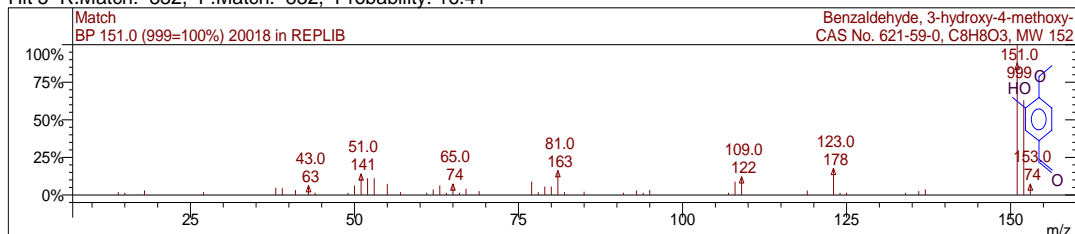
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 838, F.Match: 838, Probability: 16.41



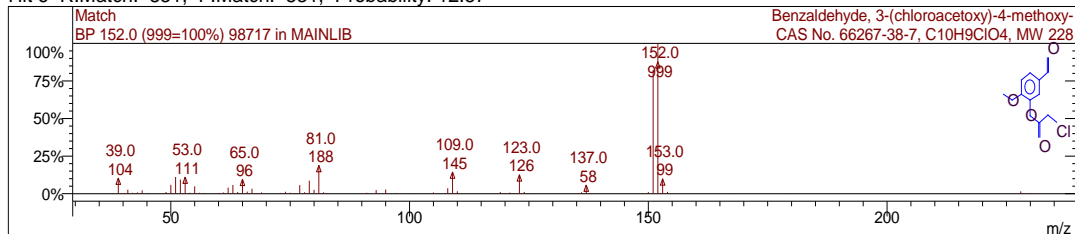
Spectrum 98714 from MAINLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 89 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Hit 5 R.Match: 832, F.Match: 832, Probability: 16.41



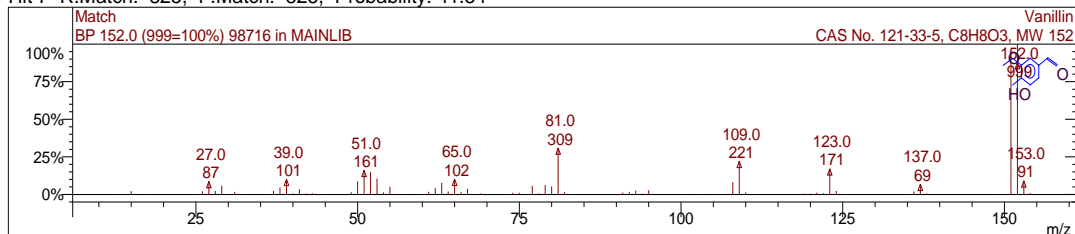
Spectrum 20018 from REPLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 49 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 14.0 - 153.0 m/z

Hit 6 R.Match: 831, F.Match: 831, Probability: 12.57



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

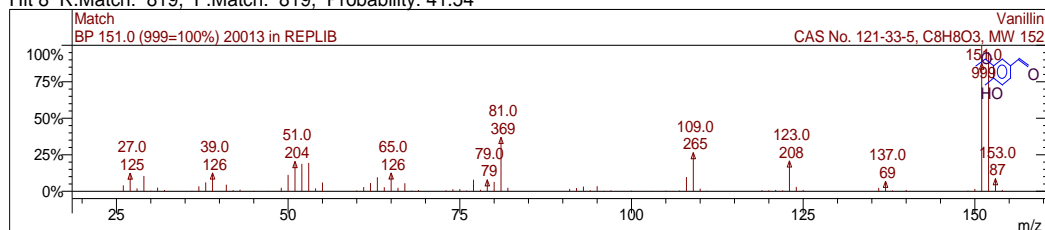
Hit 7 R.Match: 825, F.Match: 825, Probability: 41.54



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

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

Hit 8 R.Match: 819, F.Match: 819, Probability: 41.54



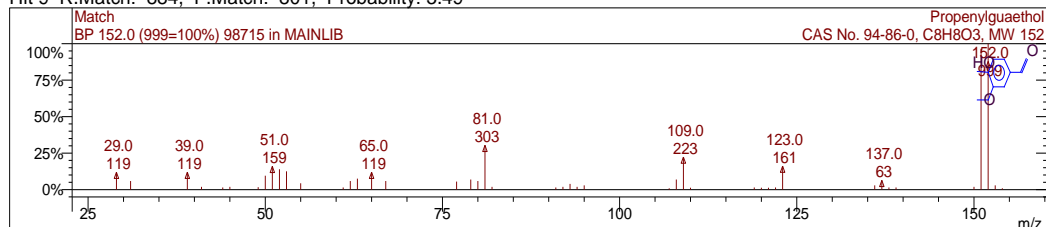
Spectrum 20013 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 106 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

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

Hit 9 R.Match: 884, F.Match: 801, Probability: 3.49



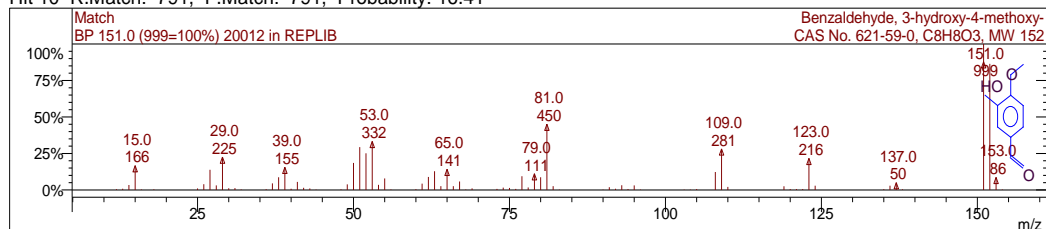
Spectrum 98715 from MAINLIB Library

Name: Propenylguaethol

Pair Count: 45 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 94-86-0 Acquired Range: 29.0 - 154.0 m/z

Hit 10 R.Match: 791, F.Match: 791, Probability: 16.41



Spectrum 20012 from REPLIB Library

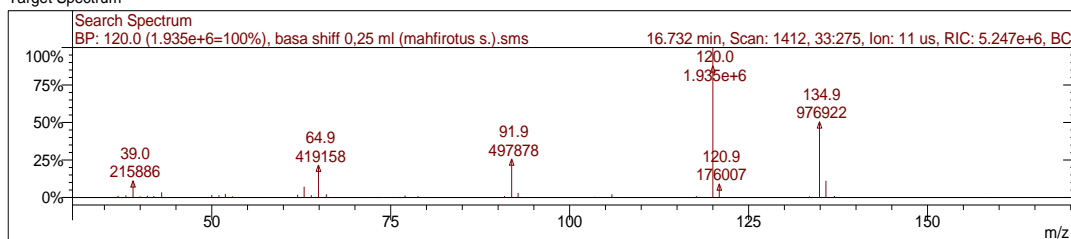
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-

