

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN P-ANISIDINA  
MENGGUNAKAN KATALIS ASAM ALAMI JUS LEMON  
(*Citrus limon L.*)**

**SKRIPSI**

**OLEH:  
SONIA NUR FADILLAH OCTAVIA  
NIM. 15630099**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2020**

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN P-ANISIDINA  
MENGGUNAKAN KATALIS ASAM ALAMI JUS LEMON**  
*(Citrus limon L.)*

SKRIPSI

Oleh:  
**SONIA NUR FADILLAH OCTAVIA**  
**NIM. 15630099**

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

**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI**  
**UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM**  
**MALANG**  
**2020**

SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN P-ANISIDINA  
MENGGUNAKAN KATALIS ASAM ALAMI JUS LEMON  
(*Citrus limon L.*)

SKRIPSI

Oleh:  
SONIA NUR FADILLAH OCTAVIA  
NIM. 15630099

Telah Diperiksa dan Disetujui Untuk Diuji:  
Tanggal: 4 Juni 2020

Pembimbing I

Pembimbing II

Rachmawati Ningih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 010

Mochamad Imamudin, Lc., M.A  
NIP. 19740602 200901 1 010

Mengetahui,  
Ketua Jurusan



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

SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN P-ANISIDINA  
 MENGGUNAKAN KATALIS ASAM ALAMI JUS LEMON  
(*Citrus limon L.*)

SKRIPSI

OLEH:  
SONIA NUR FADILLAH OCTAVIA  
NIM. 15630099

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Pengaji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 4 Juni 2020

Pengaji Utama : Eny Yulianti, M.Si .....  
NIP. 19760611 200501 2 006

Ketua Pengaji : Ahmad Hanapi, M.Sc .....  
NIDT. 19851225 20160801 1 069

Sekretaris Pengaji : Rachmawati Ningsih, M.Si .....  
NIP. 19810811 200801 2 010

Anggota Pengaji : Mochamad Imamudin, Lc., M.A .....  
NIP. 19740602 200901 1 010



Mengetahui,  
Ketua Jurusan

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

## **PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Sonia Nur Fadillah Octavia  
NIM : 15630099  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina Menggunakan Katalis Asam Alami Jus Lemon (*Citrus limon L.*)

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 kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 16 Juni 2020  
Yang membuat pernyataan,



Sonia Nur Fadillah Octavia  
NIM. 15630099

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan dan saya ucapkan rasa terima kasih kepada:

- ⌘ Bambang Suyitno dan Kusrini, kedua orang tua saya yang senantiasa memberikan do'a, motivasi dan dukungan, baik secara moral maupun material
- ⌘ Safaatu Nizar Arafly, adik yang telah banyak membantu hal – hal yang hingga tak terhitung jumlahnya
- ⌘ Putri Kurnia Naraswanik, Ismawati, Maghfirotul Aulia, Anggra Lucyan dan Devi Cholifatur Rosidah, teman – teman terbaik yang selalu menemani di kala senang maupun susah, bahkan saat keadaan yang tak pernah diharapkan sekalipun. Teman – teman terbaik yang selalu memberikan semangat, motivasi, dukungan, bantuan yang tak terhingga, dan masih banyak hal yang tidak dapat dituliskan satu per satu.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis sampaikan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan taufiq, hidayah, serta karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Shalawat dan salam penulis panjatkan kepada Nabi Muhammad SAW yang selalu mengembangkan ajaran Islam di muka bumi dan memikirkan keselamatan umatnya. Adapun penyusunan skripsi ini adalah salah satu syarat yang harus dipenuhi dan merupakan rangkaian dari mata kuliah di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Dalam penyusunan skripsi ini penulis menghadapi berbagai hambatan dan tantangan. Namun hal tersebut tidak mengurangi semangat penulis dalam menulis skripsi. Sehingga penulis dapat menyusun skripsi yang berjudul “Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan *p*-Anisidina Menggunakan Katalis Asam Alami Jus Lemon (*Citrus limon L.*)”.

Penyusunan skripsi ini dapat berjalan dengan lancar dikarenakan dukungan dan partisipasi dari berbagai pihak. Dengan ini, penulis sampaikan ucapan terimakasih kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen pembimbing I; Bapak Mochamad Imamudin, Lc., M.A selaku dosen pembimbing II; Bapak Ahmad

Hanapi, M.Sc selaku dosen konsultan; dan Ibu Eny Yulianti, M.Si selaku dosen penguji; yang telah memberikan pengarahan serta pembelajaran dalam proses penelitian dan penggerjaan skripsi

5. Seluruh bapak dan ibu dosen jurusan kimia, staff laboran dan administrasi jurusan kimia yang telah membantu dalam proses penelitian
6. Orang tua serta saudara yang selalu memberikan semangat, nasihat, do'a, motivasi dan dukungan dalam proses penelitian dan penggerjaan skripsi
7. Teman–teman penelitian bidang organik yang telah membantu dalam penggerjaan penelitian
8. Teman–teman Kimia C yang telah memberikan semangat, motivasi, dan menemani pembelajaran.

Sebagaimana manusia biasa, penulis menyadari bahwa skripsi yang penulis susun ini masih jauh dari kesempurnaan, mengingat terbatasnya kemampuan yang penulis miliki. Oleh karena itu, kritik, saran, serta bimbingan yang sifatnya membangun sangat penulis harapkan.

Malang, 16 Maret 2020

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>iii</b>
<b>LEMBAR ORISINALITAS .....</b>	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>xiii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xiv</b>
<b>مستخلص البحث .....</b>	<b>xv</b>

### **BAB I PENDAHULUAN**

1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Batasan Masalah .....	5
1.5 Manfaat Penelitian .....	5

### **BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

2.1 Vanilin .....	6
2.2 <i>p</i> -Anisidina .....	8
2.3 Lemon ( <i>Citrus limon L.</i> ) .....	9
2.4 Basa Schiff .....	11
2.5 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Metode Penggerusan dengan Penambahan Katalis Asam Alami .....	12
2.6 Monitoring dengan KLT .....	14
2.7 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff .....	16
2.7.1 Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan FT-IR .....	16
2.7.2 Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan GC-MS .....	18
2.7.3 Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan $^1\text{H-NMR}$ .....	22
2.8 Basa Schiff dalam Perspektif Islam .....	24

### **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	29
3.2 Alat dan Bahan .....	29
3.2.1 Alat .....	29
3.2.2 Bahan .....	29
3.3 Rancangan Penelitian .....	30
3.4 Tahapan Penelitian .....	30
3.5 Cara Kerja .....	31
3.5.1 Preparasi Katalis Asam dari Jus Lemon .....	31

3.5.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff Mol Vanilin : <i>p</i> -Anisidina .....	31
3.5.3 Monitoring dengan KLT .....	31
3.5.4 Karakterisasi Senyawa Produk .....	32
3.5.4.1 Pengamatan Fisik Senyawa Produk .....	32
3.5.4.2 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer FT-IR .....	33
3.5.4.3 Identifikasi Menggunakan GC-MS .....	33
3.5.4.4 Identifikasi Menggunakan Spektrometer $^1\text{H-NMR}$ .....	34
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-[(4-metoksifenilimino)metil]-fenol dengan Variasi Volume Katalis Asam Alami Jus Lemon ( <i>Citrus limon L.</i> ) .....	35
4.2 Monitoring dengan KLT (Kromatografi Lapis Tipis) .....	39
4.3 Karakterisasi Senyawa Produk .....	43
4.3.1 Pengamatan Fisik Senyawa Produk .....	43
4.3.2 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FT-IR .....	44
4.3.3 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan GC-MS .....	47
4.3.4 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrometer $^1\text{H-NMR}$ .....	53
4.4 Tinjauan Sintesis Basa Schiff dalam Perspektif Islam .....	56
<b>BAB V PENUTUP</b>	
5.1 Kesimpulan .....	59
5.2 Saran .....	60
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>61</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>67</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur senyawa vanilin .....	6
Gambar 2.2	Rumus struktur <i>p</i> -anisidina .....	8
Gambar 2.3	Struktur asam sitrat .....	10
Gambar 2.4	Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff (a) tahap 1 (b) tahap 2	12
Gambar 2.5	Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-[(4metoksifenilimino) metil]fenol menggunakan katalis asam .....	12
Gambar 2.6	Hasil FT-IR dari senyawa produk dan reaktan .....	17
Gambar 2.7	Kromatogram senyawa produk hasil sintesis pada volume katalis 1 mL .....	20
Gambar 2.8	Spektra massa puncak 1 .....	21
Gambar 2.9	Spektra massa puncak 2 .....	21
Gambar 2.10	Spektra $^1\text{H-NMR}$ senyawa basa Schiff <i>N,N'ethylenebis (salicylicdene)-1,2-diaminoethane</i> .....	23
Gambar 4.1	Jus buah lemon (a) sebelum diencerkan dan (b) sesudah diencerkan .....	36
Gambar 4.2	Hasil penggerusan dari variasi katalis 1 mL .....	37
Gambar 4.3	(a) tahap adisi dan (b) tahap eliminasi .....	38
Gambar 4.4	Hasil KLT tanpa penyinaran sinar UV .....	41
Gambar 4.5	Spot hasil KLT yang disinari UV pada panjang gelombang (a) 254 nm dan (b) 366 nm .....	41
Gambar 4.6	Hasil spektra FT-IR reaktan dan produk .....	45
Gambar 4.7	Hasil kromatogram senyawa basa Schiff dengan variasi volume katalis 2 mL .....	48
Gambar 4.8	Hasil spektra massa (a) puncak pertama, (b) puncak kedua, dan (c) puncak ketiga .....	50
Gambar 4.9	Pola fragmentasi <i>p</i> -anisidina .....	50
Gambar 4.10	Pola fragmentasi vanilin .....	51
Gambar 4.11	Pola fragmentasi produk basa Schiff .....	52
Gambar 4.12	Hasil spektra $^1\text{H-NMR}$ produk basa Schiff variasi volume katalis 2 mL .....	53

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 Beberapa kandungan asam organik dalam 100 gram buah lemon .....	11
Tabel 2.2 Hasil karakterisasi produk menggunakan $^1\text{H-NMR}$ .....	24
Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik senyawa produk .....	43
Tabel 4.2 Hasil FT-IR pada produk basa Schiff .....	46
Tabel 4.3 Hasil $^1\text{H-NMR}$ produk variasi volume katalis 2 mL .....	54



## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1. Diagram Alir .....	67
Lampiran 2. Perhitungan .....	73
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi .....	79
Lampiran 4. Dokumentasi .....	100



## ABSTRAK

Octavia, S. N. F. 2020. **Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina Menggunakan Katalis Asam Alami Jus Lemon (*Citrus limon L.*). Skripsi.** Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Pembimbing II: Mochamad Imamudin, Lc., M.A; Konsultan: Ahmad Hanapi, M.Sc.

**Kata kunci :** vanilin, *p*-anisidina, lemon, basa Schiff, *green synthesis*

Basa Schiff merupakan senyawa organik yang dibentuk dari reaksi aldehida yakni vanilin dengan amina primer yakni *p*-anisidina. Senyawa basa Schiff ini dapat disintesis menggunakan metode *green synthesis* dengan penambahan katalis asam alami, salah satunya adalah jus lemon (*Citrus limon L.*). Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui volume katalis jus lemon yang menghasilkan rendemen terbesar pada pembentukan senyawa basa Schiff dan untuk mengetahui hasil karakterisasinya. Vanilin dan *p*-anisidina direaksikan dengan perbandingan mol (1:1) dan variasi volume katalis asam dari jus lemon yakni 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 mL. Campuran yang terbentuk dilakukan penggerusan pada suhu ruang selama 10 menit. Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi dengan pengamatan fisik, monitoring dengan KLT, spektrofotometer FT-IR, GC-MS, dan <sup>1</sup>H-NMR.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa basa Schiff memiliki sifat fisik yakni berwarna hijau keabuan dengan titik leleh sebesar 130-132 °C pada produk dengan volume katalis 2 mL. Rendemen terbesar yang diperoleh pada volume katalis 2 mL yakni sebesar 96,89 %. Hasil KLT menunjukkan masing-masing produk dan reaktan menghasilkan 1 spot berwarna abu-abu sampai hitam ( $\lambda$  254 nm) serta berwarna kuning pada produk, abu-abu pada reaktan vanilin, dan coklat kehitaman pada reaktan *p*-anisidina ( $\lambda$  366 nm), dengan nilai R<sub>f</sub> sebesar 0,79875-0,83625 pada produk, 0,78125 pada vanilin, dan 0,75 pada *p*-anisidina. Hasil karakterisasi menggunakan FT-IR menunjukkan serapan khas gugus C=N pada bilangan gelombang 1624,71-1622,75 cm<sup>-1</sup>. Hasil karakterisasi menggunakan GC-MS pada produk dengan rendemen terbesar menunjukkan senyawa basa Schiff yang muncul pada waktu retensi 26,742 menit dengan m/z sebesar 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target 2-metoksi-4-[(4-metoksifenilimino)-metil]-fenol. Hasil karakterisasi menggunakan <sup>1</sup>H-NMR menunjukkan interferensi gugus C=N pada pergeseran kimia 8,3646 ppm (1H, s).

## ABSTRACT

Octavia, S. N. F. 2020. **Synthesis of Schiff Base Compounds from Vanillin and *p*-Anisidine Using Natural Acid Catalyst From Lemon Juice (*Citrus limon L.*). Thesis.** Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University of Malang. Adviser I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Adviser II: Mochamad Imamudin, Lc, M.A; Consultant: Ahmad Hanapi, M.Sc

---

**Keywords :** vanillin, *p*-anisidine, lemon, Schiff base, green synthesis

The Schiff base is an organic compound formed from the reaction of aldehyde, vanillin with the primary amine, *p*-anisidine. These Schiff base compounds can be synthesized using the green synthesis method by adding natural acid catalysts, one of them is lemon juice (*Citrus limon L.*). This research was conducted to determine the volume of the lemon juice catalyst that produced the biggest yield in the formation of Schiff base compounds and to determine the results of their characterization. Vanillin and *p*-anisidine are reacted with a mole ratio (1:1) and the variation of the volume of acid catalyst from lemon juice is 0; 0.5; 1; 1.5; and 2 mL. The mixture formed is grinding at room temperature for 10 minutes. The synthesized compounds were characterized by physical observations, monitoring with TLC, FT-IR spectrophotometer, GC-MS, and <sup>1</sup>H-NMR.

The results showed that the Schiff base compound has physical properties that are grayish green with a melting point of 130-132 °C in products with a catalyst volume of 2 mL. The biggest yield obtained in the catalyst volume is 2 mL which is 96.82 %. TLC results showed that each product and reactant produced 1 spot in gray to black ( $\lambda$  254 nm) and yellow in product, gray in vanillin reactant, and blackish brown in *p*-anisidine reactant ( $\lambda$  366 nm), with R<sub>f</sub> value of 0.79875-0.83625 in the product, 0.78125 in vanillin, and 0.75 in *p*-anisidine. The results of the characterization using FT-IR showed the typical absorption of the group C=N at the wave number 1624.71-1622.75 cm<sup>-1</sup>. The characterization results using GC-MS on the highest yield products showed the Schiff base compound which appeared at the retention time of 26.742 minutes with m/z of 257 which corresponded to the molecular weight of the target compound 2-methoxy-4-[(4-methoxyphenylimino)methyl]-phenol. The results of characterization using <sup>1</sup>H-NMR showed C=N group interference at a chemical shift of 8.3646 ppm (1H, s).

## مستخلص البحث

أوكتافيا، س. ن. ف. 2020. تركيب مركبات شيف قاعدة من فانيلين و *p*-الأنسيدينا باستخدام محفز حمض طبيعي من عصير الليمون (الحمضيات ليمون L.). تقرير البحث. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: رحموي نينغسيه، الماجستير؛ المشرف الثاني: محمد إمام الدين، الماجستير؛ المستشار: أحمد حنفي، الماجستير.

**الكلمات الرئيسية:** الفانيلين، *p*-الأنسيدينا، الليمون، قاعدة شيف، توليف الأخضر

قلوية شيف هو مركب عضوي تشكلت من رد فعل ألدهيد من الفانيلين مع الأمين الرئيسي *p*-الأنسيدينا. يمكن توليف هذا المركب قاعدة شيف باستخدام طريقة التوليف الأخضر مع إضافة محفز حمض طبيعي، واحد منها هو عصير الليمون (الحمضيات ليمون L.). وقد أجري هذا البحث لمعرفة حجم عصير الليمون المحفز الذي أنتج أعلى العائد على تشكيل جمع قاعدة شيف ومعرفة نتائج توصيفاتها. يتم رد فعل فانيلين و *p*-الأنسيدينا مع مقارنة الشامات (1:1) والاختلاف في حجم محفز حمض عصير الليمون هو 0; 0,5; 1؛ 1,5؛ 2 مل. الخليط شكلت نفذت طحن في درجة حرارة الغرفة لمدة 10 دقائق. تميز نتائج المركب باللاحظة الفيزيائية ، والمراقبة مع KLT ، مقاييس الطيف الضوئي GC-MS ، FT-IR ،  $^1\text{H-NMR}$  .

وأظهرت النتائج أن جمع قاعدة شيف له خصائص فيزيائية لأخضر ملون مع نقطة انصهار من 130-132 درجة مئوية في المنتج مع حجم محفز 2 مل. أكبر عائد تم الحصول عليه بحجم محفز 2 مل هو 96,89٪. تشير نتائج KLT إلى أن كل منتج والمواد المتفاعلة تنتج 1 بقعة رمادية اللون إلى الأسود (254 نانومتر) والأصفر على المنتج، رمادي في المواد الاستجابة الفانيليا، والبني البني في *p*-الأنسيدينا(366 نانومتر) المتفاعلات، مع قيمة Rf من 0,79875-0,83625 على المنتج، 0,78125 على الفانيلين، و 0,75 في *p*-الأنسيدينا. تشير نتيجة التوصيف باستخدام FT-IR إلى الامتصاص النموذجي لمجموعة C=N على الطول الموجي 1624,71-1622,75 سم<sup>-1</sup>. تشير نتائج التوصيف باستخدام GC-MS على منتج بأعلى عائد إلى مركب شيف الأساسي الذي يظهر في وقت الاحتفاظ 26,742 دقيقة مع m/z من 257 والذي يتوافق مع الوزن الجزيئي للمركب المستهدف 2-[4-(ميتوكسيفينيليمينو)-4-ميثيل]فينول. وأظهرت نتائج التوصيف باستخدام  $^1\text{H-NMR}$  تداخل مجموعة C=N في تحول كيميائي قدره 8,3646 جزء في المليون (δ,  $\text{H}_1$ ).

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Basa Schiff merupakan senyawa organik dengan ciri khas imina ( $R-CH=N-$ ). Senyawa tersebut dapat dibentuk dari amina primer ( $R-NH_2$ ) yang direaksikan dengan aldehida ( $R-CH=O$ ) menggunakan katalis asam, dimana reaksi yang terjadi yakni reaksi reversibel dengan terbentuk intermediet karbinolamin (Collinson dkk., 1996). Beberapa penelitian menjelaskan bahwa senyawa basa Schiff dapat digunakan sebagai antimikroba (Sharma dkk., 2013), antiinflamasi (Sahoo, dkk., 2014), antikanker (Gwaram dan Pouya, 2014), inhibitor korosi (Sinulingga, 2013), toksisitas (Mighfar, 2017), dan antioksidan (Kumar dkk., 2014).

Salah satu senyawa aldehida alami yang cukup melimpah di Indonesia adalah vanilin. Vanilin merupakan senyawa organik yang memiliki rumus molekul  $C_8H_8O_3$ . Berdasarkan struktur kimianya, vanilin adalah senyawa fenolik tersubstitusi yang memiliki gugus metoksi yang terletak pada posisi orto, dan gugus aldehida pada posisi para. Gugus-gugus yang terikat tersebut dapat membentuk ikatan hidrogen intramolekul maupun antarmolekul. Dari gugus-gugus tersebut, gugus yang paling reaktif yakni aldehida, karena dalam gugus ini terdapat ikatan  $C=O$  yang dapat dikenai adisi oleh nukleofil. Gugus aldehida dapat bereaksi dengan amina primer yang berperan sebagai nukleofil dengan membentuk ikatan  $C=N$  melalui reaksi adisi pembentukan imina (Zarei dan Jarrahpour, 2011). Sebagaimana senyawa aldehida yang lain, vanilin juga dapat

dijadikan reaktan pada sintesis basa Schiff. Misalnya vanilin direaksikan dengan suatu amina aromatik primer seperti *p*-anisidina menghasilkan rendemen sebesar 94,67% (Khasanudin, 2018).

Dalam mensintesis senyawa basa Schiff, para peneliti terdahulu banyak menggunakan metode konvensional yakni menggunakan refluks dengan penambahan katalis asam seperti asam asetat serta menggunakan pelarut seperti etanol (Hussain dkk., 2014). Seperti halnya pada penelitian yang telah dilakukan oleh Purwono (2013), bahwa penggunaan metode refluks pada sintesis basa Schiff dari vanilin yang direaksikan dengan anilina dengan menggunakan pelarut etanol menghasilkan rendemen sebesar 82,17%. Dalam hal ini, metode refluks membutuhkan waktu reaksi yang cukup lama dan memerlukan pelarut yang cukup banyak. Selain itu, penggunaan pelarut organik dan katalis asam dapat menambah penggunaan bahan kimia dimana akan menghasilkan semakin banyaknya limbah kimia. Sintesis menggunakan metode konvensional ini juga dapat membahayakan manusia dan lingkungan.

Akhir–akhir ini, telah banyak peneliti yang mengembangkan metode *green synthesis* untuk sintesis suatu senyawa. Metode *green synthesis* ini merupakan metode sintesis yang lebih ramah bagi lingkungan dan manusia. Metode ini dapat mengurangi terbentuknya limbah kimia karena beberapa diantaranya tidak menggunakan pelarut atau mengganti pelarut kimia dengan pelarut air dan mengganti katalis kimia dengan katalis alami. Seperti pada penelitian yang telah dilakukan oleh Khasanudin (2018) mengenai sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menghasilkan rendemen sebesar 94,67%. Penelitian tersebut dilakukan dengan waktu reaksi 10 menit. Beberapa peneliti lain seperti

Yadav dan Jyoti (2013) telah melakukan penelitian tentang sintesis basa Schiff N-benzilidena anilina dengan penambahan katalis jus lemon menghasilkan rendemen 88,13%.

Salah satu buah yang dapat digunakan sebagai katalis alami dalam sintesis basa Schiff adalah buah lemon. Buah lemon (*Citrus limon L.*) merupakan salah satu buah yang memiliki banyak manfaat. Buah yang berbentuk bulat sedikit lonjong ini akan berwarna kuning pada bagian kulitnya ketika sudah matang serta memiliki rasa yang masam. Rasa masam pada buah lemon ini disebabkan oleh adanya kandungan asam sitrat yakni sebesar 48,6 g dalam 100 g buah lemon (Nizhar, 2012). Menurut Nizhar (2012), buah lemon juga mengandung asam karboksilat sebesar 53 mg dalam 100 g buah lemon.

Allah SWT telah berfirman pada Surat Al-A'raf ayat 56, yakni sebagai berikut.

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

٥٦

*“Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi setelah ( diciptakan) dengan baik. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang yang berbuat kebaikan.”*

Pada ayat tersebut telah dijelaskan bahwa Allah SWT melarang untuk berbuat kerusakan. Dalam hal ini, terdapat kata **وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ** yang menurut Tafsir Jalalain memiliki arti “dan janganlah kamu berbuat kerusakan di muka bumi”. Untuk itu, Allah SWT menyarankan agar berbuat kebaikan untuk mendapatkan rahmat-Nya. Perbuatan yang baik yang perlu dilakukan adalah kita harus memikirkan suatu metode dalam melakukan suatu penelitian yang tidak merusak lingkungan, dalam artian kita harus melakukan penelitian yang bersifat

ramah lingkungan (*Green Chemistry*). Apabila kita melakukan penelitian yang bersifat ramah lingkungan, hal ini diharapkan dapat mengurangi limbah kimia yang dapat merusak lingkungan.

Berdasarkan beberapa uraian diatas, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menggunakan katalis asam jus buah lemon (*Citrus limon L.*), yang sejauh pengetahuan penulis belum pernah dilakukan oleh peneliti lain. Produk basa Schiff yang dihasilkan akan dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR, GC-MS, dan <sup>1</sup>H-NMR.

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa volume katalis asam jus buah lemon (*Citrus limon L.*) yang pada reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menghasilkan rendemen terbesar?
2. Bagaimana karakter produk hasil sintesis senyawa basa schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menggunakan katalis asam jus buah lemon (*Citrus limon L.*)?

## 1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui volume katalis asam jus buah lemon (*Citrus limon L.*) yang pada reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menghasilkan rendemen terbesar.
2. Untuk mengetahui karakter produk hasil sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menggunakan katalis asam jus buah lemon (*Citrus limon L.*).

#### **1.4 Batasan Penelitian**

1. Metode *green synthesis* yang digunakan yakni menggunakan katalis asam dari jus buah lemon (*Citrus limon L.*) yang diperoleh di beberapa supermarket yang berada di kota Malang.
2. Perbandingan mol vanilin dan *p*-anisidina yakni 1 : 1.
3. Volume jus buah lemon (*Citrus limon L.*) yang digunakan yakni dengan variasi 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 mL.
4. Karakterisasi senyawa vanilin dan *p*-anisidina adalah menggunakan instrumentasi FT-IR, GC-MS, dan  $^1\text{H-NMR}$ .

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

1. Dapat memberikan informasi ilmiah tentang metode *green synthesis* senyawa vanilin dan *p*-anisidina menggunakan katalis asam dari jus buah lemon (*Citrus limon L.*).
2. Dapat memberikan informasi tentang karakterisasi hasil sintesis dari senyawa basa Schiff.

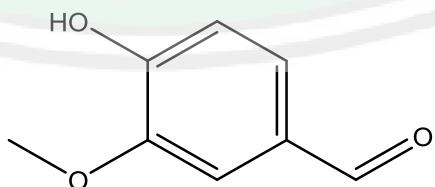
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.8 Vanilin

Vanilin merupakan senyawa organik yang terkandung dalam tanaman vanili (*Vanili planifolia*). Senyawa dengan rumus molekul  $C_8H_8O_3$  ini memiliki nama lain 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida. Senyawa yang berbentuk kristal berwarna putih hingga sedikit kuning ini memiliki aroma dan rasa vanilla yang khas. Senyawa vanilin memiliki berat molekul sebesar 152,15 g/mol, dengan titik didih dan titik leleh masing-masing sebesar 285 °C dan 80 °C, serta nilai  $pK_a$  sebesar 7,781 (Kumar dkk., 2012).

Senyawa yang dalam bentuk larutan memiliki pH asam dan bereaksi asam terhadap kertas laksam ini bersifat mudah larut dalam etanol, kloroform, eter, dan larutan alkali hidroksida tertentu serta larut dalam gliserin dan air panas (Science Lab, 2013). Selain itu, senyawa ini memiliki nilai kelarutan dalam air sebesar 11 g/L pada suhu 25 °C dan densitas sebesar 1,056 g/cm<sup>3</sup> (Mulyono, 2005). Adapun struktur dari senyawa ini ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur senyawa vanilin

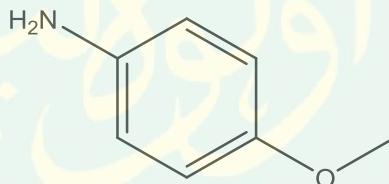
Berdasarkan Gambar 2.1, dapat diketahui bahwa vanilin tergolong ke dalam senyawa aldehida yang mempunyai gugus hidroksi ( $-OH$ ) pada posisi para dan gugus metoksi ( $O-CH_3$ ) pada posisi meta dari gugus aldehida, serta gugus benzena yang merupakan cincin aromatik yang mengikat ketiga gugus tersebut. Dalam hal ini, gugus aldehida, hidroksi, dan metoksi termasuk dalam gugus hidrofilik, sedangkan gugus benzena termasuk ke dalam gugus hidrofobik. Di samping itu, vanilin memiliki karakteristik terhadap absorpsi infra merah berupa serapan tajam gugus  $C=O$  pada bilangan gelombang  $1715-1660\text{ cm}^{-1}$  (Field dkk., 2007).

Selain itu, vanilin merupakan senyawa fenol yang memiliki gugus aldehid, namun tidak memiliki atom  $H_\alpha$ . Hal ini menyebabkan vanilin memerlukan senyawa keton atau aldehida lain yang memiliki  $H_\alpha$  untuk membentuk senyawa baru (Azizah dkk., 2015). Dengan adanya gugus aldehida, vanilin mampu bereaksi dengan senyawa lain. Adanya reaksi akibat gugus aldehida yang dimiliki oleh vanilin ini disebabkan oleh gugus aldehida yang tersusun dari atom karbonil dan oksigen, dimana atom karbonil ini memiliki muatan parsial positif ( $\delta^+$ ) dan atom oksigen memiliki muatan parsial negatif ( $\delta^-$ ) (Stanley dkk., 1998).

Perbedaan muatan parsial tersebut diakibatkan karena atom karbon dan oksigen yang berbeda kellektronegatifannya. Hal ini menimbulkan kerapatan elektron dari atom karbon (C) akan tertarik menuju atom oksigen (O), dimana kemudian atom C akan kekurangan elektron dan berperan sebagai elektrofil ini akan bereaksi dengan atom yang berperan sebagai nukleofil. Menurut Zarei dan Jarrahpour (2011), gugus aldehida pada vanilin ini dapat bereaksi dengan amina primer dengan membentuk ikatan  $C=N$  melalui reaksi adisi-eliminasi.

## 2.9 *p*-Anisidina

*p*-Anisidina merupakan senyawa organik yang memiliki rumus molekul C<sub>7</sub>H<sub>9</sub>NO. Senyawa dengan IUPAC 4-metoksianilina ini memiliki titik didih sebesar 243 °C dan titik lebur sebesar 57,2 °C (Lide, 2007). Senyawa yang memiliki densitas 1,071 g/cm<sup>3</sup> pada 57 °C ini memiliki aroma atau bau seperti amina (Lide, 2007 dan NIOSH, 2005). Massa molar senyawa *p*-anisidina ini sebesar 123,16 g/mol. Senyawa ini berbentuk padatan berwarna putih yang larut dalam aseton dan benzena, serta sangat larut dalam eter dan etanol (Lide, 2007). Menurut Verschueren (2001), *p*-anisidina memiliki nilai kelarutan dalam air sebesar 2,1 × 10<sup>4</sup> mg/L pada 20 °C. Selain itu, senyawa *p*-anisidina ini memiliki nilai pKa sebesar 5,29 (Sykes, 1989). Adapun rumus struktur dari senyawa ini yakni ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Rumus struktur *p*-anisidina

Gambar 2.2 menunjukkan bahwa *p*-anisidina tersusun dari gugus amina (-NH<sub>2</sub>), gugus metoksi (O-CH<sub>3</sub>), dan gugus benzena yang mengikat kedua gugus tersebut dalam posisi para. Dalam hal ini, gugus amina yang terikat merupakan kelompok amina primer. Amina primer ini memiliki ikatan hidrogen (N-H) yang lebih lemah daripada ikatan hidrogen antara atom O dengan H (O-H). Hal ini diakibatkan karena keelektronegatifan yang dimiliki atom N lebih kecil daripada

atom O. Oleh karena itu, ikatan H antara atom N dengan atom H adalah kurang polar. Di sisi lain, amina primer ini memiliki karakteristik terhadap absorpsi infra merah. Amina primer memiliki 2 tipe absorpsi, yakni uluran N–H (cairan murni) dan uluran C–N, dimana masing–masing uluran ini menghasilkan bilangan gelombang  $3250\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$  (2 peak) dan  $1020\text{--}1250\text{ cm}^{-1}$  (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Dalam Gambar 2.2 juga terdapat gugus metoksi, dimana gugus metoksi ( $\text{O}-\text{CH}_3$ ) ini dapat digunakan untuk meningkatkan kebasaan dan kereaktifan cincin aromatik dengan cara mendonorkan elektronnya. Menurut Fessenden dan Fessenden (1982), senyawa *p*-anisidina memiliki gugus amina primer ( $\text{R}-\text{NH}_2$ ) yang dapat digunakan sebagai nukleofil, dimana nukleofil ini akan menyerang senyawa elektrofil yang salah satunya yakni vanilin.

## 2.10 Lemon (*Citrus limon L.*)

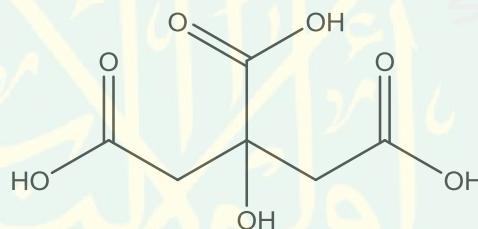
Buah lemon (*Citrus limon L.*) merupakan buah yang banyak terdapat di Indonesia. Lemon (*Citrus limon L.*) ini memiliki ciri–ciri yakni pada kulit buah yang berwarna kuning ketika sudah matang dengan tebalnya sekitar  $0,5\text{--}0,7\text{ cm}$ . Permukaan bagian kulitnya mengkilap dan rata. Buahnya berbentuk bulat sedikit lonjong dengan ukuran  $5\text{--}8\text{ cm}$  serta terdapat bagian yang meruncing pada ujung sisi atas dan bawahnya. Daging buah lemon ini dibungkus oleh kulit tipis yang didalamnya berisi air sari.

Dalam taksonomi tumbuhan, buah lemon diklasifikasikan sebagai berikut (Rukmana, 2001) :

Kingdom	: Plantae
Divisio	: Spermatophyta

Classis	: Dicotyledonae
Ordo	: Rutales
Suku	: Rutaceae
Genus	: Citrus
Spesies	: <i>Citrus limon L.</i>

Air sari yang terdapat pada daging buah lemon ini mengandung asam sitrat. Kandungan asam sitrat tersebut menyebabkan adanya rasa masam yang khas pada buah ini ketika masih muda maupun saat sudah matang. Menurut Nizhar (2012), asam sitrat yang terkandung dalam 100 gram sari buah lemon yakni sebesar 48,6 gram. Adapun struktur senyawa dari asam sitrat yakni dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur asam sitrat

Struktur asam sitrat pada Gambar 2.3 diketahui bahwa asam sitrat memiliki 3 gugus karboksil ( $\text{COOH}$ ) yang dapat melepaskan proton ( $\text{H}^+$ ) sehingga menghasilkan keasaman pada buah lemon. Selain asam sitrat, buah ini juga mengandung asam askorbat dan asam karboksilat. Menurut Kumar dkk. (2013), kandungan asam askorbat atau yang biasa disebut sebagai vitamin C ini yakni sebesar 0,04048 gram dalam 100 gram buah lemon. Sedangkan kandungan asam karboksilat dalam 100 gram buah lemon menurut Nizhar (2012) yakni sebesar 0,053 gram dalam 100 gram buah lemon. Selain itu, buah lemon mengandung

total fenolik sebesar 0,76 g/L (Rekha dkk., 2012). Adapun kandungan asam organik yang lain dalam buah lemon tercantum dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Beberapa kandungan asam organik dalam 100 gram buah lemon

Kandungan Asam Organik	Jumlah (gram)
Asam Malat	0,098
Asam Laktat	0,132
Asam Tartarat	0,007
Asam Oksalat	0,008

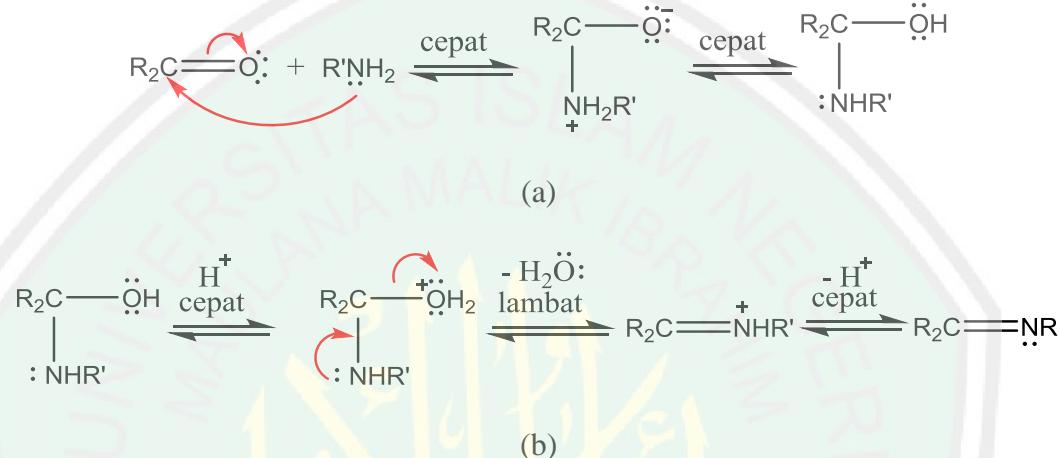
Sumber : Konravi dan Nahid (2015)

Beberapa jenis asam organik pada Tabel 2.1 menyatakan bahwa dalam di dalam buah lemon tidak hanya mengandung asam sitrat, asam askorbat, dan asam karboksilat. Beberapa asam organik seperti asam malat, asam laktat, asam tartarat, dan asam oksalat juga terdapat dalam buah lemon. Selain itu, menurut Bermejo dan Antonio (2012), buah lemon juga mengandung 0,51 g/L (dalam bentuk jus) asam suksinat. Asam–asam tersebut menyebabkan buah lemon memiliki pH sebesar 2,43 (Karadeniz, 2003).

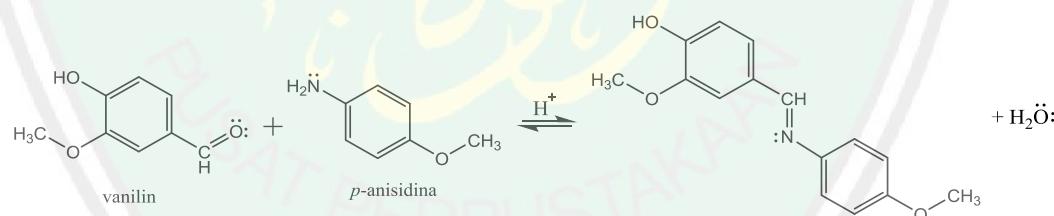
## 2.11 Basa Schiff

Basa Schiff merupakan suatu senyawa hasil proses kondensasi dari reaksi antara amina primer ( $\text{NH}_2$ ) dengan karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ), dimana senyawa ini ditemukan pertama kali pada tahun 1864 oleh Hugo Schiff, seorang kimiawan Jerman. Senyawa yang memiliki nama lain anil, imina, dan azometin ini memiliki ciri khas yakni gugus imina ( $\text{C}=\text{N}$ ) (Ashraf dkk., 2011). Senyawa terstabilkan yang terbentuk dari reaksi adisi-eliminasi ini dihasilkan dari reaksi antara aldehida

aromatik dengan aril amina yang pada umumnya dikatalisis oleh suatu asam (Fessenden dan Fessenden, 1982). Reaksi umum pembentukan basa Schiff ditunjukkan pada Gambar 2.4. Reaksi antara vanilin dengan *p*-anisidina ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.4 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff (a) tahap 1 (b) tahap 2  
(Fessenden dan Fessenden, 1982)



Gambar 2.5 Reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-[(4metoksifenilimino)-metil] fenol menggunakan katalis asam (Khasanudin, 2018)

## 2.12 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Metode Penggerusan dengan Penambahan Katalis Asam Alami

Senyawa basa Schiff dapat dibentuk dari beberapa metode, salah satu diantaranya yakni menggunakan metode *green synthesis*. Metode ini merupakan

metode yang menggunakan proses dalam pembentukan molekul, dimana bahan yang digunakan adalah bahan yang tidak membahayakan peneliti maupun lingkungan, dengan kata lain menggunakan bahan yang ramah lingkungan. Selain itu, metode yang murah, cepat, dan aman ini digunakan untuk mengurangi terbentuknya limbah (Himaja dkk., 2011) dan rendemen yang dihasilkan relatif besar (Bendale dkk., 2011).

Penggunaan katalis asam alami juga merupakan salah satu metode *green synthesis* yang juga telah banyak dilakukan oleh para ilmuwan kimia. Katalis asam alami ini diperoleh dari ekstrak buah–buahan. Salah satu diantaranya yakni Khasanudin (2018) yang telah melakukan sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina dengan menggunakan metode penggerusan selama 10 menit dan penambahan katalis alami jus jeruk nipis, dimana menghasilkan rendemen sebesar 94,67% dari penambahan 1 mL katalis jus jeruk nipis. Selain itu, Hanapi (2017) dan Maila (2016) juga melakukan sintesis senyawa basa Schiff dengan menggunakan metode penggerusan selama 10 menit dan penambahan katalis jus jeruk nipis pula, tetapi sintesis yang dilakukan oleh Hanapi (2017) yakni dari vanilin dan anilin yang menghasilkan rendemen sebesar 95,35 %, sedangkan Maila (2016) melakukan sintesis dari vanilin dan *p*-toluidin yang menghasilkan rendemen sebesar 84,4%.

Beberapa peneliti lain seperti Niralwad dan Ishwar (2015), Wahab dkk. (2014), Pal dkk. (2013), serta Yadav dan Jyoti (2013) juga telah melakukan sintesis basa Schiff, namun katalis asam alami yang digunakan yakni jus lemon. Niralwad dan Ishwar (2015) telah melakukan sintesis basa Schiff dari benzaldehid, dimedon, dan urea menggunakan metode *microwave irradiation*

selama 12 menit, dimana menghasilkan rendemen sebesar 95 %. Wahab dkk. (2014) telah melakukan sintesis basa Schiff dari urea dan benzaldehid menggunakan metode pengadukan selama 35 menit, dimana menghasilkan rendemen sebesar 89 %. Pal dkk. (2013) juga telah melakukan sintesis basa Schiff dari *indole* dan aldehid dengan pelarut air, dimana menggunakan 2 metode dengan 2 variasi yang berbeda, yakni dilakukan *stirrer* selama 6 jam dan pada suhu 35 °C yang menghasilkan rendemen sebesar 82 % pada variasi 1. Sedangkan pada variasi 2 dilakukan *stirrer* selama 2 jam dan pada suhu 80 °C menghasilkan rendemen sebesar 95 %. Selain itu, Yadav dan Jyoti (2013) juga telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari anilin dan benzaldehid yang menghasilkan rendemen sebesar 88,13 %.

### 2.13 Monitoring dengan KLT

Kromatografi merupakan suatu metode pemisahan yang didasarkan pada partisi sampel diantara fase diam dan fase gerak (Putra, 2004). Kromatografi dapat diklasifikasikan menjadi beberapa jenis, salah satunya yakni kromatografi lapis tipis atau yang biasa disingkat KLT. Kromatografi lapis tipis yaitu proses pemisahan suatu senyawa yang didalamnya terjadi elusi atau perpindahan analit dari fase diam yang dipengaruhi oleh fase gerak. Dalam hal ini, fase diam yang digunakan yakni berupa suatu lapisan penyerap misalnya silika gel, alumunium oksida, atau lainnya pada permukaan bidang datar yang didasari oleh lempeng kaca, plat alumunium, ataupun plat plastik. Sedangkan fase gerak yang digunakan berupa campuran pelarut yang disesuaikan dengan sifat senyawa yang akan dipisahkan (Zaki, 2013).

Metode pemisahan menggunakan kromatografi lapis tipis ini memiliki beberapa kelebihan. Metode ini lebih mudah dalam pelaksanaannya, biaya yang diperlukan lebih sedikit, serta peralatan yang digunakan lebih sederhana (Zaki, 2013). Selain itu, menurut Pudjaatmaka (1994), kromatografi lapis tipis ini memiliki tingkat ketajaman pemisahan yang lebih besar serta kepekaan yang lebih tinggi daripada kromatografi kertas.

Kromatografi lapis tipis ini memiliki beberapa proses dalam memisahkan suatu senyawa. Adapun proses-prosesnya yakni penotolan sampel, pengembangan, deteksi bercak atau noda, dan identifikasi senyawa. Penotolan sampel larutan dilakukan menggunakan pipa kapiler pada sekitar batas bawah lempeng dan dibiarkan kering diudara (Pudjaatmaka, 1994). Hasil totolan sampel akan mengalami pengembangan akibat pelarut pengembang yang naik pada fasa diam. Proses pengembangan ini menghasilkan bercak yang tidak berwarna. Adanya bercak ini menjadikan sampel dapat diidentifikasi pemisahan senyawanya melalui nilai Rf yang dihasilkan, dimana untuk mengetahui nilai Rf dapat dihitung menggunakan Persamaan 2.1.

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

Nilai Rf produk yang dihasilkan dari perhitungan pada Persamaan 2.1 diatas dibandingkan dengan nilai Rf pada reaktan. Nilai Rf dari senyawa vanilin menurut Khasanudin (2018) adalah sebesar 0,74 dan *p*-anisidina sebesar 0,76. Sedangkan menurut Adawiyah (2017), vanilin memiliki nilai Rf sebesar 0,77 dan *p*-anisidina sebesar 0,82. Selain itu, nilai Rf dari produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menurut Khasanudin (2018) pada variasi

volume katalis 0; 0,25; 0,5; dan 1 mL pada eluen kloroform:etanol (9:1) yakni sebesar 0,79–0,81. Sedangkan nilai R<sub>f</sub> dari produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menurut Adawiyah (2017) pada variasi waktu penggerusan 10; 15; dan 20 menit pada eluen kloroform:metanol (9:1) yakni sebesar 0,84.