Pair Count: 80 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

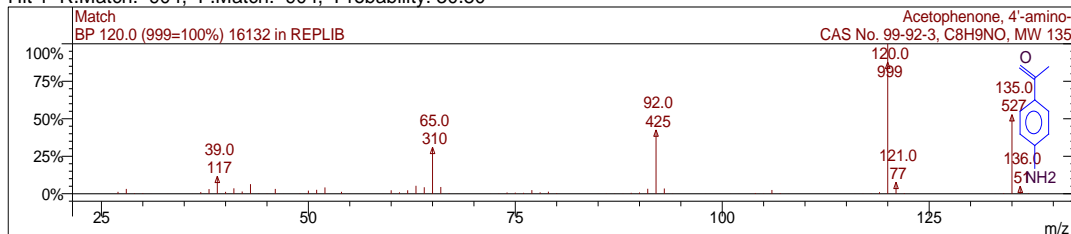
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



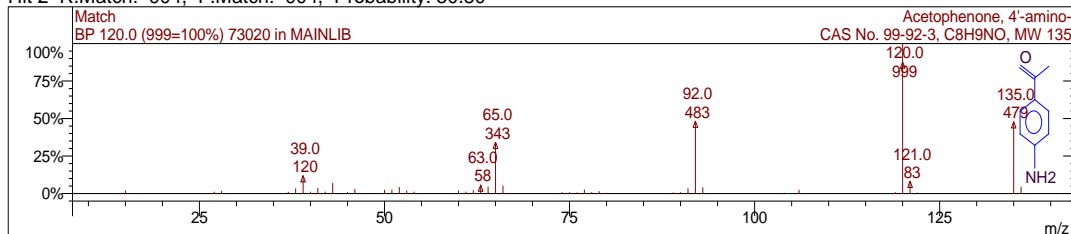
Hit 1 R.Match: 904, F.Match: 904, Probability: 30.80



Spectrum 16132 from REPLIB Library

Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 73 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 27.0 - 137.0 m/z

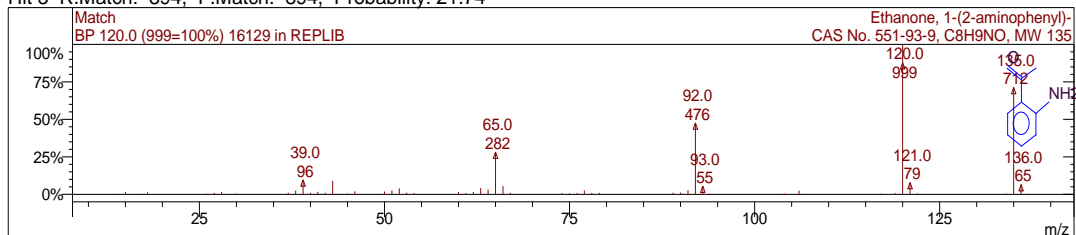
Hit 2 R.Match: 904, F.Match: 904, Probability: 30.80



Spectrum 73020 from MAINLIB Library

Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 68 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 3 R.Match: 894, F.Match: 894, Probability: 21.74

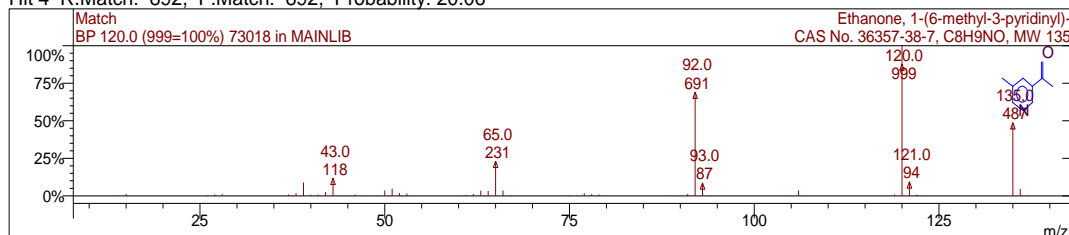


Spectrum 16129 from REPLIB Library

Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 72 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

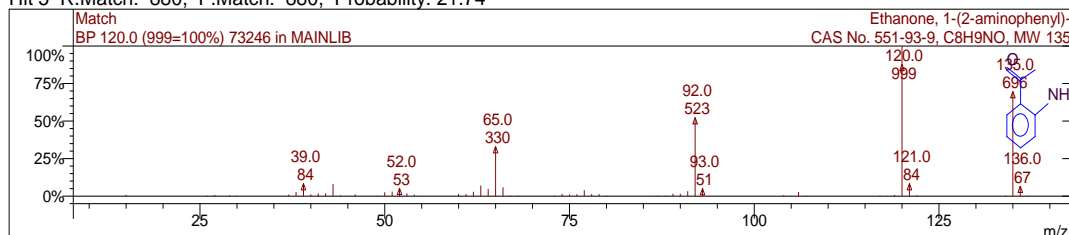
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 892, F.Match: 892, Probability: 20.06



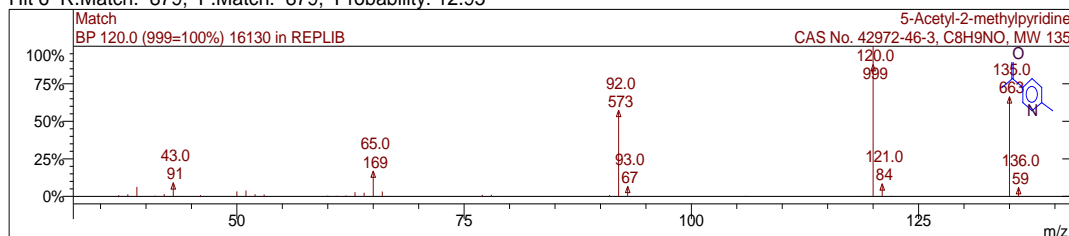
Spectrum 73018 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(6-methyl-3-pyridinyl)-
Pair Count: 59 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 36357-38-7 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 5 R.Match: 880, F.Match: 880, Probability: 21.74



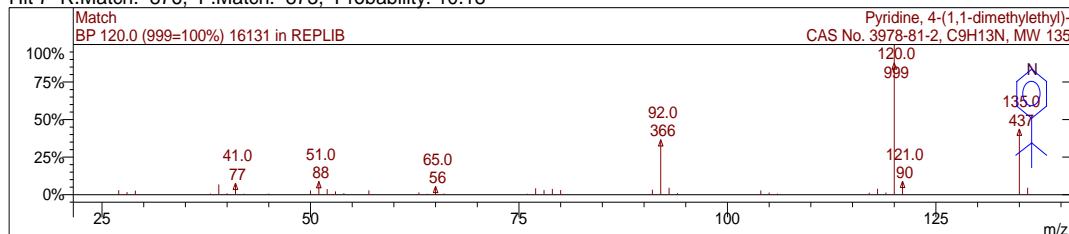
Spectrum 73246 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 66 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 6 R.Match: 879, F.Match: 879, Probability: 12.95



Spectrum 16130 from REPLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 54 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