## 2.14 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff

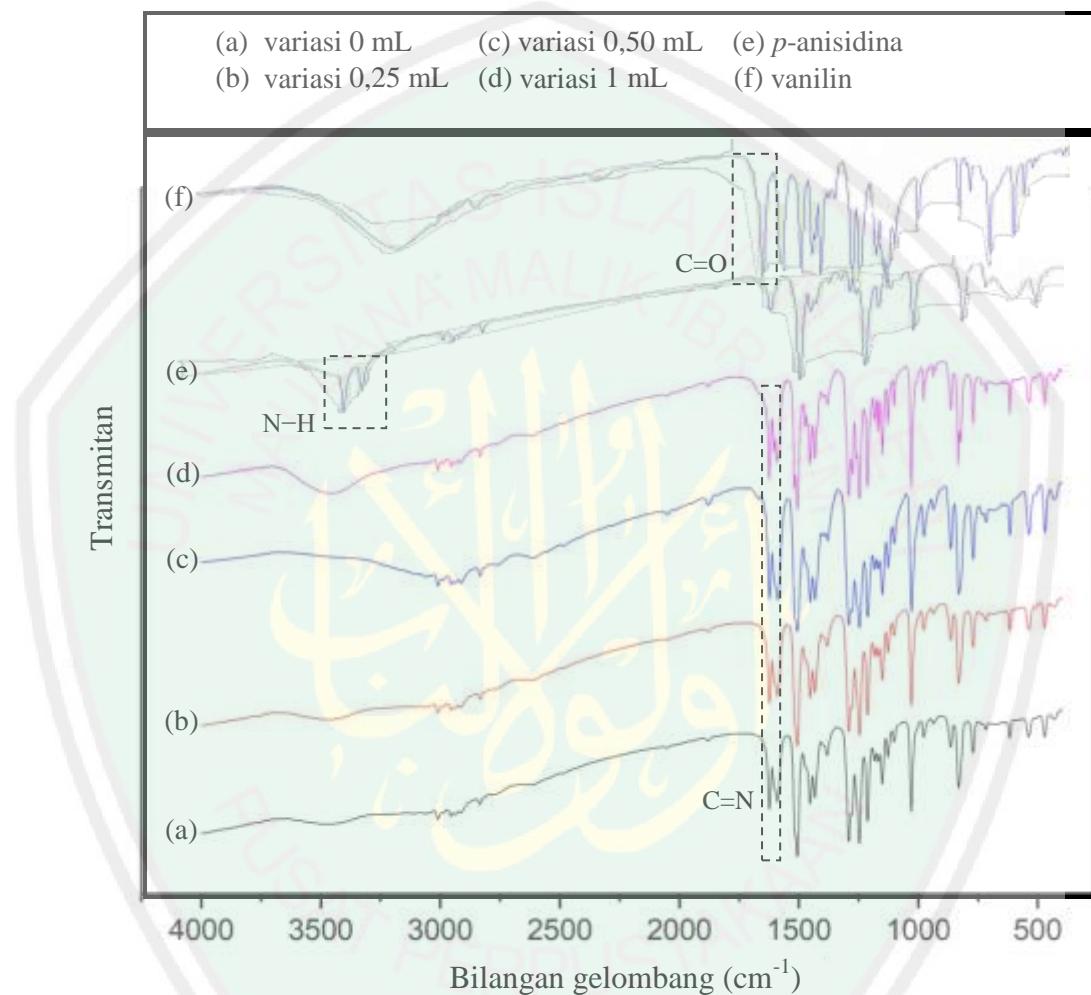
### 2.7.1 Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan FT-IR

FT-IR merupakan suatu spektrofotometer yang didasarkan pada interaksi suatu molekul dengan menggunakan radiasi elektromagnetik. Alat ini digunakan untuk mengetahui dan menganalisis jenis gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa. Selain itu, spektrofotometer FT-IR ini juga digunakan untuk menentukan informasi struktur molekul dari suatu senyawa organik (Silverstein dkk., 2005).

Instrumentasi FT-IR ini memiliki beberapa keunggulan, yakni komponen alat yang lebih sederhana serta proses pengukurannya lebih cepat. Prinsip dari instrumentasi ini yakni vibrasi molekul yang terjadi akibat penyerapan energi dari sinar infra merah. Dalam hal ini, terdapat beberapa jenis vibrasi yakni vibrasi tekuk dan vibrasi ulur. Vibrasi tersebut selanjutnya dihubungkan dengan gugus fungsi dari suatu molekul untuk mengidentifikasi senyawa sampel (Skoog, 2004).

Beberapa peneliti telah melakukan karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan spektrofotometer FT-IR. Senyawa basa Schiff sitronelil-*o*-toluidin dari sitronelal dan *o*-toluidin (1:1) memiliki serapan C=N pada daerah 1640,14 cm<sup>-1</sup> (Warsito dkk., 2018). Selain itu, Khasanudin (2018) juga telah

mengkarakterisasi senyawa basa Schiff hasil sintesis vanilin dan *p*-anisidina menggunakan spektrofotometer FT-IR, dimana hasil karakterisasinya digambarkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Hasil FT-IR dari senyawa produk dan reaktan (Khasanudin, 2018)

Pada Gambar 2.6, dapat diketahui bahwa spektra senyawa produk (a, b, c, dan d) tidak terdapat serapan khas gugus C=O pada bilangan gelombang 1700 cm<sup>-1</sup> yang dimiliki senyawa vanilin dan serapan khas gugus N–H pada bilangan gelombang 3400 dan 3500 cm<sup>-1</sup> yang dimiliki senyawa *p*-anisidina. Menurut

Khasanudin (2018), serapan khas dari senyawa basa Schiff ini yakni pada bilangan gelombang  $1623\text{ cm}^{-1}$  untuk gugus C=N. Selain itu, Singh dkk. (2008) juga telah mengkarakterisasi senyawa basa Schiff hasil sintesis vanilin dan *p*-anisidina, dimana menghasilkan serapan khas senyawa basa Schiff pada bilangan gelombang  $1589\text{ cm}^{-1}$  untuk gugus C=N.

Beberapa serapan lain yang terbentuk oleh senyawa produk pada Gambar 2.5 untuk gugus –OH yakni pada bilangan gelombang sebesar  $3466\text{ cm}^{-1}$  pada (a),  $3462\text{ cm}^{-1}$  pada (b),  $3460\text{ cm}^{-1}$  pada (c), dan  $3459\text{ cm}^{-1}$  pada (d). Gugus C–H<sub>sp2</sub> memiliki serapan pada bilangan gelombang yakni sebesar  $3009\text{ cm}^{-1}$  pada (a), (b), dan (c) serta  $3010\text{ cm}^{-1}$  pada (d). Gugus C–H<sub>sp3</sub> memiliki serapan pada bilangan gelombang sebesar  $2951\text{ cm}^{-1}$  pada (a) dan (b),  $2949\text{ cm}^{-1}$  pada (c), dan  $2950\text{ cm}^{-1}$  pada (d). Gugus C=C memiliki serapan pada bilangan gelombang sebesar  $1589\text{ cm}^{-1}$  pada (a), (b), dan (c), dan  $1592\text{ cm}^{-1}$  pada (d). Gugus –CH<sub>3</sub> memiliki serapan pada bilangan gelombang sebesar  $1453\text{ cm}^{-1}$  pada (a) dan (d), dan  $1452\text{ cm}^{-1}$  pada (b) dan (c). Gugus C–O–C memiliki serapan pada bilangan gelombang sebesar  $1291\text{ cm}^{-1}$  pada (a) dan (d), dan  $1290\text{ cm}^{-1}$  pada (b) dan (c). Gugus C–O memiliki serapan pada bilangan gelombang sebesar  $1212\text{ cm}^{-1}$  pada (a) dan (b),  $1211\text{ cm}^{-1}$  pada (c), dan  $1213\text{ cm}^{-1}$  pada (d).

### 2.7.2 Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan GC-MS

GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*) merupakan alat instrumentasi yang terdiri dari kromatografi gas dan spektrometri massa. Kromatografi gas adalah suatu metode analisis senyawa yang didasarkan pada perbedaan waktu retensi akibat adanya mobilitas yang berbeda pada suatu analit melalui kolom. Perbedaan mobilitas ini dipengaruhi oleh titik didih suatu analit,

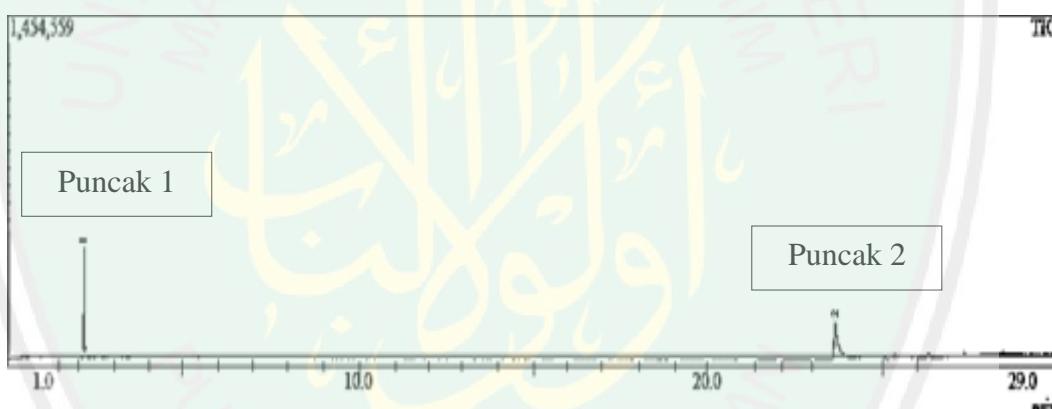
gas yang digunakan, serta interaksi dengan fase padat di dalam kolom (McNair dan Bonelli, 1998).

Alat kromatografi ini berfungsi untuk mengidentifikasi senyawa organik yang mudah menguap dan untuk menganalisis suatu senyawa dalam campuran secara kualitatif maupun kuantitatif (Gandjar, 2007). Selain itu, prinsip dasar dari alat ini yakni pemisahan senyawa-senyawa yang didasarkan pada perbedaan distribusi antara fase diam dan fase gerak. Dalam hal ini, yang berperan sebagai fase diam yakni analit yang berada di dalam kolom, sedangkan yang berperan sebagai fase gerak yakni gas pembawa (McNair dan Bonelli, 1998).

Lain halnya dengan spektrometri massa. Spektrometri massa ini merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada pemisahan berkas ion-ion yang sesuai dengan perbandingan massa terhadap muatan serta pengukuran intensitas dari berkas-berkas ion tersebut (Sastrohamidjojo, 1982). Dalam hal ini, pada spektrometri massa terjadi pengubahan molekul netral menjadi ion-ion yang bermuatan positif (Hendayana, 1994).

Prinsip dari spektrometri massa ini yakni elektron berenergi tinggi ditembakkan menuju molekul induk (dalam wujud gas), yang kemudian terionisasi dan menghasilkan fragmen-fragmen dengan massa molekul yang lebih kecil. Di dalam spektrometri massa ini, pengion akan mengionisasi sampel yang berupa molekul dalam sumber ion. Hasil ion yang ditimbulkan akan diekstrak pada elektroda dan difokuskan pada kuadropol agar diperoleh sensitivitas yang tinggi. Hal ini menyebabkan ion-ion akan langsung mengenai permukaan pada detektor yang kemudian menimbulkan pemancaran elektron (Ratnaningsih, 2000).

Menurut Sastrohamidjojo dan Pranowo (1985), keunggulan GC-MS yakni memiliki sensitivitas yang tinggi, alat instrumentasi yang dapat dipakai dalam jangka waktu cukup lama, membutuhkan waktu yang cepat pada proses identifikasi, serta menghasilkan pemisahan yang baik. Beberapa peneliti telah melakukan karakterisasi suatu produk basa Schiff menggunakan instrumentasi GC-MS, salah satunya adalah Khasanudin (2018). Khasanudin (2018) telah melakukan karakterisasi terhadap senyawa 2-metoksi-4-[(4-metoksifenilimino)-metil]fenol menggunakan metode penambahan katalis asam alami dari jus jeruk nipis, dimana hasil karakterisasinya dapat dilihat pada Gambar 2.7.



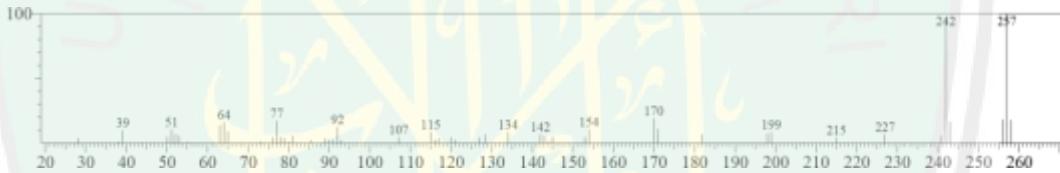
Gambar 2.7 Kromatogram senyawa produk hasil sintesis pada volume katalis 1 mL (Khasanudin, 2018)

Kromatogram pada Gambar 2.7 menunjukkan bahwa terdapat 2 puncak, dimana puncak 1 merupakan puncak yang lebih dahulu muncul, yang selanjutnya diikuti oleh puncak 2. Dalam hal ini, diketahui bahwa puncak 1 merupakan puncak dari senyawa kloroform dengan waktu retensi sebesar 2,178 menit. Sedangkan puncak 2 merupakan puncak dari senyawa 2-metoksi-4-[(4-

metoksifenilimino)-metil]-fenol dengan waktu retensi sebesar 23,641 menit. Kedua puncak yang terbentuk ini menunjukkan bahwa senyawa yang terdapat dalam sampel yang dianalisis telah terpisah. Berikut hasil spektra massa pada masing-masing puncak yang terbentuk, yang digambarkan pada Gambar 2.8 dan Gambar 2.9.



Gambar 2.8 Spektra massa puncak 1 (Khasanudin, 2018)



Gambar 2.9 Spektra massa puncak 2 (Khasanudin, 2018)

Hasil spektra massa pada Gambar 2.8 dapat diketahui bahwa spektra tersebut menghasilkan *base peak* pada nilai  $m/z$  sebesar 83 dan puncak ion molecular ( $M^+$ ) pada nilai  $m/z$  sebesar 118 dengan intensitas puncak yang sangat kecil. Adapun fragmen-fragmen lain yang muncul yakni dengan  $m/z$  85, 70, 47, dan 35. Sedangkan hasil spektra pada Gambar 2.9 dapat diketahui bahwa spektra tersebut menghasilkan *base peak* dan puncak ion molecular ( $M^+$ ) pada nilai  $m/z$  sebesar 257 dengan intensitas puncak yang sangat besar (tertinggi). Adapun

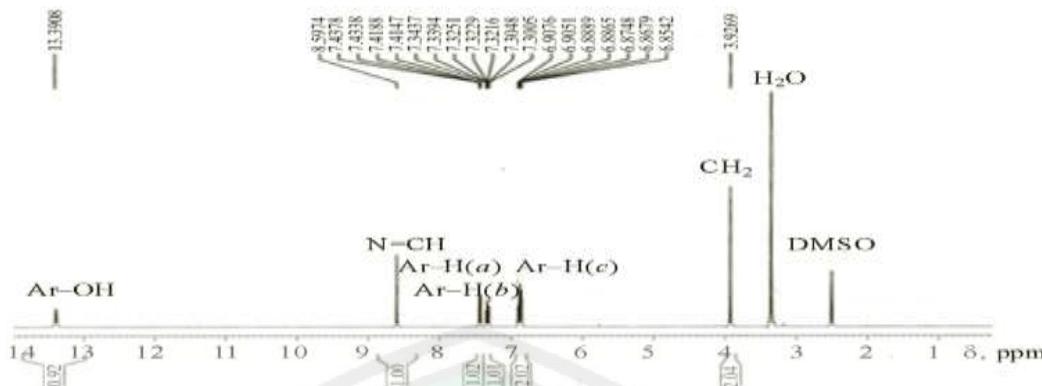
fragmen–fragmen lain yang muncul yakni dengan m/z 242, 227, 215, 199, 170, 154, 142, 134, 115, 107, 92, 77, 64, 51, dan 39.

### **2.7.3 Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan $^1\text{H-NMR}$**

Spektrometer NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) merupakan suatu alat spektroskopi adsorbsi yang digunakan untuk menganalisa suatu sampel dimana sampel akan ditentukan struktur komponennya, kemurnian komponen, serta arah reaksi kimia yang didasarkan pada adsorpsi radiasi elektromagnetik yang dihasilkan dari interaksi inti atom yang mengalami perputaran di dalam medan magnet dengan frekuensi radio. Hal ini menyebabkan magnet mengalami resonansi pada frekuensi yang bervariasi, yakni sekitar 4–600 MHz dengan panjang gelombang 75–0,5 meter. Spektrometer NMR ini dapat diklasifikasikan menjadi 4, salah satunya yakni  $^1\text{H-NMR}$ .

Spektrometer  $^1\text{H-NMR}$  berfungsi untuk mengukur inti proton ( $^1\text{H}$ ) serta untuk menentukan letak dan jumlah proton pada suatu senyawa. Spektra yang dihasilkan oleh spektrometer  $^1\text{H-NMR}$  dapat diinterpretasikan jumlah sinyal yang dihasilkan, kedudukan dari sinyal tersebut intensitas sinyal, serta pemecahan atau *splitting* dari sebuah sinyal. Dalam hal ini, spin–spin *splitting* atau hasil pemecahan sinyal akan mengikuti segitiga Pascal.

Berikut merupakan hasil karakterisasi oleh spektrofotometer  $^1\text{H-NMR}$  pada senyawa basa Schiff *N,N'-ethylenabis(salicylidene)-1,2-diaminoethane* yang dilakukan oleh Koylu dkk. (2016) (Gambar 2.10) dan senyawa *2-methoxy-4-[(4-methoxyphenylimino)methyl]phenol* yang dilakukan oleh Vaghasiya dkk. (2004) (Tabel 2.2).



Gambar 2.10 Spektra  $^1\text{H}$ -NMR senyawa basa Schiff  $N,N'$ -ethylenabis(salicylidene)-1,2-diaminoethane (Koylu, 2016)

Berdasarkan Gambar 2.10, diketahui bahwa senyawa basa Schiff  $N,N'$ -ethylenabis(salicylidene)-1,2-diaminoethane, menghasilkan 1 sinyal proton untuk  $\text{H}_2\text{O}$ , 1 sinyal proton untuk DMSO, dan 6 sinyal proton untuk senyawa basa Schiff, dimana ditunjukkan pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 13,39 ppm (*singlet*) yang menunjukkan adanya Ar–OH. Pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 8,60 ppm (*singlet*) yang menandakan adanya N=CH dan pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 3,93 ppm (*singlet*) yang menandakan adanya CH<sub>2</sub>. Selain itu, pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 7,43–7,41 ppm (*quartet*) menunjukkan adanya Ar–H (a), pergeseran kimia ( $\delta$ ) 7,34–7,30 ppm (*sextet*) menunjukkan adanya Ar–H (b), dan pergeseran kimia ( $\delta$ ) 6,91–6,85 ppm dengan multiplisitas septet menunjukkan adanya Ar–H (c). Senyawa basa Schiff yang dilakukan oleh Koylu dkk. (2016) ini dilarutkan dalam pelarut DMSO-d<sub>6</sub> yang spektranya diukur pada 400 MHz dalam suhu ruang.

Adapun hasil karakterisasi senyawa produk hasil sintesis vanilin dan *p*-anisidina yakni 2-methoxy-4-[(4-methoxyphenylimino)methyl]phenol yang telah dilakukan oleh Vaghasiya (2004) dicantumkan dalam Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Hasil karakterisasi produk menggunakan  $^1\text{H-NMR}$ 

<b>Gugus Fungsi</b>	<b>Multiplisitas</b>	<b><math>\delta</math> (ppm)</b>
-OCH <sub>3</sub> (a)	3H ( <i>triplet</i> )	3,66
-OCH <sub>3</sub> (b)	3H ( <i>triplet</i> )	3,93
=CH	1H ( <i>singlet</i> )	6,35
Ar-H	7H ( <i>septet</i> )	7,23 – 6,92
- OH	1H ( <i>singlet</i> )	9,76

Sumber : Vaghasiya (2004)

Berdasarkan Tabel 2.2, diketahui bahwa diperoleh sinyal pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 9,76 ppm dengan multiplisitas singlet yang menunjukkan adanya -OH. Sinyal pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 6,35 ppm (*singlet*) menandakan adanya =CH. Pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 7,23–6,92 ppm (*septet*) menunjukkan adanya Ar-H. Selain itu, diperoleh sinyal pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 3,66 ppm (*triplet*) yang menunjukkan adanya -OCH<sub>3</sub> (a) dan pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 3,93 ppm (*triplet*) menunjukkan adanya -OCH<sub>3</sub> (b). Senyawa tersebut dilarutkan dalam 2 macam pelarut yakni DMF dan DMSO, dimana menurut Vaghasiya (2004), senyawa basa Schiff hanya dapat larut dalam pelarut DMF. Selain itu, senyawa ini disintesis menggunakan katalis asam asetat glasial dengan menggunakan metode konvensional yakni refluks.

## 2.8 Basa Schiff dalam Perspektif Islam

Sintesis senyawa basa Schiff dapat dilakukan dengan mereaksikan reaktan yang memiliki gugus karbonil dengan reaktan yang memiliki gugus amina primer dengan penambahan katalis asam. Dalam hal ini, salah satu senyawa dengan gugus karbonil yakni vanilin, sedangkan gugus amina primer salah satunya

dimiliki oleh senyawa p-anisidina. Katalis asam yang digunakan dapat berupa katalis asam alami yang diperoleh dari buah-buahan, misalnya lemon.

Allah SWT telah menumbuhkan berbagai macam buah-buahan. Hal ini terdapat dalam Firman Allah pada surat Fathir ayat 27 dan ‘Abasa ayat 27–32, yakni :

الَّمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُّخْتَلِفَةً الْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدُودٌ يُبَصِّرُ  
وَحُمْرٌ مُّخْتَلِفُ الْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ

“Dengan (air hujan) itu Dia menumbuhkan untuk kamu tanam-tanaman, zaitun, kurma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sungguh, pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berpikir.”

ثُمَّ شَقَقْنَا الْأَرْضَ شَقَّا ۚ ۲۶ ۚ فَأَنْبَتْنَا فِيهَا حَبَّا ۚ ۲۷ ۚ وَعَنْبَا وَقَضْبَا ۚ ۲۸ ۚ وَرَزَيْتُنَا  
وَنَخْلًا ۚ ۲۹ ۚ وَحَدَائِقَ غُبْنَا ۚ ۳۰ ۚ وَفَاكِهَةً وَأَنَّا ۚ ۳۱ ۚ مَتَاعًا لَكُمْ وَلَا تَنْعَمُ كُمْ

۳۲

“kemudian Kami belah bumi dengan sebaik-baiknya, lalu di sana Kami Tumbuhkan biji-bijian, dan anggur dan sayur-sayuran, dan zaitun dan pohon kurma, dan kebun-kebun (yang) rindang, dan buah-buahan serta rerumputan. (Semua itu) untuk kesenanganmu dan untuk hewan-hewan ternakmu.”

Berdasarkan firman Allah SWT pada surat ‘Abasa tersebut, dalam ayat 26 terdapat kata شَقَقْنَا yang menurut Departemen Agama RI (2011) memiliki arti “kami belah, kami bukakan, atau kami rekah” dan menjelaskan bahwa “Allah SWT telah menganugerahkan dan melimpahkan berbagai macam makanan yang dibutuhkan manusia dalam kehidupan mereka di dunia. Allah SWT mencurahkan air hujan di muka bumi ini dengan sangat cukup, kemudian merekahkan permukaan bumi agar terbuka dan mendapat sinar matahari dan udara juga masuk

menyuburkan bumi. Bumi menjadi subur dan segala macam tanam–tanaman pun tumbuh di muka bumi baik biji–bijian, sayur–sayuran, buah–buahan dan segala macam yang dibutuhkan manusia”. Dalam hal ini, berbagai macam buah–buahan telah Allah tumbuhkan untuk kebutuhan manusia. Buah–buahan tersebut ditumbuhkan oleh Allah agar dapat bermanfaat bagi manusia.

Selain itu, pada surat ‘Abasa ayat 32 terdapat kata ﴿مَّتَاعٌ﴾ yang diartikan oleh Ibnu Manzur Muhammad sebagai “manfaat dan segala sesuatu yang bisa dinikmati”. Kata ini juga dapat diartikan sebagai “sesuatu yang ada di bumi yang dapat diambil manfaatnya, baik itu sedikit maupun banyak”. Menurut Tafsir Al–Munir, kata tersebut dapat diartikan sebagai “kenikmatan”, dimana “Allah SWT menumbuhkan tumbuhan agar manusia dapat mengambil kenikmatan dan agar binatang–binatang dapat mengambil manfaat dari semua itu, sebagian macam yang disebutkan adalah makanan manusia dan sebagian yang lain adalah makanan hewan”. Dalam hal ini, buah–buahan yang telah Allah SWT tumbuhkan di bumi adalah untuk dinikmati dan dimanfaatkan. Selain sebagai makanan, buah–buahan juga dapat dimanfaatkan sebagai sesuatu yang lain, misalnya sebagai katalis alami dalam suatu sintesis.

Menurut Tafsir Ilmi Kemenag, pada surat ‘Abasa ayat 27-32 tersebut telah dijelaskan bahwa “Allah telah menciptakan tumbuhan sebagai sumber makanan bagi manusia dan hewan. Melalui tumbuhan, tubuh manusia dan hewan mendapat semua elemen yang diperlukan bagi eksistensi biologisnya. Selanjutnya, Allah menciptakan beragam rasa pada hasil tumbuhan yang dimakan itu”. Dalam hal ini, lemon yang memiliki rasa masam dalam air sarinya dapat bermanfaat sebagai katalis alami. Katalis tersebut nantinya akan dapat mengurangi pemakaian katalis

asam non-alami, dimana semakin seringnya penggunaan katalis non-alami akan menyebabkan pencemaran lingkungan. Sehingga penggunaan katalis asam alami dari jus lemon ini akan dapat mengurangi terbentuknya limbah yang akan mencemari lingkungan.

Tumbuhan yang bermanfaat tersebut juga telah difirmankan oleh Allah SWT pada Surat Asy-Syu'araa ayat 7 dan 8, yakni sebagai berikut.

أَوْلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كُمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ رَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَا يَهُ وَمَا كَانَ

أَكْثَرُهُمْ مُؤْمِنُينَ ﴿٨﴾

*“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, betapa banyak Kami Tumbuhkan di bumi itu berbagai macam (tumbuh-tumbuhan) yang baik? Sungguh, pada yang demikian itu terdapat tanda (kebesaran Allah), tetapi kebanyakan mereka tidak beriman.”*

Berdasarkan firman Allah SWT dalam Surat Asy-Syu'araa tersebut, kata **إِلَى** pada ayat 7 menurut Tafsir Al-Mishbah (2002) dapat diartikan sebagai “apakah mereka tidak melihat ke bumi”, dimana kata ini berfungsi untuk “memperluas arah pandangan hingga batas akhir”. Dalam hal ini, kata tersebut “mengundang manusia untuk mengarahkan pandangan hingga batas kemampuannya memandang sampai seantero bumi, dengan aneka tanah dan tumbuhannya dan aneka keajaiban yang terhampar pada tumbuh-tumbuhannya”. Sehingga, sebagai manusia harus memiliki pandangan yang luas, salah satunya mengenai zat-zat atau kandungan yang terdapat dalam buah lemon. Buah lemon yang diketahui memiliki kandungan asam sitrat sebanyak 48,6 gram dalam 100 gram buah lemon (Nizhar, 2012), dapat membuat buah lemon berperan sebagai katalis alami dalam sintesis.

Selain itu, terdapat kata ﴿كَرِيمٌ﴾ yang menurut Qurthubi (2009) memiliki makna baik dan mulia. Kata ﴿كَرِيمٌ﴾ ini menurut Shihab (2002) dalam Tafsir Al-Mishbah juga merupakan kata yang pada umumnya digunakan untuk “menggambarkan segala sesuatu yang baik bagi setiap objek yang disifatinya”. Dalam hal ini, “tumbuhan yang baik merupakan tumbuhan yang subur dan bermanfaat”. Sehingga, lemon dapat dikatakan sebagai salah satu tumbuhan yang baik, dimana dapat memberikan manfaat bagi manusia, salah satunya sebagai pengganti katalis non-alami.



## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.6 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada Mei – Oktober 2019 di Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### **3.7 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Penelitian ini menggunakan beberapa alat-alat antara lain gelas arloji, gelas beaker 100 mL, erlenmeyer 100 mL, pipet ukur 1 mL, pipet tetes, termometer, botol semprot, bola hisap, spatula, corong gelas, neraca analitik, kertas saring, alumunium foil, oven, mortar, alu, desikator, indikator universal, pipa kapiler, *Melting Point Apparatus* (MPA), bejana pengembang, plat KLT silika GF<sub>254</sub>, lampu UV dengan panjang gelombang 254 dan 366 nm, spektrofotometer FT-IR, dan GC-MS, dan <sup>1</sup>H-NMR.

##### **3.2.2 Bahan**

Penelitian ini menggunakan beberapa bahan–bahan antara lain vanilin p.a (Merck), *p*-anisidina p.a (Merck), jus lemon, akuades, aseton, silika, kloroform, metanol, KBr dan CDCl<sub>3</sub>.

### 3.8 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan penelitian yakni preparasi katalis asam dari jus lemon kemudian dilakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina dengan menggunakan variasi volume katalis jus lemon 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 mL. Pada penelitian ini, reaksi tanpa katalis (0 mL) digunakan sebagai pengontrol. Senyawa hasil sintesis dilakukan monitoring menggunakan KLT, pengamatan sifat fisik, serta menggunakan spektrofotometer FT-IR, GC-MS, dan <sup>1</sup>H-NMR.

### 3.9 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan berdasarkan tahapan – tahapan di bawah ini :

1. Preparasi katalis asam dari jus lemon.
2. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4metoksifenilimino)-metil)-fenol dengan mol vanilin : *p*-anisidina (1:1) dan variasi volume katalis asam dari jus lemon (*Citrus limon L.*) yakni 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 mL.
3. Monitoring plat KLT.
4. Karakterisasi senyawa hasil sintesis dengan pengamatan sifat fisik, spektrofotometer FT-IR, GC-MS, dan <sup>1</sup>H-NMR.
5. Analisis data.

### 3.10 Cara Kerja

#### 3.5.5 Preparasi Katalis Asam Alami dari Jus Lemon (Pal, 2013; dan Khasanudin, 2018)

Buah lemon dibelah menjadi dua bagian, kemudian diperas secara manual (menggunakan tangan) hingga air dalam buah lemon keluar. Air hasil perasan buah lemon dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring dan corong gelas. Setelah proses penyaringan, dihasilkan filtrat dan residu yang terpisah. Hasil filtrat ditampung pada gelas beaker, kemudian dipipet sebanyak 5 mL dan selanjutnya diencerkan sampai pH 3–4.

#### 3.5.6 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina (Maila, 2016 dalam Khasanudin, 2018)

Vanilin dimasukkan sebanyak 7,5 mmol (1,1411 gram) ke dalam mortar. Kemudian ditambahkan dengan *p*-anisidina sebanyak 7,5 mmol (0,9237 gram) dan katalis asam jus buah lemon dengan variasi volume secara berturut-turut sebesar 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 mL. Setelah itu dilakukan penggerusan pada suhu ruang selama 10 menit. Campuran yang terbentuk diletakkan diatas kertas saring yang sebelumnya telah ditimbang, kemudian dicuci menggunakan akuades tetes per tetes hingga pH konstan. Padatan dikeringkan dalam desikator, dan diperoleh padatan kering.

#### 3.5.7 Monitoring dengan KLT (Maila, 2016 dalam Khasanudin, 2018)

Kloroform sebanyak 4,5 mL dimasukkan kedalam bejana pengembang, kemudian ditambahkan metanol sebanyak 0,5 mL. Selanjutnya diperoleh campuran eluen dalam bejana pengembang. Setelah itu, bejana pengembang ditutup dan eluen dijenuhkan selama 1 jam.

Plat KLT silika GF<sub>254</sub> dipotong dengan ukuran 7 x 10 cm. Setelah itu, plat tersebut diberi garis batas bawah dan atas masing-masing 1 cm. Plat KLT silika GF<sub>254</sub> diaktivasi menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 30 menit.

Senyawa hasil sintesis dan reaktan dilarutkan dalam pelarut kloroform dengan konsentrasi masing-masing ±50.000 mg/L. Ketujuh larutan ditotolkan pada plat KLT silika GF<sub>254</sub> dengan letak yang bersebelahan di tepi garis batas bawah. Penotolan ini dilakukan menggunakan pipa kapiler sebanyak 1 totolan, kemudian hasil totolan dibiarkan mengering. Selanjutnya, plat KLT tersebut dimasukkan kedalam bejana pengembang yang berisi eluen kloroform dan metanol yang telah dijenuhkan. Elusi ini dilakukan hingga eluen mencapai batas akhir atas pada plat KLT, kemudian plat KLT tersebut diangkat dan dikeringkan. Setelah itu, plat KLT disinari menggunakan UV dengan panjang gelombang 254 dan 366 nm. Spot yang terbentuk ditandai menggunakan pensil dan dibandingkan dengan reaktan.

### 3.5.8 Karakterisasi Senyawa Produk

#### 3.5.4.1 Pengamatan Fisik Senyawa Produk (Khasanudin, 2018)

Padatan kering hasil sintesis, diidentifikasi sifat fisiknya seperti massa padatan, warna, wujud, dan titik leburnya. Massa padatan kering dapat diidentifikasi dengan cara ditimbang menggunakan neraca analitik. Warna dan wujud padatan kering dapat diidentifikasi berdasarkan pengamatan secara langsung.

Titik lebur dapat diidentifikasi dengan menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA). Sebelumnya, sedikit padatan dimasukkan ke dalam pipa kapiler, kemudian dimasukkan kedalam salah satu lubang kecil yang ada pada alat

*Melting Point Apparatus* (MPA). Selanjutnya, termometer dimasukkan pada lubang cukup besar di sisi kanan alat *Melting Point Apparatus* (MPA). Alat *Melting Point Apparatus* (MPA) dinyalakan, dan diputar suhu hingga 20 °C/menit. Ketika suhu mencapai 60 % dari titik lebur senyawa murni ini yang telah tetapkan oleh ilmuwan, pemutar suhu diturunkan menjadi 10 °C/menit. Apabila pada termometer suhunya mencapai titik lebur senyawa murni ini yang telah ditetapkan oleh para ilmuwan, kemudian dikurangi 15 °C/menit, maka pemutar suhu harus diputar ke kiri hingga 1 °C/menit. Setelah itu, diperoleh titik lebur senyawa murninya.

#### **3.5.4.2 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer FT-IR (Khasanudin, 2018)**

Identifikasi gugus fungsi senyawa produk diidentifikasi dengan spektrofotometer FT-IR. Pelet dibuat dengan cara mencampurkan senyawa hasil sintesis dengan KBr, kemudian dilakukan penggerusan menggunakan mortar agate, kemudian di *press* dengan menggunakan alat *press*, dan hasil pelet diambil menggunakan pinset, kemudian diletakkan pada kerangka yang tersedia. Kerangka tersebut selanjutnya diletakkan pada spektrofotometer, kemudian dibuat spektra pada rentang bilangan gelombang sekitar 4000–400 cm<sup>-1</sup>. Hasilnya kemudian dianalisis dan diidentifikasi gugus fungsinya berdasarkan spektra yang diperoleh dengan menggunakan tabel korelasi.

#### **3.5.4.3 Identifikasi menggunakan GC-MS (Adawiyah, 2017)**

Hasil sintesis senyawa terbaik diidentifikasi menggunakan instrumen GC-MS QP2010S/Shimadzu. Larutan hasil sintesis sebanyak 1µL dibuat dengan konsentrasi ± 70.000 ppm dalam pelarut kloroform. Larutan tersebut selanjutnya

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

Jenis Kolom	: AGILENT J%W DB-1
Panjang Kolom	: 30 meter
Detektor	: QP2010
Oven	: terprogram 100 °C (5 menit) → 310 °C (15 menit)
Temperatur injektor	: 310 °C
Tekanan gas	: 20,8 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,49 mL/menit (konstan)
Start m/z	: 28
End m/z	: 600

#### 3.5.4.4 Identifikasi menggunakan $^1\text{H-NMR}$

Senyawa hasil sintesis dilarutkan dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ . Kemudian dimasukkan ke dalam tabung NMR. Selanjutnya sampel diputar sekitar sumbunya agar semua bagian dari larutan terkena medan magnet yang sama. Hasilnya dianalisis menggunakan standar yang memiliki nilai pergeseran kimia 0 ppm.

## BAB IV

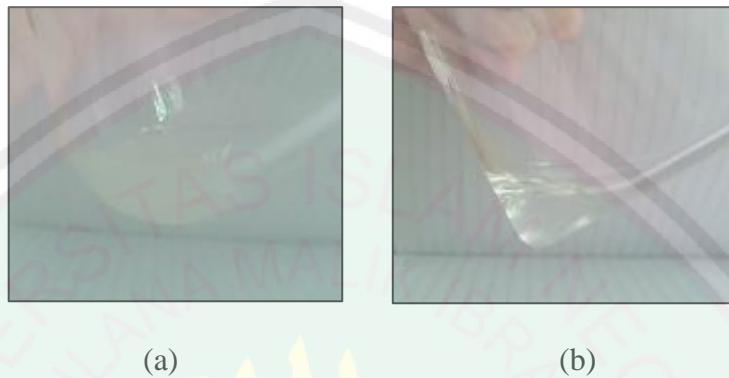
### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-[(4-metoksifenilimino)-metil]-fenol dengan Variasi Volume Katalis Asam Alami Jus Lemon (*Citrus limon L.*)

Basa Schiff merupakan senyawa yang dapat dibentuk melalui beberapa metode, salah satunya melalui metode *green synthesis*. Senyawa basa Schiff dengan nama IUPAC 2-metoksi-4-[(4-metoksifenilimino)-metil]-fenol ini disintesis dari vanilin dan *p*-anisidina dengan penambahan katalis asam alami yang berasal dari buah lemon. Penggunaan buah lemon ini didasarkan pada kandungan beberapa asam organik seperti asam sitrat, asam askorbat, asam karboksilat, asam malat, asam laktat, asam tartarat, dan asam oksalat, dimana kandungan asam–asam tersebut menyebabkan pH pada buah lemon yakni sekitar 2 sampai 3. Menurut Karadeniz (2003), buah lemon memiliki pH sebesar 2,43.

Buah lemon diambil filtratnya (jus lemon) dan diencerkan sampai pH sekitar 3–4. pH 3–4 tersebut merupakan pH optimum suatu asam agar dapat bereaksi secara sempurna. Fessenden (1982) menjelaskan bahwa pada rentang pH tersebut memiliki laju reaksi yang paling tinggi, dimana sebagian amina terprotonkan dan sebagian amina lain bersifat amina bebas yang dapat mengawali adisi nukleofilik. Apabila pH katalis asam tersebut dibawah 3, maka amina akan terprotonasi sehingga tidak mempunyai PEB. Hal ini menyebabkan amina tidak dapat menyerang karbonil. Sedangkan apabila pH katalis asam tersebut diatas 4 (sekitar 5–7), maka katalis asam tersebut akan kekurangan H<sup>+</sup>, sehingga dapat

menghambat eliminasi air. Hasil jus lemon ditunjukkan dalam Gambar 4.1 bagian (a). Adapun hasil pengenceran jus buah lemon tersebut ditunjukkan dalam Gambar 4.1 bagian (b).



Gambar 4.1 Jus buah lemon (a) sebelum diencerkan dan (b) sesudah diencerkan

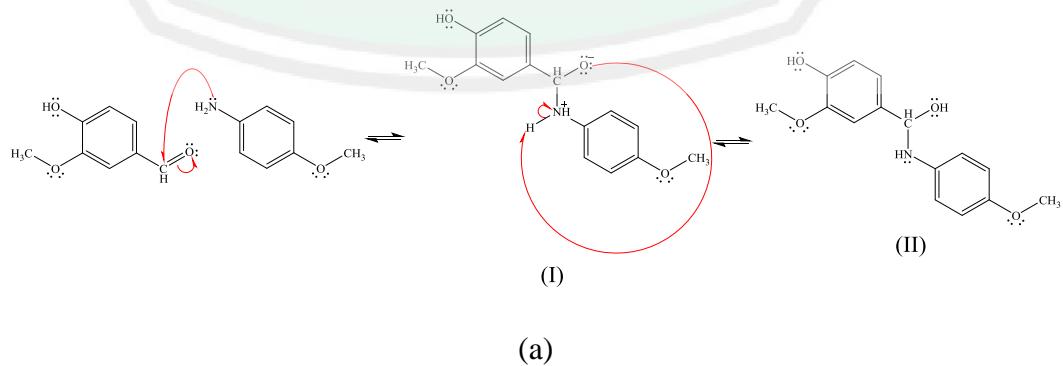
Untuk mengencerkan jus lemon yang akan digunakan sebagai katalis ini membutuhkan 3 tetes jus lemon dalam 4,2 mL aquades untuk menggeser pHnya agar mencapai 3–4.

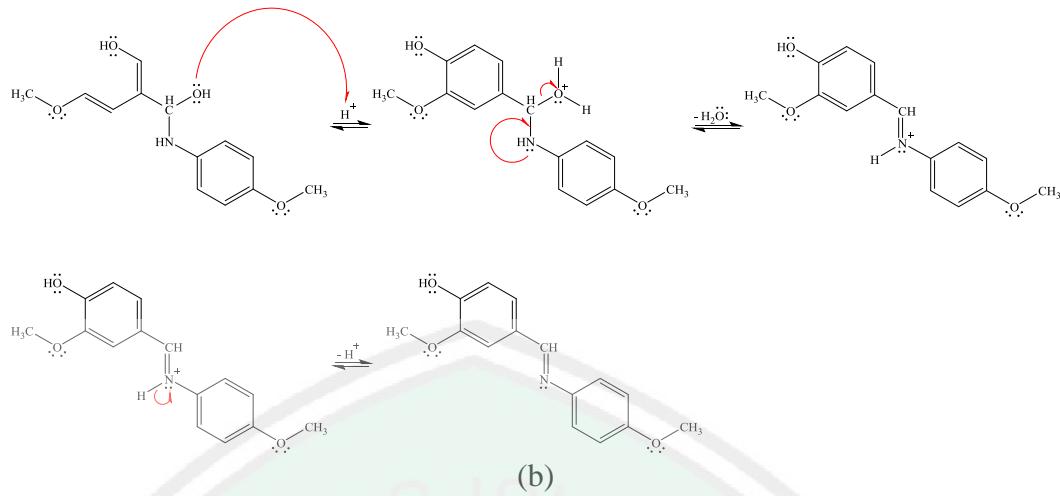
Sintesis senyawa basa Schiff menggunakan katalis jus lemon ini dilakukan dengan cara penggerusan pada suhu ruang selama 10 menit. Hasil setelah dilakukan penggerusan ditunjukkan dalam Gambar 4.2. Pada proses penggerusan ini terjadi pengecilan ukuran partikel, yang menyebabkan luas permukaan menjadi semakin besar. Hal ini akan mengakibatkan partikel semakin mudah mengalami tumbukan, sehingga laju reaksi akan berjalan lebih cepat. Selain itu, penambahan katalis asam alami yang berasal dari jus lemon ini juga akan mempercepat laju reaksi.



Gambar 4.2 Hasil penggerusan dari variasi katalis 1 mL

Proses penggerusan menghasilkan padatan dengan warna hijau keabuan yang tampak pada Gambar 4.2. Hal ini menunjukkan telah terjadi reaksi antara vanilin dan *p*-anisidina, dimana sebelum proses penggerusan, vanilin berwarna putih, sedangkan *p*-anisidina berwarna hitam. Dalam proses ini, terjadi reaksi adisi nukleofil nitrogen berupa amina primer pada aldehida. Hasil dari reaksi ini yakni senyawa imina, dimana senyawa imina inilah yang disebut sebagai senyawa basa Schiff. Terdapat 2 tahap pada proses pembentukan senyawa basa Schiff ini, yakni tahap adisi dan tahap eliminasi. Kedua tahapan tersebut dijelaskan pada Gambar 4.3.





Gambar 4.3 (a) tahap adisi dan (b) tahap eliminasi

Berdasarkan Gambar 4.3, pada tahap adisi terjadi penyerangan karbonil oleh amina primer, sehingga terbentuk *(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)((4-methoxyphenyl)ammonio)methanolate* (I), yang kemudian atom oksigen yang bermuatan negatif pada senyawa tersebut mengalami protonasi, dan terbentuk *4-(hydroxy((4-methoxyphenyl)amino)methyl)-2-methoxyphenol* (II). Dalam hal ini, dihasilkan gugus C–N tunggal. Sedangkan pada tahap eliminasi, terjadi protonasi karbinolamina (II). Proton yang diserang ini diperoleh dari katalis jus lemon yang berfungsi untuk membantu proses dehidrasi, dimana proses pelepasan H<sub>2</sub>O ini berlangsung setelah proses protonasi karbinolamin. Selanjutnya terbentuk senyawa produk dengan cara melepas proton yang terikat pada atom nitrogen.