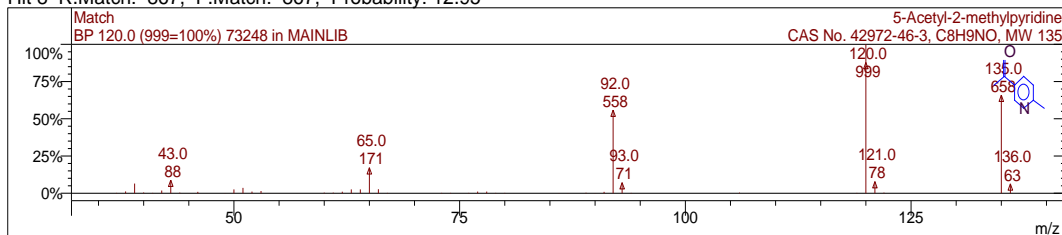
Hit 7 R.Match: 876, F.Match: 873, Probability: 10.18



Spectrum 16131 from REPLIB Library
Name: Pyridine, 4-(1,1-dimethylethyl)-
Pair Count: 38 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 3978-81-2 Acquired Range: 27.0 - 136.0 m/z

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

Hit 8 R.Match: 867, F.Match: 867, Probability: 12.95



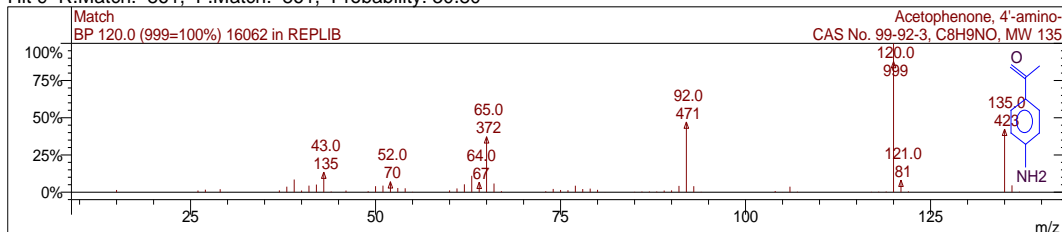
Spectrum 73248 from MAINLIB Library

Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine

Pair Count: 58 MW: 135 Formula: C₈H₉NO

CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

Hit 9 R.Match: 861, F.Match: 861, Probability: 30.80



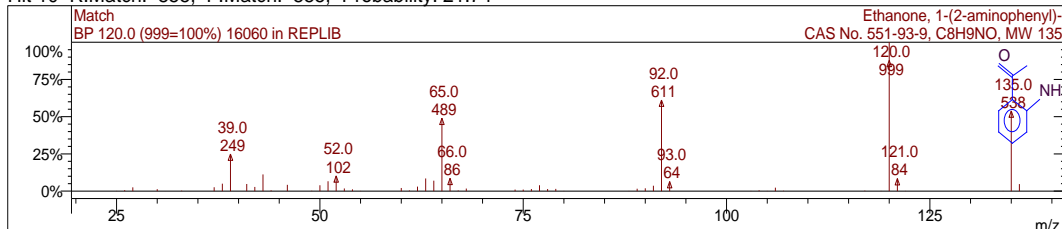
Spectrum 16062 from REPLIB Library

Name: Acetophenone, 4'-amino-

Pair Count: 61 MW: 135 Formula: C₈H₉NO

CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

Hit 10 R.Match: 855, F.Match: 855, Probability: 21.74

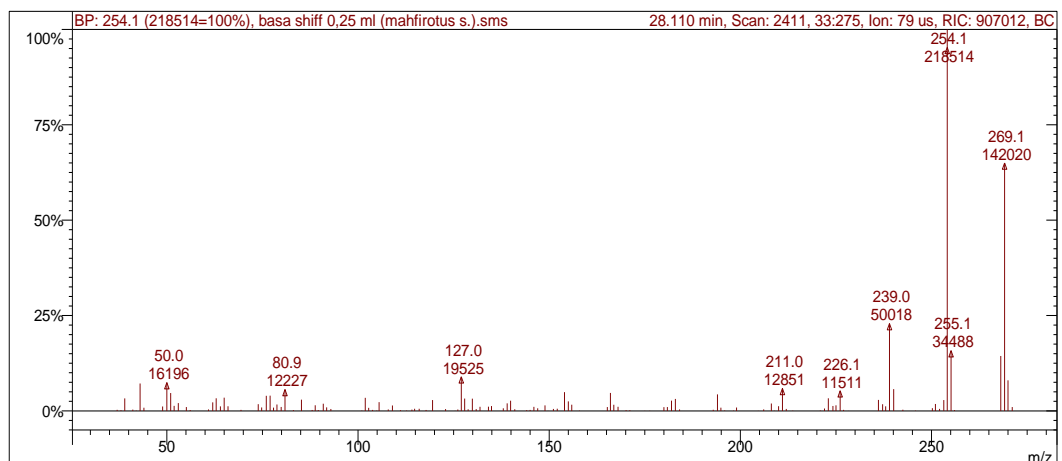


Spectrum 16060 from REPLIB Library

Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-

Pair Count: 57 MW: 135 Formula: C₈H₉NO

CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 25.0 - 136.0 m/z



L.4.2.5 Hasil Kromatogram Gas pada Senyawa Produk Proses Bertahap

Chromatogram Plot