Produk yang terbentuk tersebut selanjutnya dicuci menggunakan aquades yang telah didinginkan untuk menghilangkan sisa katalis. Proses pencucian ini memerlukan ± 30-40 mL aquades untuk mencapai pH filtrat yang konstan. Filtrat yang dihasilkan memiliki pH 5.

Setelah dilakukan pencucian, produk dilakukan pengeringan dengan dimasukkan ke dalam desikator. Desikator ini di dalamnya terdapat zat higroskopis berupa silika gel yang berfungsi untuk menghilangkan kandungan air dengan baik. Sehingga, diperoleh produk hasil sintesis pada variasi volume katalis 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 mL setelah dilakukan penimbangan hingga konstan.

#### 4.2 Monitoring dengan KLT (Kromatografi Lapis Tipis)

Monitoring dengan KLT dilakukan untuk mengidentifikasi produk basa Schiff yang terbentuk. Monitoring dengan kromatografi lapis tipis ini merupakan suatu teknik yang digunakan untuk memisahkan campuran yang didasarkan pada perbedaan distribusi beberapa komponen campuran diantara dua fase, yakni fase diam dan fase gerak. Hal tersebut menyebabkan terjadinya perbedaan migrasi dari masing-masing komponen.

Fase diam yang digunakan adalah plat silika gel GF<sub>254</sub> yang berukuran 7 x 10 cm yang telah diberi tanda batas atas dan batas bawah menggunakan pensil yakni masing-masing sebesar 1 cm. Batas tersebut dibuat agar hasil elusi tidak melebihi plat. Selain itu, plat silika gel GF<sub>254</sub> ini dapat didefinisikan sebagai silika gel yang terdapat didalam plat, dimana berupa *gypsum* dengan fluoresensi pada panjang gelombang 254 nm. Plat tersebut selanjutnya diaktifasi menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 30 menit. Proses aktivasi plat ini berfungsi untuk menghilangkan kandungan air yang terdapat di dalam plat, sehingga daya serap plat pada proses elusi dapat berlangsung maksimal.

Selain fase diam, eluen (fase gerak) juga merupakan salah satu faktor yang sangat berpengaruh dalam kromatografi lapis tipis. Eluen yang digunakan pada

monitoring kromatografi lapis tipis ini terdiri dari campuran kloroform dan metanol dengan perbandingan 9:1. Dalam hal ini, menurut Poole dkk. (2010), kloroform bersifat semipolar, sedangkan metanol bersifat polar. Campuran eluen tersebut dilakukan proses penjenuhan selama 1 jam di dalam bejana pengembang. Hal ini dilakukan agar campuran tersebut dapat mengelusikan ekstrak dengan baik dan cepat (Rahmawati, 2015). Selain itu, hal tersebut juga berfungsi untuk mencegah penguapan eluen (Wulandari, 2011).

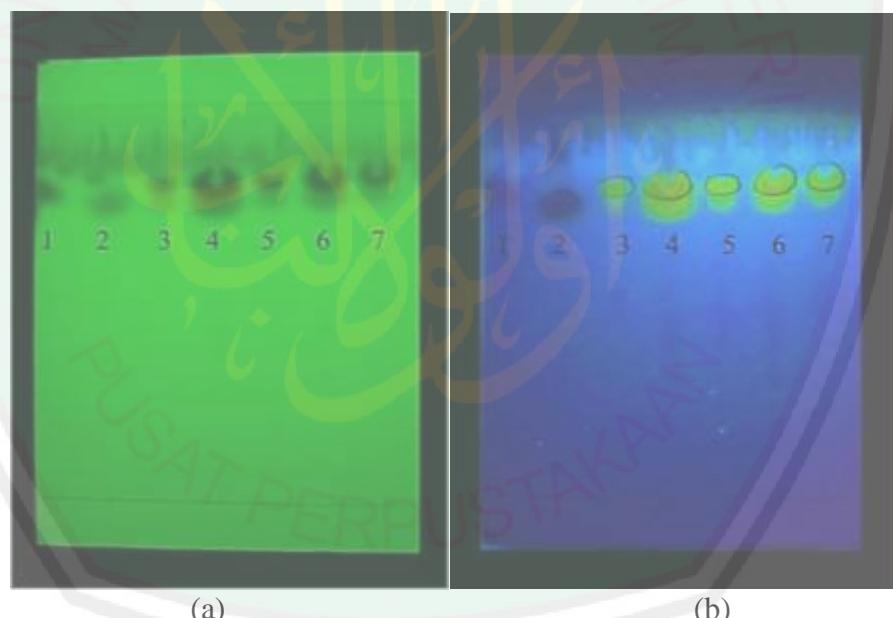
Setelah penjenuhan eluen dan pengaktivasian plat, senyawa hasil sintesis dan reaktan dilakukan proses pelarutan menggunakan kloroform dengan konsentasi  $\pm 50.000$  mg/L. Beberapa larutan tersebut dilakukan pentotolan pada plat KLT silika GF<sub>254</sub>, dimana pentotolan ini dilakukan menggunakan pipa kapiler sebanyak 1 totolan. Plat yang telah berisi 7 hasil totolan tersebut dimasukkan ke dalam bejana pengembang dan terjadilah proses elusi. Elusi dilakukan hingga eluen mencapai batas atas yang terdapat di dalam plat. Proses elusi yang dilakukan pada penelitian ini menggunakan jenis metode pengembangan satu dimensi yang meliputi metode pengembangan linier. Plat selanjutnya diangkat dan dikeringkan. Hasil KLT yang dilakukan tanpa disinari oleh sinar UV ditunjukkan pada Gambar 4.4.

Berdasarkan hasil KLT yang dilakukan tanpa penyinaran UV pada Gambar 4.5, dapat diketahui bahwa masing-masing totolan menghasilkan 1 spot. Spot untuk reaktan vanilin dan *p*-anisidina tidak dapat terlihat dengan tanpa sinar UV. Sedangkan spot untuk produk variasi 0 sampai 2 mL berwarna kuning. Plat yang telah kering dilakukan penyinaran menggunakan sinar UV dengan 2 jenis

panjang gelombang, yakni 254 dan 366 nm. Hasil penyinaran ditampilkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.4 Hasil KLT tanpa penyinaran sinar UV



Gambar 4.5 Spot hasil KLT yang disinari UV pada panjang gelombang (a) 254 nm dan (b) 366 nm

Keterangan :

- |                                |                          |
|--------------------------------|--------------------------|
| 1. Reaktan vanilin             | 5. Produk variasi 1 mL   |
| 2. Reaktan <i>p</i> -anisidina | 6. Produk variasi 1,5 mL |
| 3. Produk variasi 0 mL         | 7. Produk variasi 2 mL   |
| 4. Produk variasi 0,5 mL       |                          |

Berdasarkan Gambar 4.5, dapat diketahui bahwa pada panjang gelombang 254 nm diperoleh spot yang berwarna abu-abu sampai hitam. Sedangkan pada panjang gelombang 366 nm diperoleh spot yang berwarna abu abu untuk vanilin, coklat kehitaman untuk *p*-anisidina, dan kuning untuk produk basa Schiff. Dalam hal ini, pada kedua panjang gelombang tersebut masing-masing totolan juga menghasilkan 1 spot.

Proses pendektsian spot dengan menggunakan sinar UV pada kedua panjang gelombang tersebut akan menghasilkan fluoresensi. Menurut Sudarmadji (1996), pada panjang gelombang 254 nm, lempeng akan mengalami fluoresensi. Di samping itu, pada panjang gelombang 366 nm, bercak (spot) akan berfluoresensi dan lempeng akan berwarna gelap.

Masing-masing spot yang terbentuk terdiri dari 2 spot reaktan pada Rf 0,78125 untuk vanilin dan 0,75 untuk *p*-anisidina. Sedangkan 5 spot sisanya merupakan spot dari senyawa basa Schiff dengan variasi volume, dimana senyawa basa Schiff variasi volume 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 mL memiliki Rf masing-masing sebesar 0,79875; 0,8125; 0,81875; 0,825; dan 0,83625. Seperti yang dikatakan oleh Kuswandi dkk. (2016) bahwa senyawa vanilin memiliki Rf sebesar 0,8. Selain itu, Adawiyah (2017) dan Khasanudin (2018) juga mengatakan bahwa Rf senyawa vanilin masing-masing adalah sebesar 0,77 dan 0,74. Sedangkan menurut Khasanudin (2018), senyawa *p*-anisidina memiliki Rf sebesar 0,76. Dalam hal ini, ketika nilai Rf senyawa produk berbeda dengan kedua reaktannya, maka dapat diduga bahwa produk tersebut merupakan senyawa target. Hal ini didukung oleh penelitian Khasanudin (2018) dan Adawiyah (2017) yang

mengatakan bahwa senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina memiliki Rf masing–masing sebesar 0,79–0,81; dan 0,84.

### 4.3 Karakterisasi Senyawa Produk

#### 4.3.1 Pengamatan Fisik Senyawa Produk

Senyawa produk yang tergolong ke dalam basa Schiff ini diamati beberapa sifat fisiknya seperti massa, warna, wujud, dan titik lebur. Hasil pengamatan tersebut dituliskan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik senyawa produk

<b>Pengamatan</b>	<b>Produk Variasi Volume Katalis</b>				
	<b>0 mL</b>	<b>0,5 mL</b>	<b>1 mL</b>	<b>1,5 mL</b>	<b>2 mL</b>
Massa (gr)	1,7989	1,8096	1,8150	1,8153	1,8684
Warna	Hijau keabuan	Hijau keabuan	Hijau keabuan	Hijau keabuan	Hijau keabuan
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Titik Lebur (°C)	128–130	128–130	129–131	127–129	130–132
Rendemen (%)	93,22	93,78	94,06	94,26	96,82

Berdasarkan Tabel 4.1, dapat diketahui bahwa produk basa Schiff memiliki wujud berupa padatan yang berwarna hijau keabuan. Massa produk dari variasi volume dari 0 sampai 2 mL mengalami peningkatan. Produk dengan variasi volume katalis sebanyak 2 mL memiliki massa yang terbanyak, yakni sebesar 1,8684 gram. Dalam hal ini, massa produk akan digunakan untuk menentukan rendemen, dimana semakin banyak volume katalis yang ditambahkan, maka nilai rendemennya juga akan semakin besar. Hal ini sesuai dengan penelitian Khasanudin (2018) bahwa pada variasi volume katalis 0; 0,25;

0,5; dan 1 mL memiliki rendemen yang meningkat seiring bertambahnya jumlah katalis. Rendemen terbesar diperoleh pada penelitian ini yakni dari produk variasi volume katalis sebanyak 2 mL dengan hasil sebesar 96,89 %.

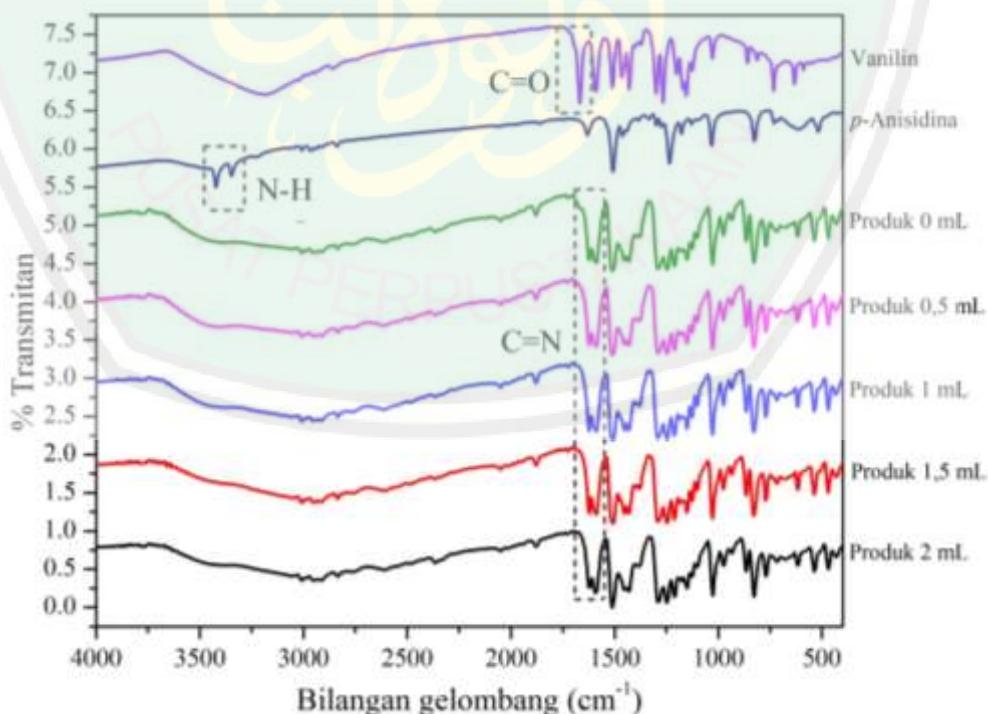
Selain itu, berdasarkan pengamatan pada Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa senyawa basa Schiff dari keseluruhan variasi volume katalis memiliki titik lebur antara 127–132 °C, dimana produk dengan variasi volume katalis 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 mL memiliki titik lebur masing–masing sebesar 128–130; 128–130; 129–131; 127–129; dan 130–132 °C. Dalam hal ini, masing–masing titik lebur memiliki jarak titik lebur sebesar 2 °C, dimana senyawa yang memiliki jarak titik lebur yang sempit dapat dikatakan bahwa senyawa tersebut sudah murni. Kelima produk hasil sintesis tersebut menghasilkan nilai titik lebur yang berbeda dengan reaktan vanilin maupun *p*-anisidina, dimana menurut Lide (2003) vanilin memiliki titik lebur sebesar 81,5 °C, sedangkan *p*-anisidina memiliki titik lebur sebesar 57,2 °C. Adanya perbedaan titik lebur produk dengan reaktan ini dapat diketahui bahwa senyawa basa Schiff telah terbentuk. Dalam hal ini, beberapa peneliti juga telah melakukan penelitian tentang uji titik lebur terhadap senyawa basa Schiff. Singh dkk. (2008) mengatakan bahwa senyawa basa Schiff yang dibentuk dari reaksi vanilin dengan *p*-anisidina yang menggunakan pelarut etanol dan aseton menghasilkan titik lebur sebesar 128,5 °C.

#### **4.3.2 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FT-IR**

Spektrofotometer FT-IR (*Fourier Transform-Infra Red*) merupakan salah satu jenis dari instrumentasi *infrared* yang sering digunakan. Alat ini memiliki metode yang didasarkan pada pengamatan interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah yang memiliki panjang gelombang

sebesar 2,5-50  $\mu\text{m}$  atau pada bilangan gelombang sekitar 4000-200  $\text{cm}^{-1}$ . Instrumentasi yang tergolong kedalam *infrared* pertengahan ini digunakan untuk menganalisis molekul senyawa organik, dimana alat ini akan mendeteksi gugus fungsional yang terdapat dalam suatu senyawa atau campuran.

Spektrofotometer ini didalamnya terdapat sinar *infrared* yang diserap oleh sampel dan yang lainnya ditransmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar *infrared* dapat lolos menuju detektor dan sinyal yang terukur kemudian diterima oleh rekorder sehingga diperoleh spektra yang ditunjukkan pada Gambar 4.6. Spektra ini merupakan hubungan dari bilangan gelombang dengan % transmitan, dimana % transmitan ini menunjukkan seberapa banyak sinar yang diteruskan. Hasil spektra tersebut selanjutnya dapat dianalisis secara kualitatif untuk menunjukkan gugus fungsi apa saja yang terdapat di dalam sampel.



Gambar 4.6 Hasil spektra FT-IR reaktan dan produk

Berdasarkan hasil FT-IR pada Gambar 4.6, dapat diketahui bahwa pada reaktan vanilin terdapat gugus C=O yang berada pada daerah  $1666\text{ cm}^{-1}$  dengan serapan yang tajam. Di samping itu, pada reaktan *p*-anisidina terdapat gugus N–H yang berada pada daerah  $3350\text{--}3320\text{ cm}^{-1}$  dengan serapan yang tajam. Sedangkan pada produk terdapat gugus C=N yang tidak terdapat pada kedua reaktan, dimana terdapat pada daerah  $1625\text{--}1622\text{ cm}^{-1}$  dengan serapan yang tajam. Hal ini dapat dikatakan bahwa senyawa baru telah terbentuk. Puncak–puncak yang dihasilkan oleh produk dapat dilihat pada Tabel 4.2 di bawah ini.

Tabel 4.2 Hasil FTIR pada produk basa Schiff

<b>Gugus Fungsi</b>	<b>Bilangan Gelombang (<math>\text{cm}^{-1}</math>)</b>				
	0 mL	0,5 mL	1 mL	1,5 mL	2 mL
O–H ( <i>stretch</i> )	3379,82	3377,89	3408,75	3390,21	3387,53
C–H <sub>sp2</sub> ( <i>stretch</i> )	3007,58	3007,58	3009,51	3009,51	3007,58
C–H <sub>sp3</sub> ( <i>stretch</i> )	2951,65	2951,65	2953,58	2953,58	2949,72
<i>Overtone</i> aromatik	1879,3	1879,3	1879,3	1879,3	1879,3
C=N ( <i>stretch</i> )	1622,79	1624,71	1624,71	1624,71	1622,79
C=C aromatik ( <i>stretch</i> )	1510,92	1510,92	1507,06	1507,06	1512,85
	dan	dan	dan	dan	dan 1590
	1588,07	1588,07	1588,07	1588,07	
	1246,69	1246,69	1246,69	1246,69	1248,62
Ph–O–C	dan	dan	dan	dan	dan
	1028,75	1028,75	1028,75	1028,75	1026,82
C–O fenol ( <i>stretch</i> )	1211,98	1211,98	1211,98	1211,98	1211,98
C–H oop aromatik ( <i>bend</i> )	828,17	828,17	828,17	828,17	828,17

Berdasarkan Tabel 4.2, dapat diketahui bahwa pada daerah  $3377\text{--}3408\text{ cm}^{-1}$  terdapat serapan gugus O–H (*stretch*) dengan puncak yang melebar. Daerah  $3010\text{--}3007\text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan untuk gugus C–H<sub>sp2</sub> (*stretch*). Sedangkan daerah  $2954\text{--}2949\text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan untuk gugus C–H<sub>sp3</sub> (*stretch*). Selain itu, terdapat *overtone* aromatik pada daerah  $1879,3\text{ cm}^{-1}$ . Gugus C=N (*stretch*)

yang merupakan gugus fungsi khas dari produk basa Schiff ini terdapat pada daerah  $1625\text{--}1622\text{ cm}^{-1}$ . Dalam hal ini, Hussain (2014) yang telah melakukan penelitian sintesis basa Schiff ini juga diketahui pada daerah sekitar  $1603\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$  terdapat serapan untuk gugus C=N.

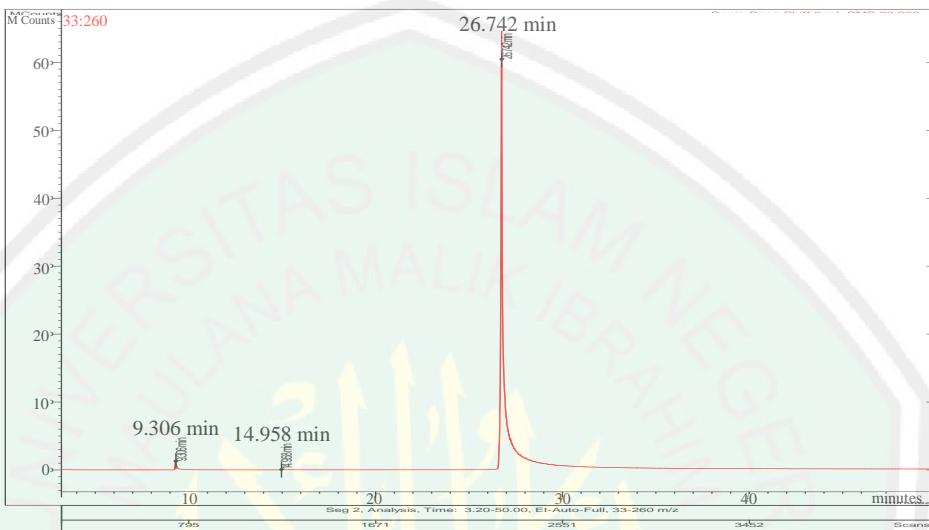
Gugus C=C aromatik (*stretch*) memiliki serapan di daerah  $1513\text{--}1507$  dan  $1590\text{--}1588\text{ cm}^{-1}$ . Selain itu, pada daerah  $1249\text{--}1246$  dan  $1029\text{--}1026\text{ cm}^{-1}$  terdapat serapan untuk gugus Ph-O-C. Di samping itu, pada daerah  $1211,98\text{ cm}^{-1}$  terdapat serapan untuk gugus C-O fenol (*stretch*). Sedangkan untuk gugus C-H aromatik (*bend*) yang terdapat pada daerah sidik jari (*out of plane*) memiliki serapan pada daerah  $828,17\text{ cm}^{-1}$ .

#### 4.3.3 Identifikasi Produk Menggunakan Spektrofotometer GC-MS

Spektrofotometer GC-MS merupakan suatu gabungan dari kedua alat yakni kromatografi gas dan spektrometer massa sebagai detektornya. Kedua alat ini memiliki fungsi yang berhubungan satu sama lain. Menurut Nugroho (2019), kromatografi gas berfungsi untuk memisahkan senyawa-senyawa yang terdapat di dalam suatu campuran serta untuk menentukan kemurnian dari suatu senyawa tersebut. Sedangkan spektrometer massa berfungsi untuk menentukan berat molekul dari senyawa-senyawa hasil pemisahan tersebut yang diperoleh dari fragmentasi yang dihasilkan.

Berdasarkan Tabel 4.1, dapat diketahui bahwa dari kelima variasi volume katalis asam, produk basa Schiff dengan volume katalis 2 mL menghasilkan nilai rendemen yang tertinggi. Sehingga produk basa Schiff yang dikarakterisasi menggunakan GC-MS adalah produk dengan variasi volume 2 mL. Sebelum analisa dilakukan, dibuat larutan dari hasil sintesis tersebut dengan konsentrasi

$\pm$  70.000 ppm yang dilarutkan dengan kloroform. Larutan tersebut kemudian diinjeksikan menggunakan *syringe* ke dalam instrumentasi. Selanjutnya diperoleh kromatogram pada Gambar 4.7.



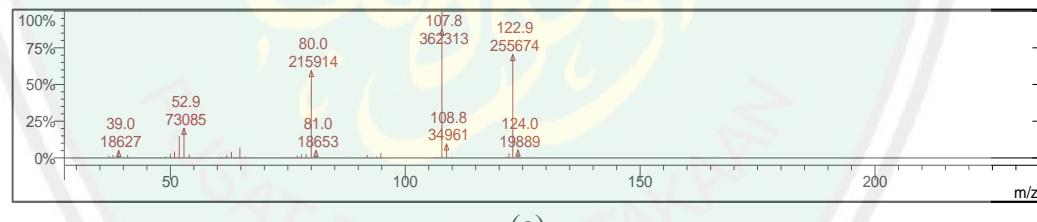
Gambar 4.7 Hasil kromatogram senyawa basa Schiff dengan variasi volume katalis 2 mL

Berdasarkan kromatogram pada Gambar 4.7, dapat diketahui bahwa diperoleh 3 puncak pada waktu retensi dan luas puncak yang berbeda–beda. Adanya 3 puncak tersebut dapat diketahui bahwa dalam produk basa Schiff dengan variasi volume 2 mL tersebut terkandung 3 senyawa didalamnya. Dalam hal ini, dapat diperoleh hasil analisa kualitatif sebagai berikut. Puncak pertama muncul pada waktu retensi sebesar 9,306 menit; puncak kedua muncul pada waktu retensi sebesar 14,958 menit; dan puncak ketiga muncul pada waktu retensi sebesar 26,742 menit. Berdasarkan data waktu retensi tersebut, dapat diketahui bahwa puncak pertama merupakan puncak untuk senyawa *p*-anisidina, puncak kedua untuk senyawa vanilin, dan puncak ketiga untuk senyawa produk basa

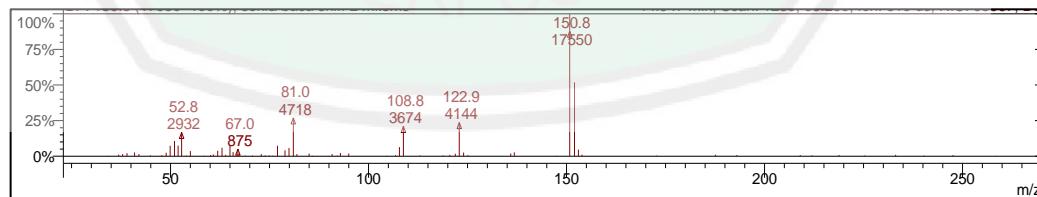
Schiff. Hal ini didasarkan pada perbedaan titik didih yang dimiliki oleh masing – masing senyawa, dimana *p*-anisidina sebesar 243 °C (Lide, 2007), vanilin sebesar 258 °C (Kumar, 2012), dan senyawa produk diduga memiliki titik didih yang lebih tinggi daripada reaktan vanilin dan *p*-anisidina. Titik didih pada produk tersebut disebabkan karena senyawa produk memiliki struktur yang lebih panjang daripada reaktan, karena semakin panjang rantai karbonnya, maka titik didihnya juga akan semakin tinggi.

Selain analisa kualitatif, kromatogram pada Gambar 4.7 juga dapat diperoleh hasil analisa kuantitatif sebagai berikut. Puncak pertama memiliki luas area sebesar 1,6733 %. Puncak kedua memiliki luas area sebesar 0,0822 %. Sedangkan puncak ketiga memiliki luas area sebesar 98,2444 %.

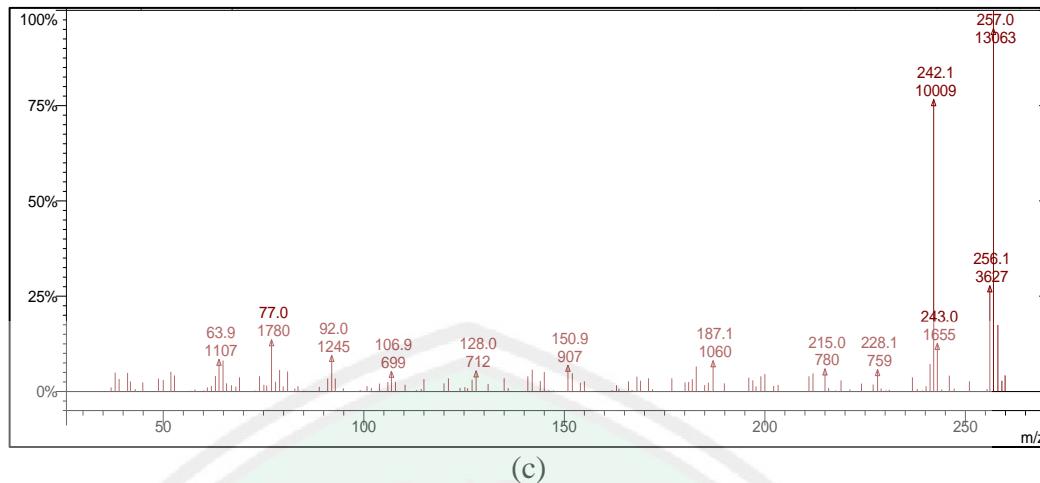
Adapun hasil spektra massa untuk ketiga puncak tersebut yakni ditunjukkan pada Gambar 4.8.



(a)

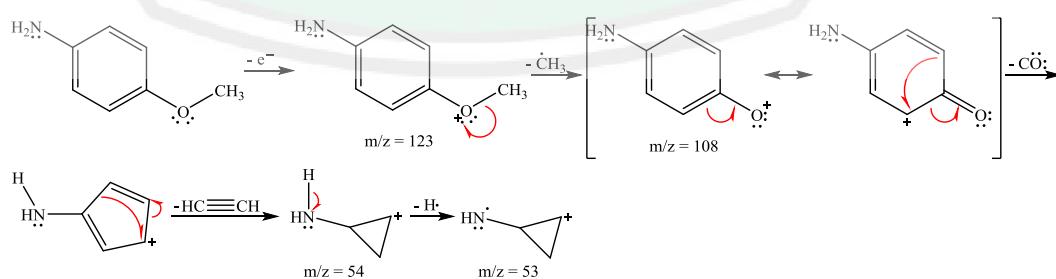


(b)



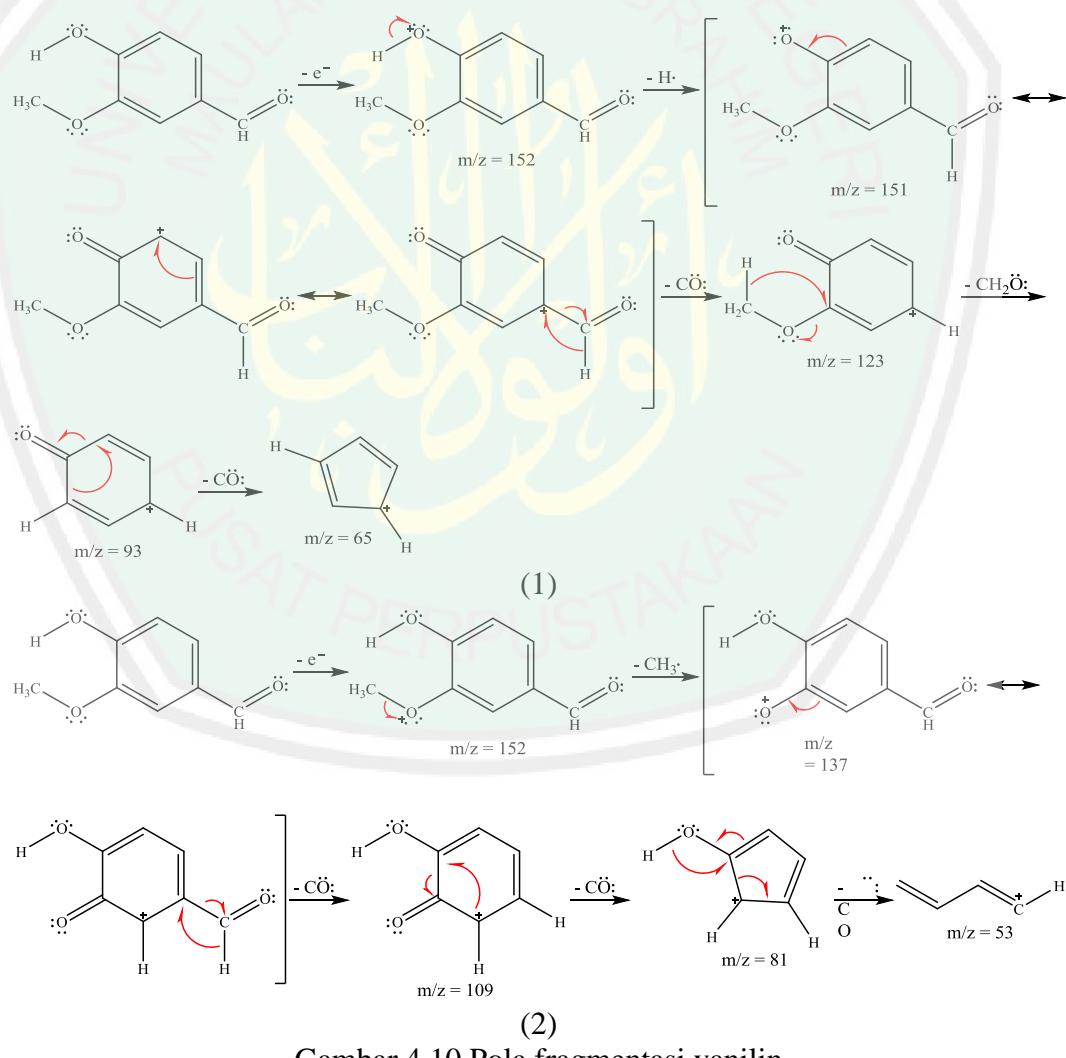
Gambar 4.8 Hasil spektra massa (a) puncak pertama, (b) puncak kedua, dan (c) puncak ketiga

Berdasarkan spektra pada Gambar 4.8 (a), dapat diketahui bahwa puncak pertama memiliki pola fragmentasi 39,0; 52,9; 80,0; 81,0; 107,8; 108,8; dan 122,9 dengan 107,8 sebagai *base peak* nya. Dalam hal ini, dapat diduga bahwa senyawa pada puncak pertama yang mempunyai ion molekular sebesar 122,9 merupakan reaktan *p*-anisidina. Hal ini dapat diketahui berdasarkan berat molekul dari *p*-anisidina menurut Lide (2007) yakni sebesar 123,152 gram/mol. Selain itu, struktur dari reaktan *p*-anisidina dapat diketahui berdasarkan hasil fragmentasi yang ditunjukkan pada Gambar 4.9.



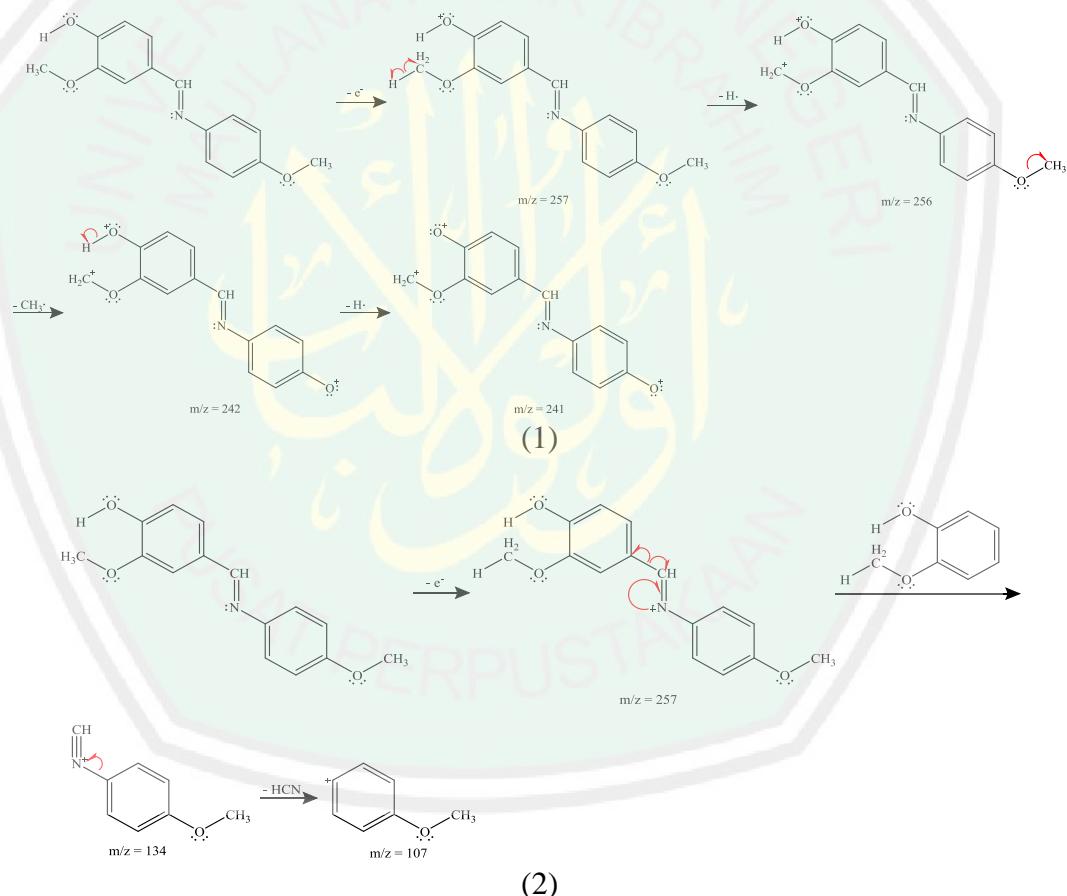
Gambar 4.9 Pola fragmentasi *p*-anisidina

Spektra massa untuk puncak kedua yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 (b) dapat diketahui bahwa senyawa ini memiliki pola fragmentasi 52,8; 67,0; 81,0; 108,8; 122,9; 150,8, dan 152. Dalam hal ini, m/z 150,8 merupakan *base peak*, sedangkan 152 sebagai ion molekulernya. Oleh karena itu, dapat diduga bahwa senyawa pada puncak kedua ini adalah vanilin, dikarenakan menurut Lide (2007) vanilin mempunyai berat molekul sebesar 152,148 gram/mol. Selain itu, hasil fragmentasi dari senyawa ini yang digunakan untuk mengetahui struktur dari reaktan vanilin dapat digambarkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Pola fragmentasi vanilin

Sedangkan spektra massa untuk puncak ketiga yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 (c) dapat diketahui bahwa senyawa ini memiliki fragmentasi yang cukup banyak, yakni 63,9; 77,0; 92,0; 106,9; 128,0; 150,9; 187,1; 215,0; 228,1; 242,1; 243,0; 256,1; dan 257,0. Dalam hal ini, m/z 257,0 berperan sebagai ion molekuler sekaligus sebagai *base peak*. Sehingga, dapat diduga bahwa senyawa pada puncak ketiga ini merupakan senyawa produk basa Schiff. Selain itu, pola fragmentasi untuk produk basa Schiff ini dapat digambarkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Pola fragmentasi produk basa Schiff

#### 4.3.4 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer

## <sup>1</sup>H-NMR

Spektrofotometer NMR merupakan suatu alat yang didasarkan pada penyerapan gelombang radio oleh inti–inti tertentu dalam suatu molekul organik, dimana molekul tersebut berada pada medan magnet yang kuat (Halborne, 1987). Spektrofotometer ini dapat diklasifikasikan menjadi 2 macam, salah satunya yakni  $^1\text{H-NMR}$ . Spektrofotometer  $^1\text{H-NMR}$  dapat memberikan informasi tentang banyaknya sinyal, nilai pergeseran kimia, luas puncak (integrasi), dan pemecahan puncak (*splitting*), yang ditunjukkan pada spektra yang terdapat pada Gambar 4.12, dimana kemudian dapat digunakan untuk memberikan informasi struktural mengenai atom – atom hidrogen yang terdapat dalam molekul organik.

Gambar 4.12 Hasil spektra  $^1\text{H-NMR}$  produk basa Schiff variasi volume katalis 2 mL

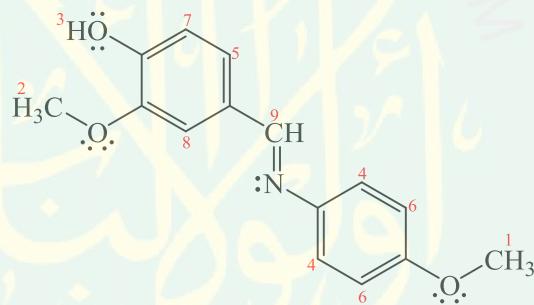
Berdasarkan Gambar 4.12, dapat diketahui bahwa produk basa Schiff dengan variasi volume katalis 2 mL memiliki 9 puncak yang dapat dituliskan pada

tabel 3 berikut. Dalam hal ini, senyawa produk diukur pada 500 MHz. Pelarut yang digunakan yakni  $\text{CDCl}_3$ .

Tabel 4.3 Hasil  $^1\text{H-NMR}$  produk variasi volume katalis 2 mL

No	Interferensi	Pergeseran kimia (ppm)	Integrasi	Splitting
1.	$\text{O}-\text{CH}_3$	3,8318	3H	<i>singlet</i>
2.	$\text{O}-\text{CH}_3$	3,9876	3H	<i>singlet</i>
3.	$\text{O}-\text{H}$	6,0261	1H	<i>singlet</i>
4.	C–H	6,91 – 6,94	2H	<i>doublet</i>
5.	C–H	6,97 – 6,99	1H	<i>doublet</i>
6.	C–H	7,19 – 7,21	2H	<i>doublet</i>
7.	C–H	7,23 – 7,25	1H	<i>doublet</i>
8.	C–H	7,6099	1H	<i>singlet</i>
9.	$\text{CH}=\text{N}$	8,3646	1H	<i>singlet</i>

Keterangan :



Masing–masing puncak tersebut dapat diketahui memiliki nilai pergeseran kimia yang berbeda–beda, dengan integrasi dan *splitting* yang berbeda pula. Puncak pada gugus  $\text{O}-\text{CH}_3$  yang pertama memiliki nilai pergeseran kimia ( $\delta$ ) sebesar 3,8318 ppm (3H, *singlet*). Sedangkan puncak pada gugus  $\text{O}-\text{CH}_3$  yang kedua memiliki nilai pergeseran kimia ( $\delta$ ) sebesar 3,9876 ppm (3H, *singlet*). Serapan puncak ketiga dengan nilai pergeseran kimia ( $\delta$ ) sebesar 6,0261 ppm (1H, *singlet*) dimiliki oleh gugus  $\text{O}-\text{H}$ . Untuk gugus C–H (4) dan (6) memiliki 2 proton dengan penampakan *doublet* yang masing–masing mempunyai nilai pergeseran kimia ( $\delta$ ) sebesar 6,91 – 6,94 dan 7,19 – 7,21 ppm. Selain itu, untuk gugus C–H (5) dan (7)

memiliki 1 proton dengan penampakan *doublet* yang masing–masing mempunyai nilai pergeseran kimia ( $\delta$ ) sebesar 6,97 – 6,99 dan 7,23 – 7,25 ppm. Sedangkan gugus C–H (8) memiliki 1 proton dengan penampakan *singlet* yang mempunyai nilai pergeseran kimia ( $\delta$ ) sebesar 7,6099 ppm. Gugus CH=N yang merupakan ciri khas dari senyawa basa Schiff muncul pada pergeseran kimia 8,3646 ppm dengan memiliki 1 proton dengan penampakan *singlet*. Dalam hal ini, Koylu (2016) juga telah mengkarakterisasi senyawa basa Schiff nya dengan  $^1\text{H-NMR}$  pada 400 MHz menggunakan pelarut DMSO-d<sub>6</sub>, dimana gugus CH=N muncul pada pergeseran kimia 8,60 ppm. Selain itu, Hussain (2014) juga telah mengkarakterisasi senyawa basa Schiff nya dengan  $^1\text{H-NMR}$  pada 600 MHz menggunakan pelarut DMSO, dimana gugus CH=N muncul pada pergeseran kimia 8,764 ppm untuk senyawa 2-hidroksibenzaldehid dan 8,698 ppm untuk senyawa benzaldehid.

Di samping itu, pelarut yang digunakan dalam karakterisasi  $^1\text{H-NMR}$  ini muncul pada pergeseran kimia 7,26 ppm (1H, *singlet*). Nilai pergeseran kimia tersebut merupakan residu dari pelarut CDCl<sub>3</sub>, dimana dalam pelarut tersebut dimungkinkan masih terdapat sedikit CHCl<sub>3</sub> yang menyebabkan munculnya serapan H. Selain itu, juga diperoleh puncak pada nilai pergeseran kimia sebesar 1,6041 ppm (1H, *singlet*) yang merupakan nilai pergeseran kimia dari HOD (Budavari dkk., 1989). Menurut Parella (2002), hampir semua pelarut NMR mengandung jejak air dan bersifat higroskopis. Di samping itu, semakin lama pelarut tersebut disimpan, maka akan semakin banyak pula kandungan air didalamnya. Sehingga, dimungkinkan HOD ini berasal dari jejak air dalam pelarut, serapan dari atmosfer (higroskopis), ataupun dari faktor lama penyimpanan.

#### 4.4 Tinjauan Sintesis Basa Schiff dalam Perspektif Islam

Allah SWT menciptakan segala sesuatu pasti memiliki maksud dan tujuan. Salah satu ciptaan Allah SWT yang merupakan suatu anugerah bagi manusia yakni alam dan seisinya. Allah SWT berfirman pada surat Al-Anbiya' ayat 16 dan surat Ali Imran ayat 190–191 :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَا عِبَيْنَ ١٦

*“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan segala apa yang ada di antara keduanya dengan main-main.”*

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاحْتِلَافِ الَّيلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولَئِكَ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَى جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْنَا هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ١٩٠

١٩١

*“Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau Menciptakan semua ini sia-sia; Maha Suci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka.”*

Berdasarkan firman Allah SWT pada kedua surat diatas, dapat diketahui bahwa Allah SWT menciptakan alam ini untuk dapat dimanfaatkan oleh manusia. Alam ini memberikan banyak manfaat bagi manusia. Selain itu, pada surat Ali Imran tersebut terdapat kata بَاطِلًا yang menurut Kementerian Agama RI (2002) memiliki arti “sia-sia yang tidak ada faedahnya”. Dalam hal ini, Allah tidak menciptakan segala sesuatu dengan tanpa manfaat. Segala hal yang Allah telah ciptakan memiliki manfaat, salah satu diantaranya yakni buah lemon. Buah lemon yang Allah ciptakan memiliki manfaat, yakni sebagai sumber vitamin C bagi tubuh manusia. Selain itu, lemon dapat digunakan sebagai antioksidan (Krisnawan dkk., 2017), antibakteri (Indriani dkk., 2015), dan katalis alami (Dasharath,

2016). Di samping itu, menurut Sarwono (2005), lemon dapat digunakan sebagai penyedap masakan, pembuatan minuman, dan berbagai macam obat tradisional.