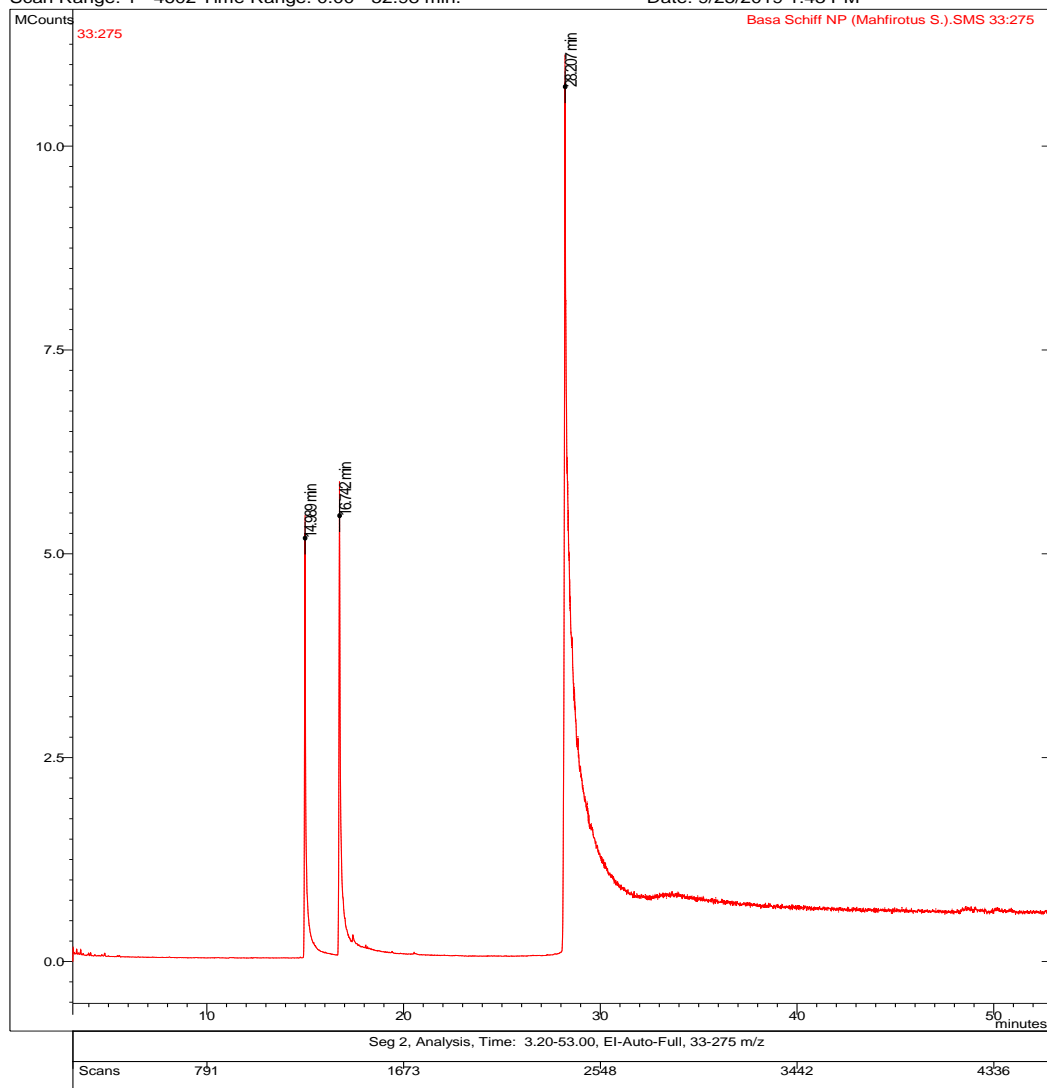
File: c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff np (mahfirotus s.).sms

Sample:

Operator: mei

Scan Range: 1 - 4602 Time Range: 0.00 - 52.98 min.

Date: 9/25/2019 1:43 PM



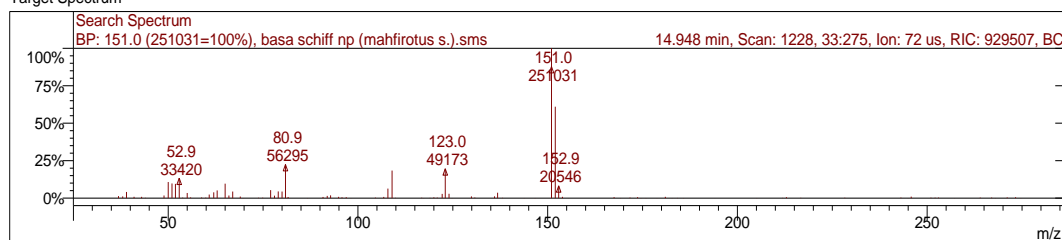
Target Compounds

Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	14.989	senyawa 1	6.472e+6	6472287
2	16.742	senyawa 2	8.916e+6	8915825
3	28.207	senyawa 3	1.004e+7	10038347

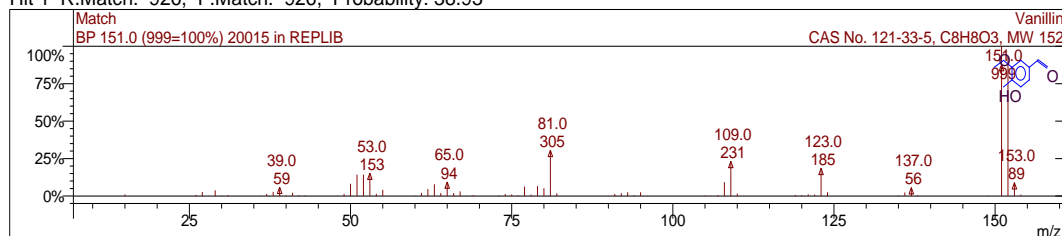
L.4.2.6 Hasil Spektroskopi Massa Senyawa Produk Proses Bertahap

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



Hit 1 R.Match: 926, F.Match: 926, Probability: 38.93



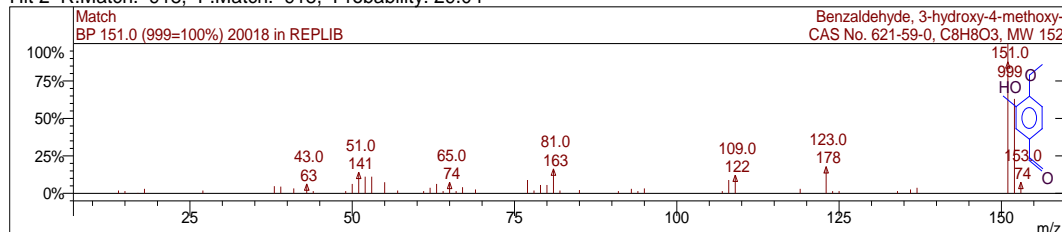
Spectrum 20015 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 81 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 14.0 - 154.0 m/z

Hit 2 R.Match: 918, F.Match: 918, Probability: 29.04



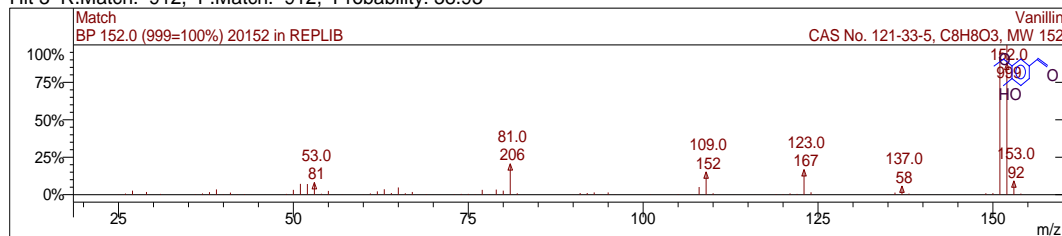
Spectrum 20018 from REPLIB Library

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 3 R.Match: 912, F.Match: 912, Probability: 38.93



Spectrum 20152 from REPLIB Library

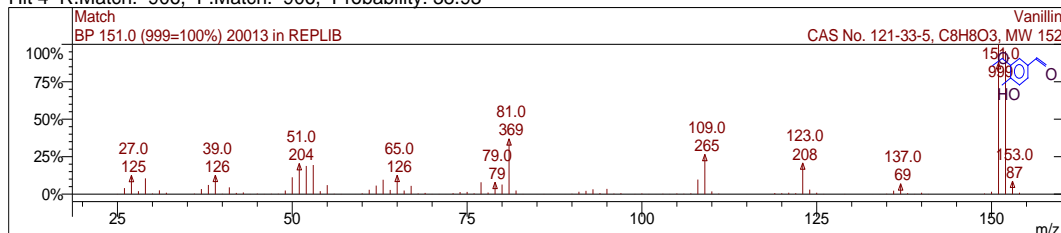
Name: Vanillin

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: 906, F.Match: 906, Probability: 38.93