Pada zaman sekarang ini, telah banyak terjadi kerusakan alam, salah satu diantaranya yakni pencemaran air akibat adanya limbah kimia. Hal ini sangat bertentangan dengan perintah Allah SWT untuk tidak berbuat kerusakan terhadap alam, yang difirmankan dalam surat Ar-Rum ayat 41 yakni :

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ إِلَيْنَاهُمْ بَعْضُ الَّذِي عَمِلُوا

لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ٤١

*“Telah tampak kerusakan di darat dan dilaut disebabkan karena perbuatan tangan manusia; Allah Menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”*

Berdasarkan surat Ar-Rum ayat 41 diatas, dapat dilihat beberapa kata yang dapat ditelusuri definisi lainnya yang mirip, yakni kata ظَهَرَ yang pada awalnya diartikan sebagai “terjadinya sesuatu di permukaan bumi”. Sehingga, karena berada di permukaan, maka diartikan sebagai “nampak” dan “diketahui dengan jelas” (Shihab, 2002). Hal yang nampak ini yakni berupa adanya pencemaran air berupa limbah kimia di sungai, laut, dan sebagainya.

Kata ظَهَرَ yang pada awalnya diartikan sebagai “keluarnya sesuatu dari keseimbangan, baik sedikit maupun banyak”. Definisi dari kata ini dapat diartikan sebagai “kerusakan lingkungan”, karena juga dikaitkan pada kata في الْبَرِّ وَالْبَحْرِ yang berarti “di darat dan di laut” (Shihab, 2002). Kata بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ yang pada awalnya diartikan sebagai “disebabkan karena perbuatan tangan manusia” (Rifa’I, 2008). Perbuatan tangan manusia yang dimaksud dalam hal ini yakni

menggunakan senyawa kimia yang dapat menghasilkan limbah yang mencemari lingkungan.

Selain alam, Allah juga menciptakan akal pada manusia. Hal ini agar dapat digunakan untuk berpikir, salah satunya yakni berpikir mengenai cara mengatasi kerusakan alam. Dalam hal ini, Allah telah berfirman pada surat Al-Balad ayat 10, yakni :

وَهَدَيْنَاهُ النَّجْدَيْنِ ١٠

*“Dan Kami telah Menunjukkan kepadanya dua jalan (kebaikan dan kejahanatan).”*

Berdasarkan Firman Allah diatas, dapat diketahui bahwa Allah telah menunjukkan dua jalan, yakni kebaikan dan kejahanan. Kebaikan ini diartikan sebagai suatu jalan yang benar, yakni dengan mengatasi kerusakan alam yang terjadi. Sedangkan kejahanan ini diartikan sebagai suatu jalan yang salah, yakni tetap berbuat kerusakan pada alam. Dengan adanya akal, manusia dapat memilih jalan yang terbaik yang dapat memberikan banyak manfaat serta tidak memberikan dampak negatif pada makhluk hidup dan lingkungan sekitar. Salah satu cara untuk mengurangi penghasilan limbah kimia yang semakin hari semakin banyak jumlahnya, penggunaan buah lemon sebagai salah satu cara untuk mengurangi terbentuknya limbah kimia merupakan suatu jalan untuk mengatasi kerusakan alam.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

1. Volume katalis asam alami jus lemon (*Citrus limon L.*) pada reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menghasilkan rendemen terbesar adalah pada variasi volume 2 mL dengan rendemen massa sebesar 96,82 %.
2. Hasil karakterisasi produk hasil sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menggunakan katalis asam alami jus lemon (*Citrus limon L.*) antara lain memiliki wujud padatan yang berwarna hijau keabuan dengan titik leleh volume katalis 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2 mL masing-masing sebesar 128–130; 128–130; 129–131; 127–129; dan 130–132 °C. Monitoring dengan KLT pada masing-masing produk menghasilkan 1 spot berwarna abu-abu sampai hitam pada panjang gelombang 254 nm dan berwarna kuning pada panjang gelombang 366 nm, dengan nilai R<sub>f</sub> sebesar 0,79875–0,83625. Hasil karakterisasi menggunakan FT-IR menunjukkan adanya serapan khas senyawa target berupa gugus C=N pada bilangan gelombang 1624,71–1622,75 cm<sup>-1</sup>. Hasil karakterisasi menggunakan GC-MS pada produk dengan randemen tertinggi menunjukkan senyawa basa Schiff yang muncul pada waktu retensi 26,742 menit dengan luas area sebesar 98,2444 % yang menghasilkan % hasil sebesar 95,12 %, dimana memiliki ion molekuler (m/z) sebesar 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target 2-metoksi-4-[(4metoksifenilimino)-metil]-fenol. Hasil karakterisasi menggunakan

<sup>1</sup>H-NMR menunjukkan interferensi gugus CH=N pada pergeseran kimia 8,3646 ppm (1H, *singlet*).

## 5.2 Saran

Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan GC-MS pada setiap variasi volume katalis. Selain itu, perlu adanya pengujian aktivitas senyawa basa Schiff ini sebagai senyawa antimikroba, antiinflamasi, antikanker, inhibitor korosi, toksisitas, dan antioksidan.



## DAFTAR PUSTAKA

- Adawiyah, Robi'atul. 2017. "Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin Menggunakan Metode Penggerusan". *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Al-Mahali, Imam Jalaluddin dan Imam Jalaluddin As-Suyuthi. 2006. *Tafsir Jalalain Berikut Asbabun Nuzul Ayat Surat Al-A'raf Al-Isra'*, terj. Bahrun Abu Bakar. Bandung : Sinar Baru Algensindo.
- Al-Qurthubi, Syaikh Imam. 2009. *Tafsir Al-Qurthubi* 13. Jakarta : Pustaka Azzam.
- Al-Zuhaili, Wahbah. 2003. *Tafsir Al-Munir fi al-'Aqidati wa al-Syari'ati wa al-Manhaj*. Beirut : Dar al-Fikr.
- Azizah, Yuskiya, Ahmad Hanapi, dan Tri Kustono Adi. 2015. "Synthesis of 3-(4-Hydroxy -3-Methoxyphenyl)-1-Phenyl-2-Propen-1-On and Its Antioxidant Activity Assay Using DPPH". *Alchemy*. 4(1):67-72.
- Bendale, Atul R., Rohit Bhatt, Akhil Nagar, Anil G. Jadhav, dan G. Vidyasagar. 2011. "Schiff Base Synthesis by Unconventional Route : An Innovative Green Approach". *Der Pharma Chemica*. 3(2):34-38.
- Bermejo, Almudena dan Antonio Cano. 2012. "Analysis of Nutritional Constituents in Twenty Citrus Cultivars from the Mediterranean Area at Different Stages of Ripening". *Food and Nutritons Sciences*. 3:639-650.
- Brodowska, Katarzyna dan Elzbieta Lodyga Chruscinska. 2014. "Schiff Bases – Interesting Range of Applications in Various Fields of Science". *Chemik*. 68(2):129-134.
- Budavari, S., M. Windholz, dan L. Y. Stroumtsos. 1989. *The Merck Index : An Encyclopedia of Chemical and Drugs*. New Jersey : Merck & Co.
- Chang, Raymond. 2003. *Kimia Dasar Konsep – Konsep Inti Edisi Ketiga Jilid 1*. Jakarta : Erlangga.
- Collinson, Simon R. dan David E. Fenton. 1996. "Metal Complexes of Bibracchial Schiff Base Macrocycles". *Coordinator Chemistry Reviews*. 148:19-40.
- Departemen Agama RI. 2011. *Al-Qur'an dan Tafsirnya*. Jakarta : Lentera Abadi.
- Fessenden, R. J. dan J. S. Fessenden. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta : Erlangga.

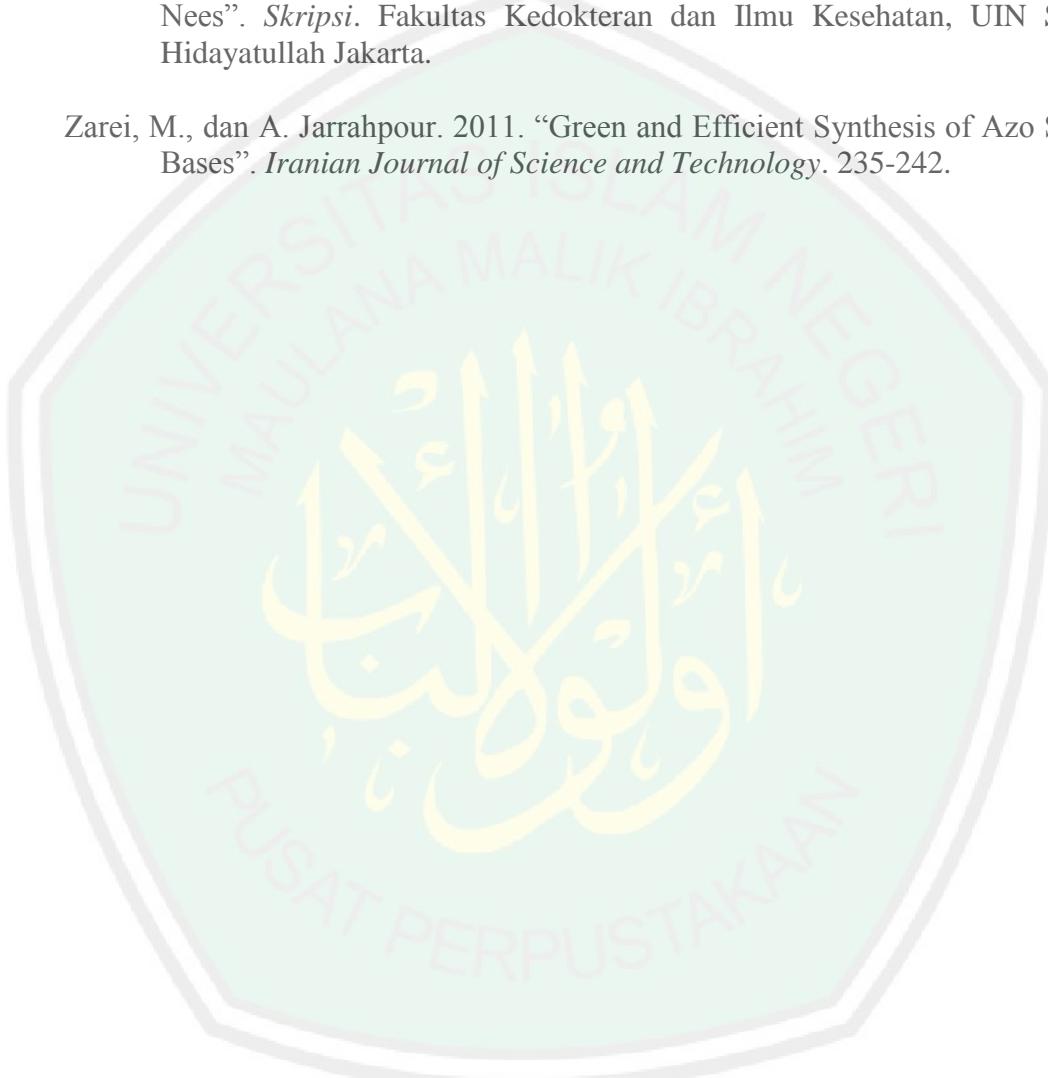
- Gandjar, I. G. dan RohmanA. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Gwaram, Nura Suleiman dan Pouya Hassandarvish. 2014. “Synthesis, Characterization and Anticancer Studies of Some Morpholine Derived Schiff Bases and Their Metal Complexes”. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*. 4(10):75-80.
- Hanapi, Ahmad. 2017. “Optimasi Kondisi Reaksi Pembentukan Senyawa Basa Schiff Turunan Vanilin”. *Laporan Hasil Penelitian Penguatan Program Studi*. Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Harbourne, J. B. 1987. *Metode Fitokimia : Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan*. Bandung : ITB.
- Hendayana, S. 1994. “Selectivity in Micellar Liquid Chromatography : Adsorption of Ionic Surfactants on Hydropobic Silicas”. USA : Desertation, Clarkson Univ.
- Hussain, Zainab, Emad Yousif, Ahmed Ahmed, dan Ali Altaie. 2014. “Synthesis and Characterization of Schiff’s Bases of Sulfamethozazole”. *Organic and Medicinal Chemistry Letters*. 4:1.
- Karadeniz, Feryal. 2004. “Main Organic Acid Distribution of Authentic Citrus Juices in Turkey”. *Turk J Agric For*. 28:267-271.
- Khasanudin, Arif. 2018. “Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan p-anisidin dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Jus Jeruk Nipis”. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Koylu, M. Z., A. Ekinci, dan M. Boyukata. 2016. “Dynamic <sup>1</sup>H NMR Studies of Schiff Base Derivatives”. *Journal of Applied Spectroscopy*. 82(6):905-909.
- Krisnawan, Alfian Hendra, Ryanto Budiono, Devi Resmi Sari, dan Weilinten Salim. 2017. “Potensi Antioksidan Ekstrak Kulit dan Perasan Daging Buah Lemon (*Citrus limon*) Lokal dan Impor”. *Prosiding Seminar Nasional 2017 Fakultas Pertanian – UMJ*. 30-34.
- Kumar, G. Vasanth, Ajay Kumar K., Raghu Patel G. R., dan S. Manjappa. 2013. “Determination of Vitamin C in Some Fruits and Vegetables in Davanagere City, (Karanataka) – India”. *Int. J. of Pharm. And Life Sci.* 4(3):2489-2491.
- Kumar, Madasamy, Tamilenth Padmini, dan Kandasamy Ponnuvel. 2014. “Synthesis, Characterization and Antioxidant Activities of Schiff Bases are of Cholesterol”. *Journal of Saudi Chemical Society*. 1-7.

- Kumar, Ravendra, P. K. Sharma, dan Prem Shanker Mishra. 2012. "A Review of The Vanillin Derivatives Showing Various Biological Activities". *International Journal of PharmTech Research*. 4(1):266-279.
- Kuswandi, M., Nur Dwi Choirulisa, dan Broto Santoso. 2016. "Pengaruh pH pada Sintesis 4-[N-(4-hidroksifenil)karboksimidoil]-2-metoksifenol Melalui Reaksi Adisi-Eliminasi". *Chimica et Natura Acta*. 4(1):34-38.
- Lide, D. R. 2007. *CRC Handbook of Chemistry and Physics 88<sup>TH</sup> Edition 2007-2008*. Boca Raton : CRC Press, Taylor and Francis.
- M. Dasharath, Chavhan, Patil Shrikant S., dan Khandekar Snehal R. 2016. "Lemon Juice : As A Natural, Environmentally Begnin and Efficient Catalyst for Acetylation of Amines and Salicylic Acid". *Int. Res. J. of Science and Engineering*. 4(3-4):85-89.
- Maila, Wardah El. 2016. "Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-toluidin Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia S.*)". *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- McNair, H. M. dan E. J. Bonelli. 1998. *Dasar Krmoatografi Gas*. Bandung : ITB.
- Metzger, Jurgen O. dan Marco Eissen. 2004. "Concepts on The Contribution of Chemistry to A Sustainable Development. Renewable raw Materials". *C. R. Chimie*. 1-13.
- Mighfar, M. Shohibul. 2017. "Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-toluidin". *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Mulyono. 2005. *Kamus Kimia*. Jakarta : Bumi Aksara.
- Niralwad, Kirti S. dan Ishwar B. Ghorade. 2015. "Natural Acid Catalyzed Synthesis of Octahydroquinazolinone Derivatives : A Green Approach". *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. 4(12):704-710.
- Nizhar, U. 2012. "Level Optimum Sari Buah Lemon (*Citrus limon*) sebagai Bahan Penggumpal Pembuatan Keju Cottage". *Skripsi*. Fakultas Peternakan, Universitas Hasanuddin Makassar.
- Nugroho, Ervan Setyo. 2019. "Sintesis Arilamida-4 dan Uji Aktivitas *In Vitro* Terhadap Matrix Metalloproteinase-9 (MMP) sebagai Kandidat Anti Kanker Payudara". *Skripsi*. Fakultas Farmasi, Universitas Sanata Dharma Yogyakarta.

- Pal, Rammohan, Shampa Khannobis, dan Taradas Sarkar. 2013. "First Application of Fruit Juice of *Citrus limon* for Facile and Green Synthesis of Bis- and Tris (Indolyl) Methanes in Water". *Chemistry Journal*. 3(1):7-12.
- Pandey, S., P. Pandey, G. Tiwari, dan K. Rai. "FTIR Spectroscopy : A Tool for Quantitative Analysis of Ciprofloxacin in Tablets". *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*. 86-90.
- Poole, Colin F. dan Salwa K. Poole. 2010. "Extraction of Organic Compounds with Room Temperature Ionic Liquids". *Journal of Chromatography A*. 1217:2268-2286.
- Pudjaatmaka, A. H. dan L. Setiono. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik, Edisi Ke-4*. Jakarta : Erlangga.
- Purwono, Bambang, Chairil Anwar, dan Ahmad Hanapi. 2013. "Syntheses of Azo-Imine Derivatives From Vanillin as An Acid Base Indicator". *Indo. J. Chem.* 13(1):1-6.
- Putra, Effendy D. L. 2004. *Kromatografi Cair Kinerja Tinggi Dalam Bidang Farmasi*. Medan : Universitas Sumatera Utara.
- Rahmawati, Fitria. 2015. "Optimasi Penggunaan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) pada Pemisahan Senyawa Alkaloid Daun Pulai (*Alstonia scholaris* L.R.Br)". *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ratnaningsih, D. 2000. *Pengetahuan Umum Tentang Kromatografi Gas Spektroskopi Massa (GCMS)*. Jakarta : Pusat Pedal-Bapedal.
- Rekha, C., G. Poornima, M. Manasa, V. Abhipsa, J. Pavithra Devi, H. T. Vijay Kumar, dan T. R. Prashith Kekuda. 2012. "Ascorbic Acid, Total Phenol Content and Antioxidant Activity of Fresh Juices of Four Ripe and Unripe Citrus Fruits". *Chemical Science Transactions*. 1(2):303-310.
- Rukmana, R. dan Y. Y. Oesman. 2001. *Jeruk Lemon*. Yogyakarta : Kartisius.
- Sahoo, Biswa Mohan, Subas Chandra Dinda, B. V. V. Kumar, Jnyanaranjan Panda, dan Pathik S. Brahmkhatriya. 2014. "Design, Green Synthesis, and Anti-Inflammatory Activity of Schiff Base of 1,3,4-oxadiazole Analogues". *Letters in Drug Design and Discovery*. 11:82-89.
- Sastrohamidjojo, H. 1982. *Spektroskopi Massa*. Yogyakarta : UGM.
- \_\_\_\_\_. 1985. *Spektroskopi*. Yogyakarta : Liberty.

- Sharma, Upendra K., Swati Sood, Nandini Sharma, Praveen Rahi, Rakesh Kumar, Arun K. Sinha, dan Arvind Gulati. 2013. "Synthesis and SAR Investigation of Natural Phenylpropene-derived methoxylated cinnamaldehydes and Their Novel Schiff Bases As Potent Antimicrobial and Antioxidant Agents". *Medicinal Chemistry Research*.
- Shihab, M. Quraish. *Tafsir Al-Mishbah : Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta : Lentera Hati.
- Silverstein, R. M., F. X. Webster, dan D. J. Kiemle. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Hoboken : John Wiley and Sons Inc.
- Singh, N. B., S. S. Das, Preeti Gupta, Ashutosh Gupta, dan Roland Frohlich. 2008. "Vanillin-p-Anisidine System : Solid-State Reaction and Density Functional Theory Studies". *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* 490:106-123.
- Sinulingga, Rimenda. 2013. "Sintesis Basa Schiff Melalui Reaksi Kondensasi Etilendiamina dengan Aldehida Hasil Ozonolisis Minyak Jarak (*Ricinus communis Linn*) dan Pemanfaatannya sebagai Inhibitor Korosi Terhadap Logam Seng". *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sumatera Utara Medan.
- Skoog, Douglas A. 2004. *Fundamental of Analytical Chemistry Eight Edition*. Kanada : Brook/Cole.
- Stanley, H. P., J. B. Hendrickson, Donald J. Cram, dan G. S. Hammond. 1988. *Kimia Organik I*. Bandung : ITB.
- Sudarmadji, S. 1996. *Teknik Analisis Biokimia*. Yogyakarta : Liberty Yogyakarta.
- Sykes, Bridget M., Graham J. Atwell, Alison Hogg, William R. Wilson, Charmian J. O'Connor, dan William A. Denny. 1999. "N-Substituted 2-(2,6-Dinitrophenilamino)propanamides : Novel Prodrugs That Release a Primary Amine via Nitroreduction and Intramolecular Cyclization". *J. Med. Chem.* 42:346-355.
- Vaghasiya, Yogesh Kumar, Rathish Nair, Mayur Soni, Shipra Baluja, dan Sumitra Chanda. 2004. "Synthesis, Structural Determination and Antibacterial Activity of Comounds Derived from Vanillin and 4-aminoantipyrine". *J. Serb. Chem. Soc.* 69(12):991-998.
- Wahab, Aneela, Syed Sajjad Haider, Iffat Mahmood, Talat Mahmood, Sikandar Khan Sherwati, dan Sandaleen Kanwal. 2014. "Synthesis of Schiff Bases From Natural Product and Their Remarkable Antimicrobial and Antioxidant Activity". *Fuuast J. Biol.* 4(1):27-32.