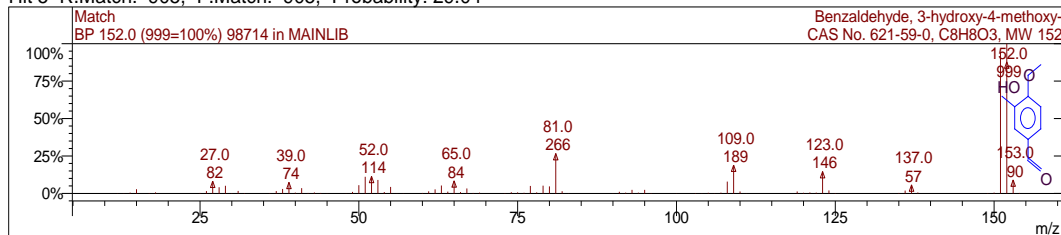
Spectrum 20013 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 106 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

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

Hit 5 R.Match: 905, F.Match: 905, Probability: 29.04



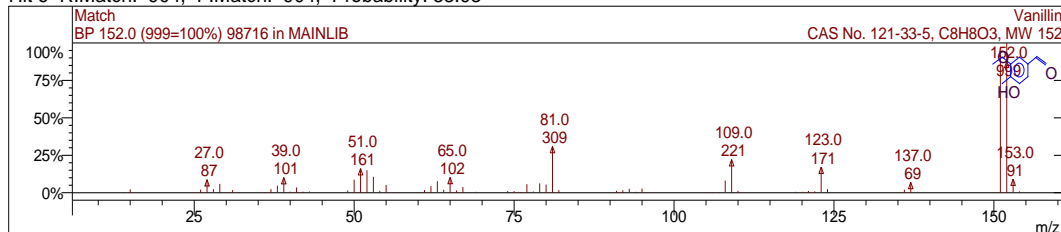
Spectrum 98714 from MAINLIB Library

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: 904, F.Match: 904, Probability: 38.93



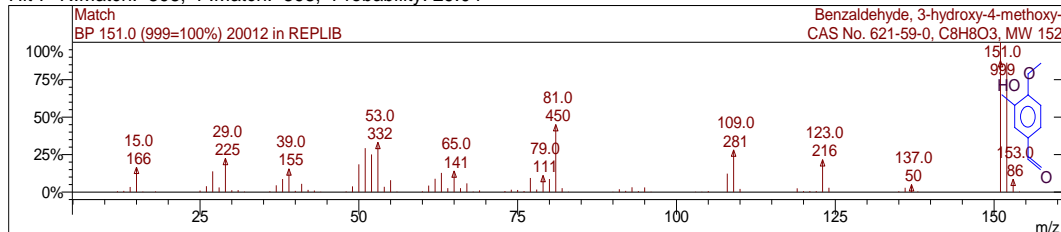
Spectrum 98716 from MAINLIB Library

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: 898, F.Match: 898, Probability: 29.04



Spectrum 20012 from REPLIB Library

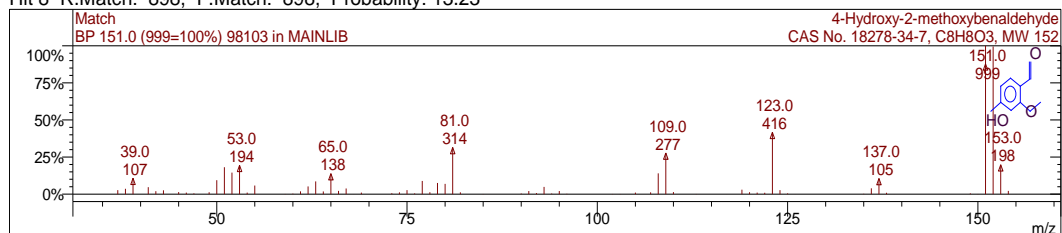
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-

Pair Count: 80 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

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

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

Hit 8 R.Match: 898, F.Match: 898, Probability: 13.23



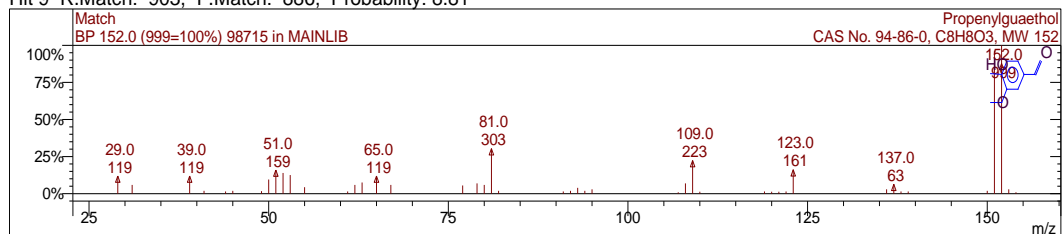
Spectrum 98103 from MAINLIB Library

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 9 R.Match: 903, F.Match: 886, Probability: 8.81



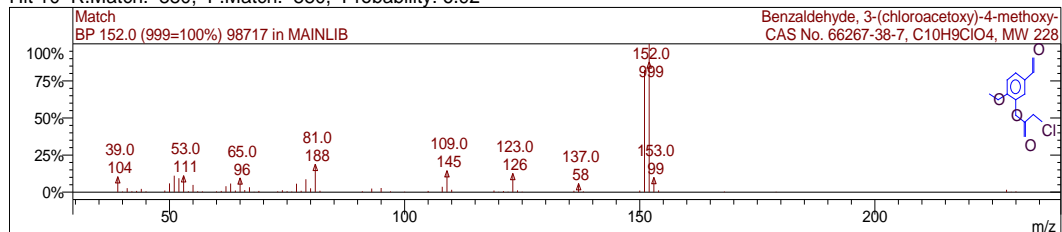
Spectrum 98715 from MAINLIB Library

Name: Propenylguaethol

Pair Count: 45 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 94-86-0 Acquired Range: 29.0 - 154.0 m/z

Hit 10 R.Match: 880, F.Match: 880, Probability: 6.92



Spectrum 98717 from MAINLIB Library

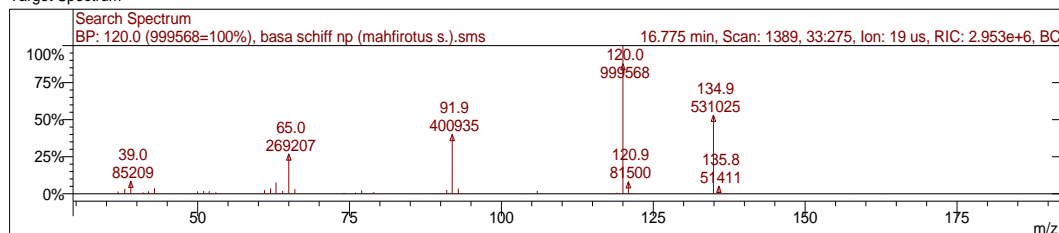
Name: Benzaldehyde, 3-(chloroacetoxy)-4-methoxy-

Pair Count: 65 MW: 228 Formula: C₁₀H₉ClO₄

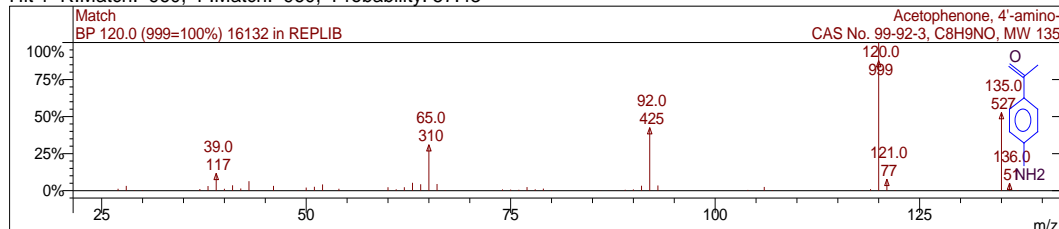
CAS No: 66267-38-7 Acquired Range: 39.0 - 230.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



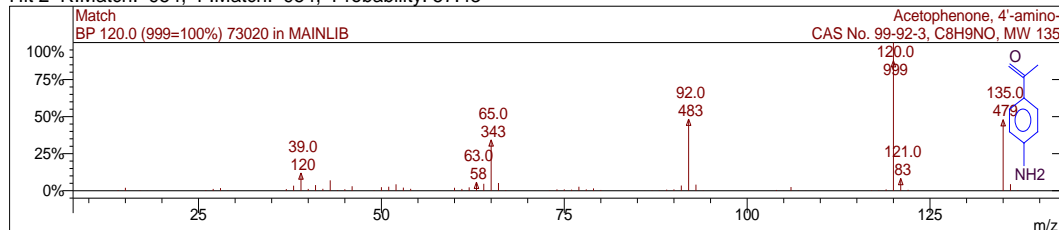
Hit 1 R.Match: 960, F.Match: 960, Probability: 57.43



Spectrum 16132 from REPLIB Library

Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 73 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 27.0 - 137.0 m/z

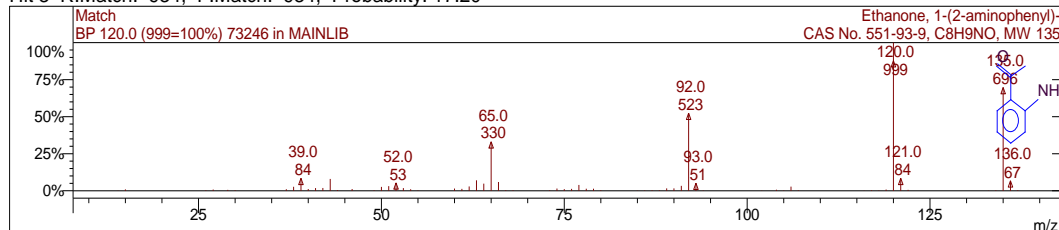
Hit 2 R.Match: 954, F.Match: 954, Probability: 57.43



Spectrum 73020 from MAINLIB Library

Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 68 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 3 R.Match: 934, F.Match: 934, Probability: 17.20

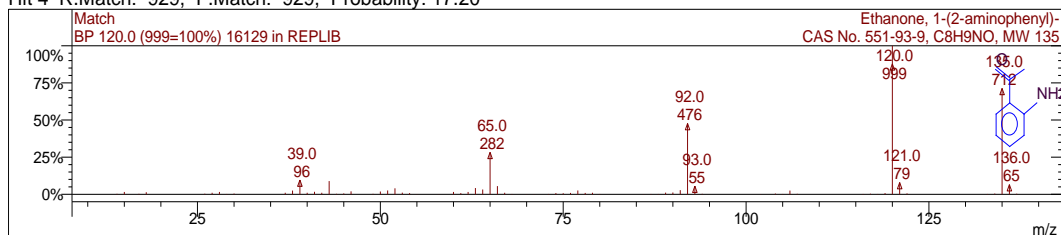


Spectrum 73246 from MAINLIB Library

Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 66 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

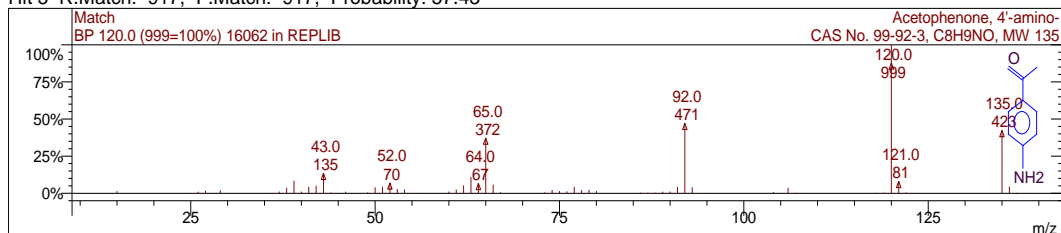
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 929, F.Match: 929, Probability: 17.20



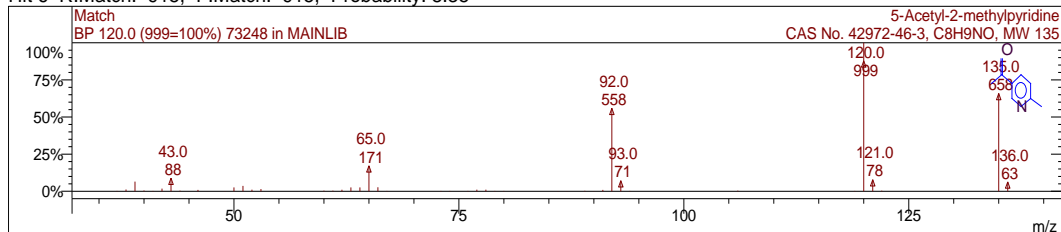
Spectrum 16129 from REPLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 72 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 5 R.Match: 917, F.Match: 917, Probability: 57.43



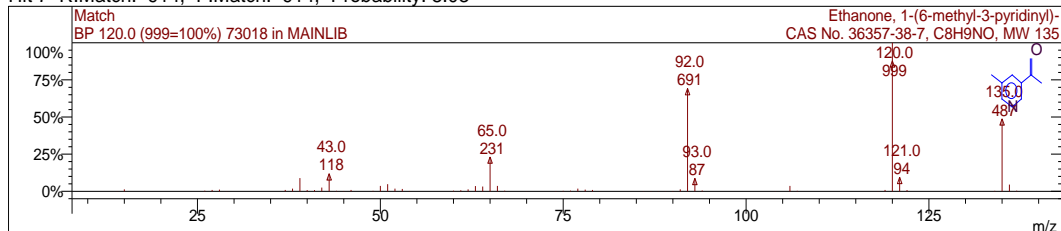
Spectrum 16062 from REPLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 61 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

Hit 6 R.Match: 915, F.Match: 915, Probability: 8.35



Spectrum 73248 from MAINLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 58 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

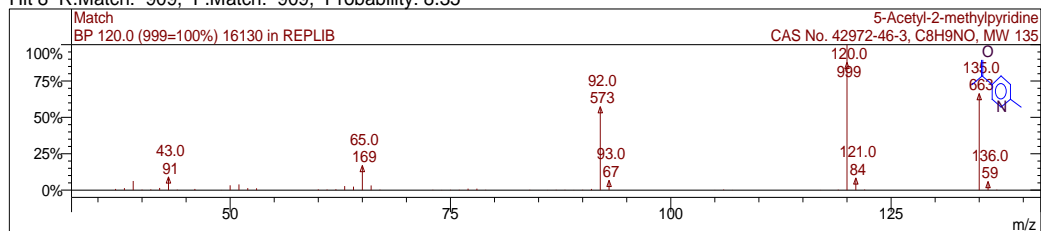
Hit 7 R.Match: 914, F.Match: 914, Probability: 8.03



Spectrum 73018 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(6-methyl-3-pyridinyl)-
Pair Count: 59 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 36357-38-7 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

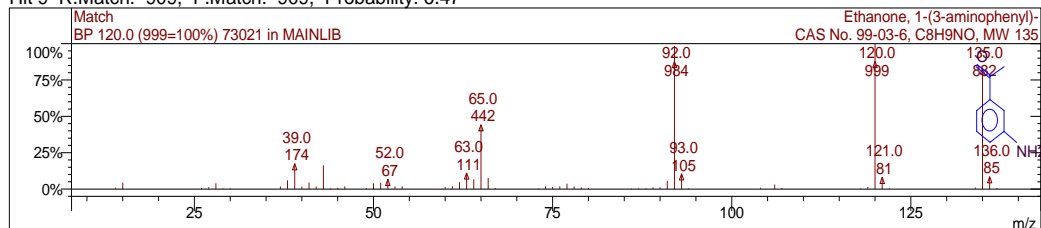
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 909, F.Match: 909, Probability: 8.35



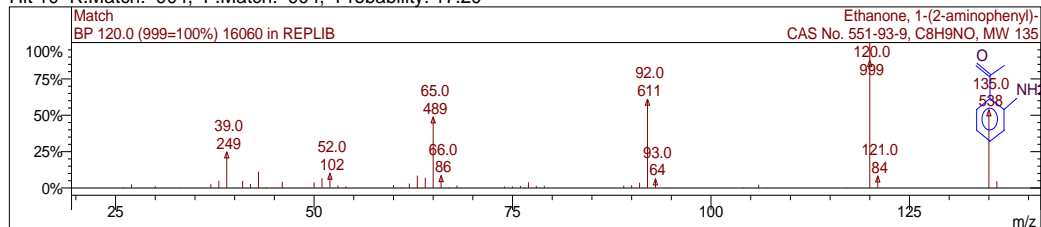
Spectrum 16130 from REPLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 54 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

Hit 9 R.Match: 909, F.Match: 909, Probability: 6.47

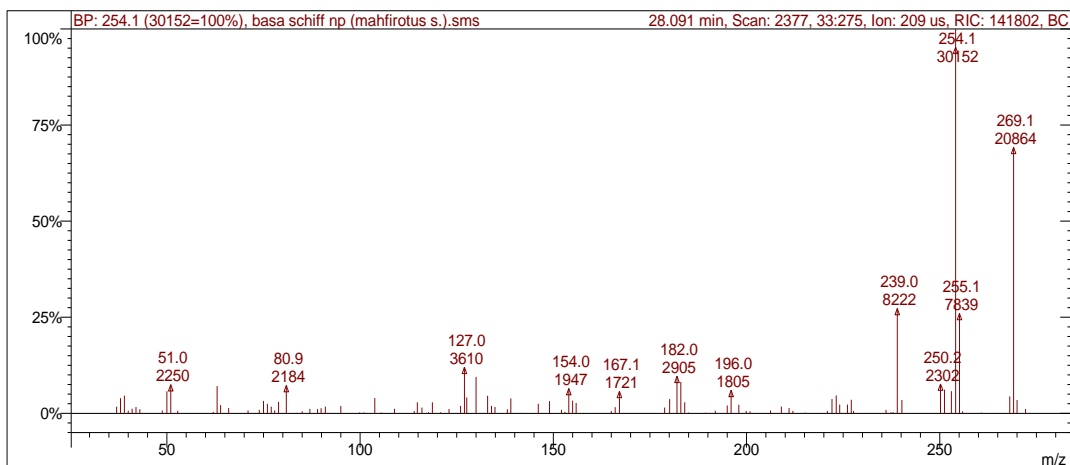


Spectrum 73021 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(3-aminophenyl)-
Pair Count: 60 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-03-6 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 10 R.Match: 904, F.Match: 904, Probability: 17.20

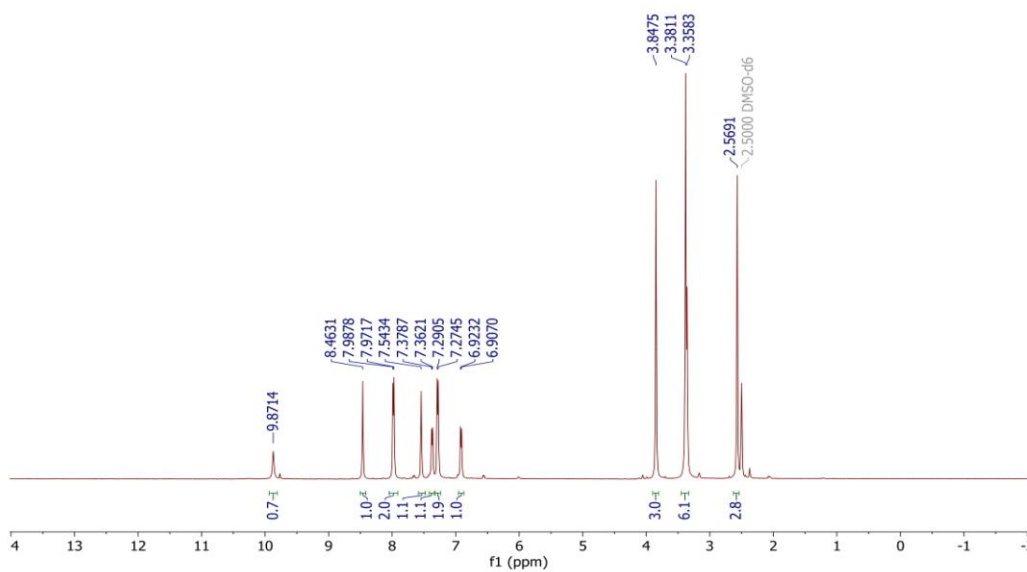


Spectrum 16060 from REPLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 57 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 25.0 - 136.0 m/z

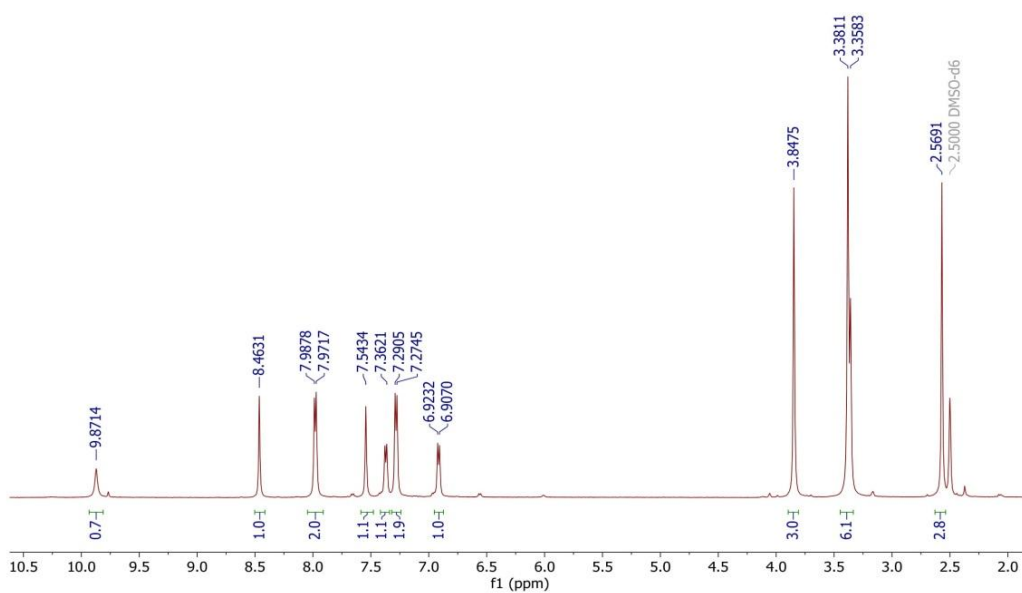


L.4.3 Hasil Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan HNMR

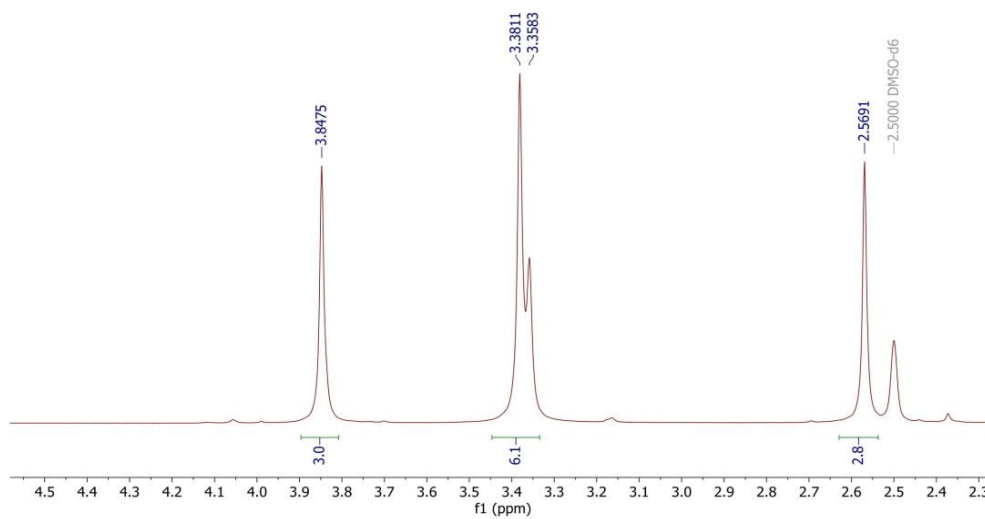
Maghfiroh-bs025_1H



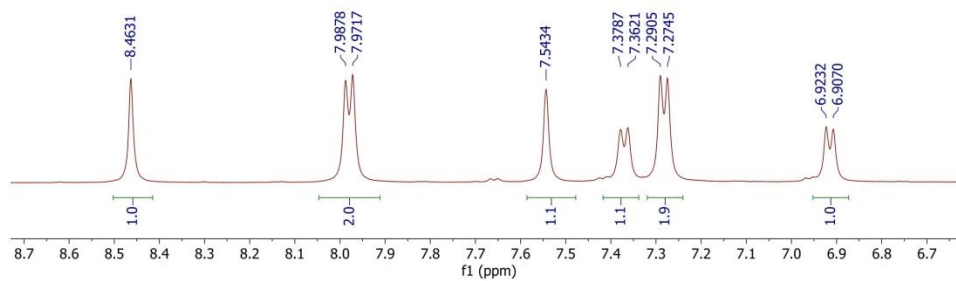
Maghfiroh-bs025_1H



Maghfiroh-bs025_1H



Maghfiroh-bs025_1H



Lampiran 5. Dokumentasi

1. Penyaringan hasil sintesis



Preparasi katalis asam jeruk lemon



Proses penimbangan reaktan



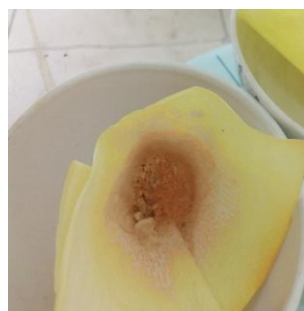
Proses pencampuran dengan katalis



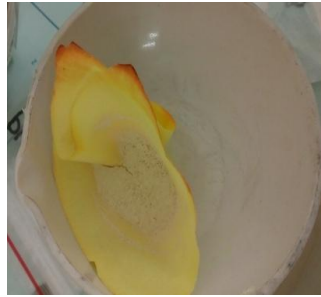
Hasil penggerusan



Proses pencucian produk menggunakan aquades



Proses pengeringan produk menggunakan desikator

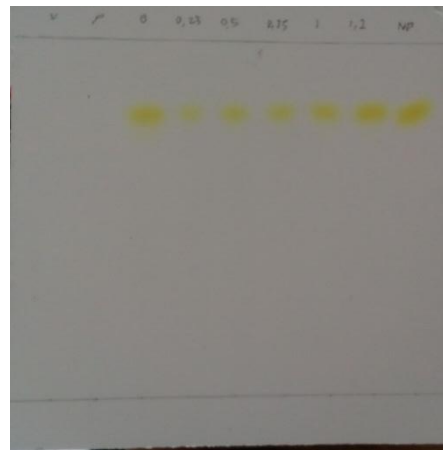


Produk hasil sintesis

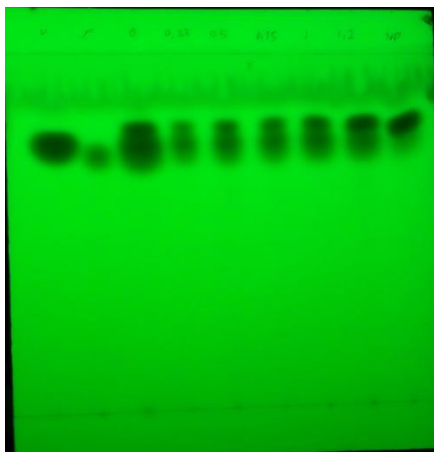
2. Kromatogram KLT



Proses elusi produk sintesis
(vanilin dan *p*-aminoasetofenon)



Plat KLT tanpa penyinaran
lampu UV 254 nm



Plat KLT dengan penyinaran lampu UV 254 nm