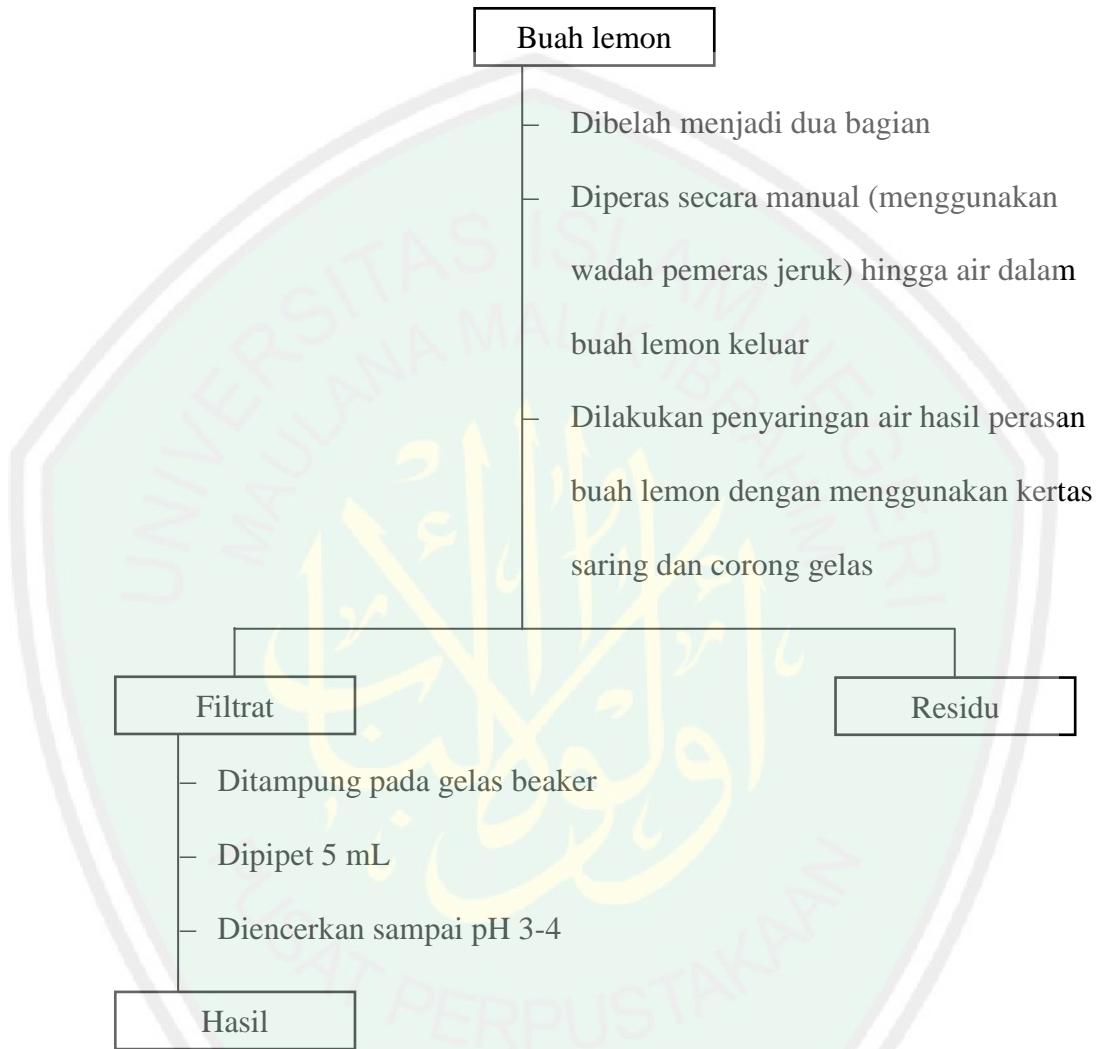
- Wulandari, Lestyo. 2011. *Kromatografi Lapis Tipis*. Jember : Taman Kampus Presindo.
- Yadav, Garima, dan Jyoti V. Mani. 2013. "Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts". *International Journal of Science and Research*. 4(2):121-127.
- Zaki, Muhammad Muwaffaq. 2013. "Isolasi Senyawa Metabolit Sekunder dari Ekstrak n-Heksana lumut Hati *Mastigophora diclados* (Brid. Ex Web Nees)". *Skripsi*. Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan, UIN Syarif Hidayatullah Jakarta.
- Zarei, M., dan A. Jarrahpour. 2011. "Green and Efficient Synthesis of Azo Schiff Bases". *Iranian Journal of Science and Technology*. 235-242.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Alir

#### L.1.1 Preparasi Katalis Asam dari Jus Lemon



### L.1.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff Mol Vanilin : *p*-anisidina (1:1) dengan Variasi Volume Katalis Asam Jus Lemon

- |  |   |
|--|---|
| <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">Vanilin</div> | <ul style="list-style-type: none"> <li>— Dimasukkan sebanyak 1,1411 gram ke dalam mortar</li> <li>— Ditambahkan dengan <i>p</i>-anisidina sebanyak 0,9237 gram</li> <li>— Ditambahkan filtrat katalis jus lemon dengan variasi volume sebesar 0 mL; 0,5 mL; 1 mL; 1,5 mL; 2 mL; dan 2,5 mL</li> <li>— Dilakukan penggerusan pada suhu ruang selama 10 menit</li> <li>— Dicuci menggunakan akuades hingga pH mencapai pH konstan</li> <li>— Dikeringkan dalam desikator</li> </ul> |
| <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">Hasil</div>   |   |

### L.1.3 Monitoring dengan KLT

- |   |   |
|---|---|
| <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">Kloroform</div>                              | <ul style="list-style-type: none"> <li>— Dimasukkan ke dalam bejana pengembang sebanyak 4,5 mL</li> <li>— Ditambahkan etanol sebanyak 0,5 mL</li> </ul> |
| <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">Campuran eluen dalam bejana pengembang</div> | <ul style="list-style-type: none"> <li>— Ditutup bejana pengembang</li> <li>— Dijenuhkan selama 1 jam</li> </ul>  |
| <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">Hasil</div>                                  |   |

**Plat KLT silika GF<sub>254</sub>**

- Dipotong dengan ukuran 8 x 10 cm
- Diberi garis batas bawah 1 cm dan garis batas atas 1 cm
- Diaktivasi menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 30 menit

**Hasil**

**Senyawa hasil sintesis dan reaktan**

- Dilarutkan dalam kloroform dengan konsentrasi masing–masing ± 50.000 mg/L
- Ditotolkan ketujuh larutan pada plat KLT silika GF<sub>254</sub> dengan letak yang bersebelahan di tepi garis batas bawah
- Dilakukan penotolan menggunakan pipa kapiler sebanyak 1 totolan
- Dibiarkan hasil totolan mengering
- Dimasukkan plat KLT tersebut ke dalam bejana pengembang berisi campuran eluen yang telah dijenuhkan
- Dilakukan elusi hingga mencapai batas akhir atas pada plat KLT
- Diangkat plat KLT
- Dikeringkan plat KLT
- Disinari plat KLT menggunakan sinar UV dengan panjang gelombang 254 dan 366 nm
- Ditandai spot yang terbentuk dari hasil totolan
- Dibandingkan spot hasil sintesis dan reaktan

**Hasil**

#### L.1.4 Uji Titik Lebur Senyawa Produk

Padatan kering hasil sintesis

- Dimasukkan ke dalam pipa kapiler
- Dimasukkan pipa kapiler ke lubang kecil pada MPA
- Dimasukkan termometer pada lubang yang cukup besar di sebelah kanan MPA
- Dinyalakan MPA
- Diputar suhu hingga  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$
- Diturunkan pemutar suhu menjadi  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$  ketika suhu mencapai  $60\%$  ( $76,8\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) dari titik lebur senyawa murni
- Diturunkan pemutar suhu menjadi  $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$  ketika suhu mencapai kurang  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $113\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) dari suhu lebur sampel
- Diamati peleburan sampel pada kaca pengamatan sambil melihat suhu pada termometer
- Dimatikan alat dengan memutar panel hingga “off”

Hasil

### L.1.5 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FT-IR

2-metoksi-4 ((4metoksifenilimino)-metil)-fenol

- Dibuat pelet
- Diambil menggunakan pinset
- Diletakkan pada kerangka yang tersedia
- Diletakkan pada spektrofotometer FTIR
- Dibuat spectra pada rentang panjang gelombang sekitar 4000 – 400  $\text{cm}^{-1}$
- Dianalisis
- Diidentifikasi gugus fungsinya

Hasil

### L.1.6 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan GC-MS

2-metoksi-4-((4metoksifenilimino)-metil)-fenol

- Dilarutkan sebanyak 1  $\mu\text{L}$  menggunakan kloroform dengan konsentrasi  $\pm 70.000 \text{ mg/L}$
- Diinjeksikan menggunakan syringe ke dalam tempat GC-MS Varian CP-3800 SATURN 2200 dengan kondisi operasional sebagai berikut :

Jenis kolom	:	AGILENT J&W DB-1
Panjang	:	30 meter
Detektor	:	QP2010
Oven	:	terprogram 100 °C (5 menit) → 290 °C (25 menit)
Temperatur injektor	:	310 °C
Tekanan gas	:	20 kPa
Kecepatan aliran gas	:	0,49 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	:	Helium

- Diamati hasil kromatogram dan spektra masing–masing puncak

Hasil

### L.1.7 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan $^1\text{H-NMR}$

2-metoksi-4-((4metoksifenilimino)-metil)-fenol

- Dilarutkan dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$
- Dimasukkan kedalam tabung NMR
- Sampel diputar sekitar sumbunya
- Dianalisis menggunakan standar yang memiliki nilai pergeseran kimia

0 ppm

Hasil

## Lampiran 2. Perhitungan

### L.2.1 Massa Vanilin

Diketahui : Mr vanilin = 152,15 g/mol

$$\text{mol vanilin} = 7,5 \text{ mmol} = 7,5 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

Ditanya : massa vanilin ... ?

Jawab :

$$\text{mol} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$7,5 \times 10^{-3} \text{ mol} = \frac{\text{massa}}{152,15 \text{ g/mol}}$$

$$\text{massa} = 7,5 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 152,15 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 1,1411 \text{ g}$$

### L.2.2 Massa *p*-anisidina

Diketahui : Mr *p*-anisidina = 123,15 g/mol

$$\text{Mol } p\text{-anisidina} = 7,5 \text{ mmol} = 7,5 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

Ditanya : massa *p*-anisidina ... ?

Jawab :

$$\text{Mol} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$7,5 \times 10^{-3} \text{ mol} = \frac{\text{massa}}{123,15 \text{ g/mol}}$$

$$\text{massa} = 7,5 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 123,15 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 0,9237 \text{ g}$$

### L.2.3 Mol Produk

Diketahui : mol vanilin = 7,5 mmol

mol *p*-anisidina = 7,5 mmol

Ditanya : mol produk ...?

Jawab :

	Vanilin	+	<i>p</i> -anisidina	→	Produk
Mula – mula	7,5 mmol		7,5 mmol		
Bereaksi	7,5 mmol		7,5 mmol		
Setimbang	–	–	–		7,5 mmol

### L.2.4 Massa Teoritis Produk

Diketahui : mol produk = 7,5 mmol

Mr produk = 257,29 gr/mol

Ditanya : massa produk ...?

Jawab :

$$\text{Massa} = \text{mol} \times \text{Mr}$$

$$\text{Massa} = 7,5 \text{ mmol} \times 257,29 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Massa} = 1,929675 \text{ g}$$

### L.2.5 Rendemen Massa Produk

Diketahui : massa produk 0 mL = 1,7989 g

massa produk 0,5 mL = 1,8096 g

massa produk 1 mL = 1,815 g

massa produk 1,5 mL = 1,8153 g

massa produk 2 mL = 1,8684 g

massa teoritis produk = 1,929675 g

Ditanya : rendemen massa produk ...?

Jawab :

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{massa produk}}{\text{massa teoritis produk}}$$

a. **0 mL**

$$\text{Rendemen} = \frac{1,7989 \text{ g}}{1,929675 \text{ g}} \times 100 \% = 93,22 \%$$

b. **0,5 mL**

$$\text{Rendemen} = \frac{1,8096 \text{ g}}{1,929675 \text{ g}} \times 100 \% = 93,78 \%$$

c. **1 mL**

$$\text{Rendemen} = \frac{1,815 \text{ g}}{1,929675 \text{ g}} \times 100 \% = 94,06 \%$$

d. **1,5 mL**

$$\text{Rendemen} = \frac{1,819 \text{ g}}{1,929675 \text{ g}} \times 100 \% = 94,26 \%$$

e. **2 mL**

$$\text{Rendemen} = \frac{1,8684 \text{ g}}{1,929675 \text{ g}} \times 100 \% = 96,82 \%$$

### L.2.6 Titik Lebur

$$\text{Suhu mencapai } 60\% = \frac{60}{100} \times 128\text{ }^{\circ}\text{C} = 76,8\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\text{Suhu mencapai kurang } 15\text{ }^{\circ}\text{C} = 128\text{ }^{\circ}\text{C} - 15\text{ }^{\circ}\text{C} = 113\text{ }^{\circ}\text{C}$$

Variasi Ulangan	0 mL (°C)	0,5 mL (°C)	1 mL (°C)	1,5 mL (°C)	2 mL (°C)
1	128 – 130	128 – 130	129 – 131	127 – 129	129 – 131
2	128 – 130	128 – 130	129 – 131	127 – 129	129 – 131
3	128 – 130	128 – 130	129 – 131	127 – 129	129 – 131
Rata – rata	128 – 130	128 – 130	129 – 131	127 – 129	129 – 131

### L.2.7 Rf Reaktan dan Produk pada KLT

Diketahui : jarak tempuh senyawa vanilin = 6,25 cm

jarak tempuh senyawa *p*-anisidina = 6 cm

jarak tempuh senyawa produk 0 mL = 6,39 cm

jarak tempuh senyawa produk 0,5 mL = 6,5 cm

jarak tempuh senyawa produk 1 mL = 6,55 cm

jarak tempuh senyawa produk 1,5 mL = 6,6 cm

jarak tempuh senyawa produk 2 mL = 6,69 cm

jarak tempuh pelarut = 8 cm

Ditanya : Rf ...?

Jawab :

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

a. Vanilin

$$Rf = \frac{6,25\text{ cm}}{8\text{ cm}} = 0,78125$$

b. *p*-anisidina

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

c. Produk 0 mL

$$Rf = \frac{6,39 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,79875$$

d. Produk 0,5 mL

$$Rf = \frac{6,5 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,8125$$

e. Produk 1 mL

$$Rf = \frac{6,55 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,81875$$

f. Produk 1,5 mL

$$Rf = \frac{6,6 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,825$$

g. Produk 2 mL

$$Rf = \frac{6,69 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,83625$$

### L.2.8 % GC

Diketahui : luas area puncak 1 = 2.186.209

luas area puncak 2 = 107.433

luas area puncak 3 = 128.355.584

luas area total = 130.649.226

Ditanya : % GC ...?

Jawab :

$$\% \text{ GC} = \frac{\text{luas area puncak}}{\text{luas area total}} \times 100 \%$$

a. Puncak 1

$$\% \text{ GC} = \frac{2.186.209}{130.649.226} \times 100 \% = 1,6733 \%$$

b. Puncak 2

$$\% \text{ GC} = \frac{107.433}{130.649.226} \times 100 \% = 0,0822 \%$$

c. Puncak 3

$$\% \text{ GC} = \frac{128.355.584}{130.649.226} \times 100 \% = 98,2444 \%$$

### L.2.9 Rendemen Hasil (% Hasil) GC

Diketahui : % GC puncak 3 = 98,2444 %

massa produk variasi volume 2 mL = 1,8684 g

massa teoritis = 1,929675 g

Ditanya : Rendemen hasil ...?

Jawab :

$$\text{Rendemen hasil} = \% \text{ GC} \times \frac{\text{massa produk}}{\text{massa produk teoritis}} \times 100 \%$$

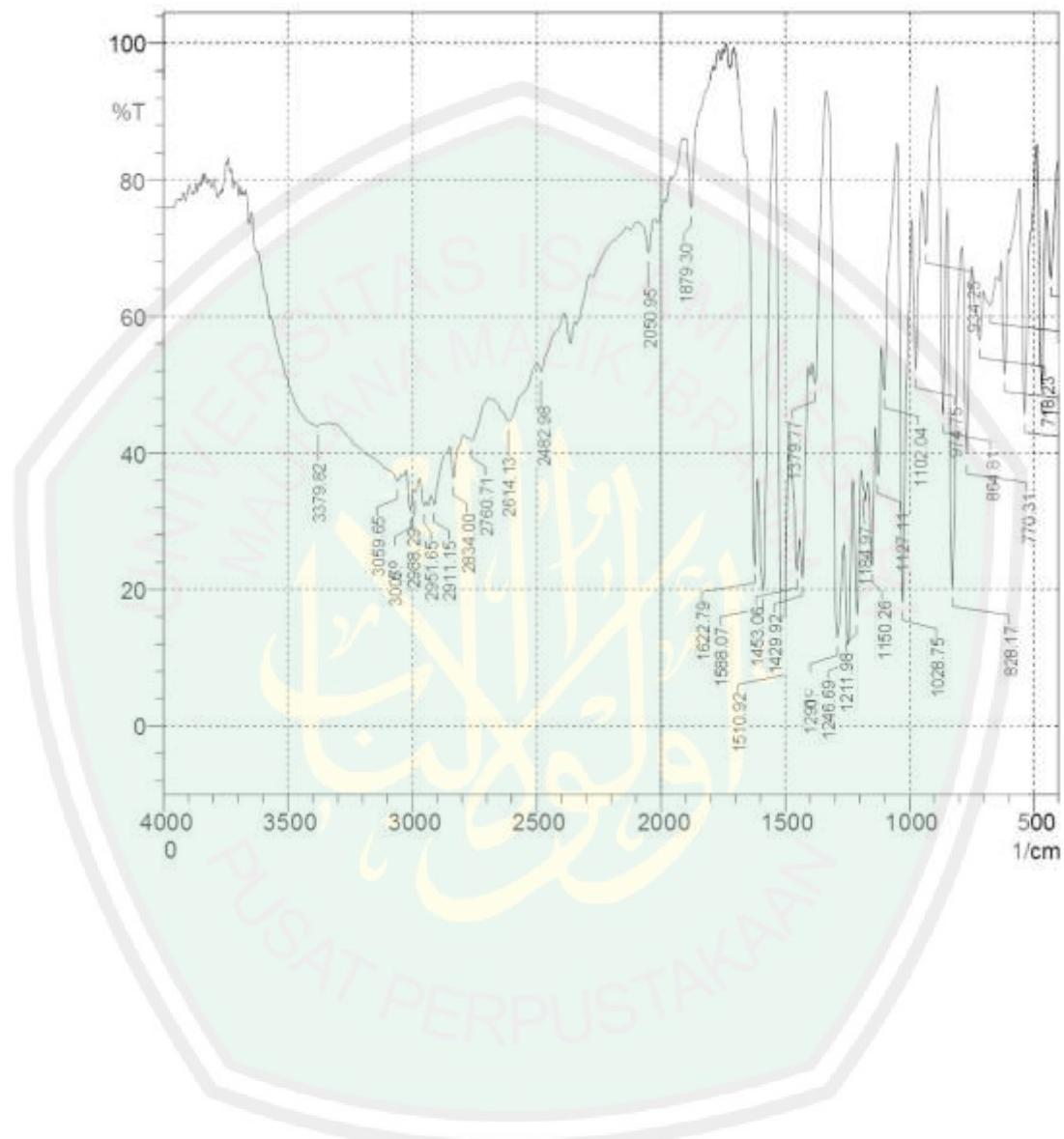
$$\text{Rendemen hasil} = \frac{98,2444}{100} \times \frac{1,8684}{1,929675} \times 100 \%$$

$$\text{Rendemen hasil} = 95,12 \%$$

### Lampiran 3. Hasil Karakterisasi

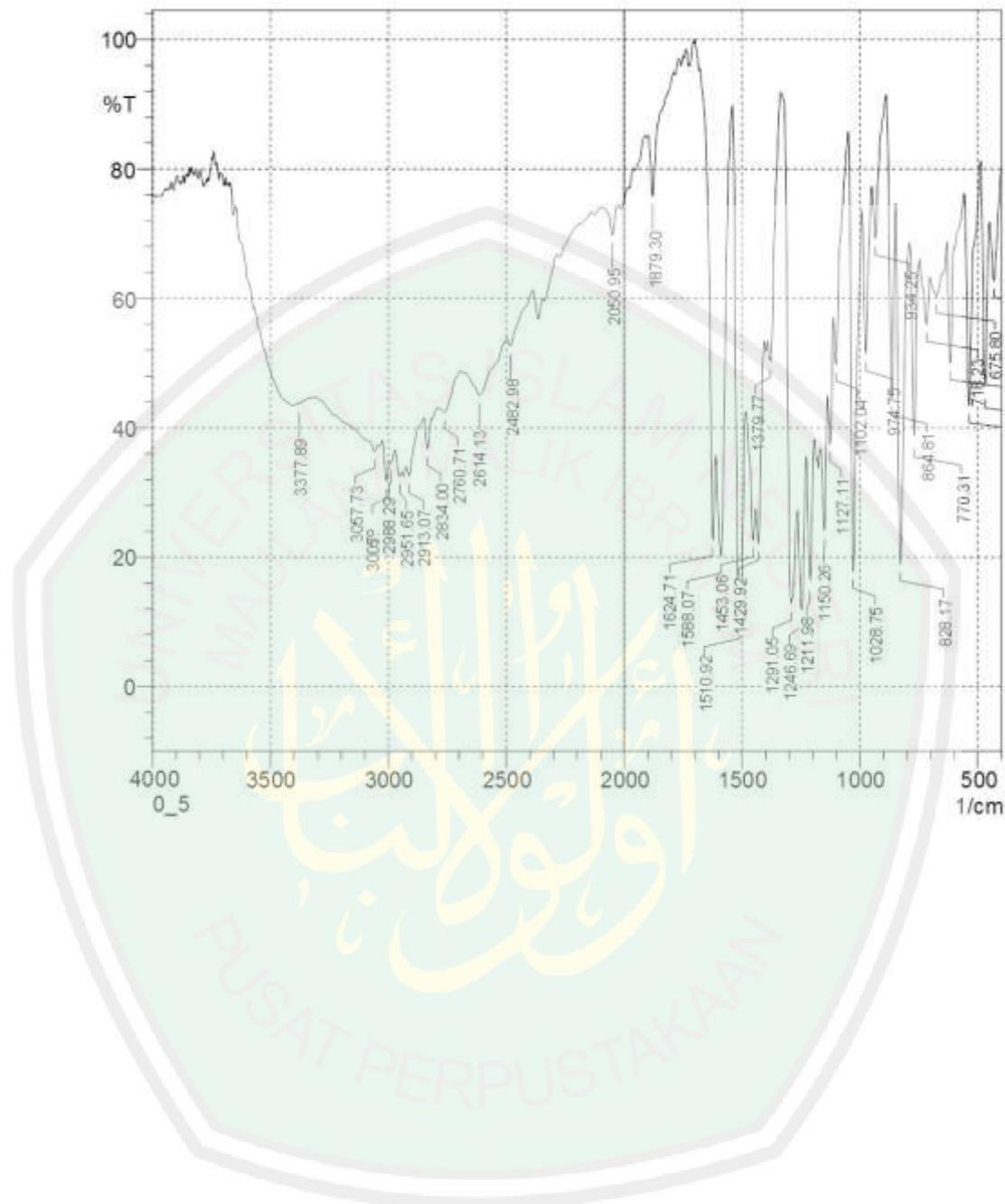
#### L.3.1 FT-IR

a. Produk 0 mL



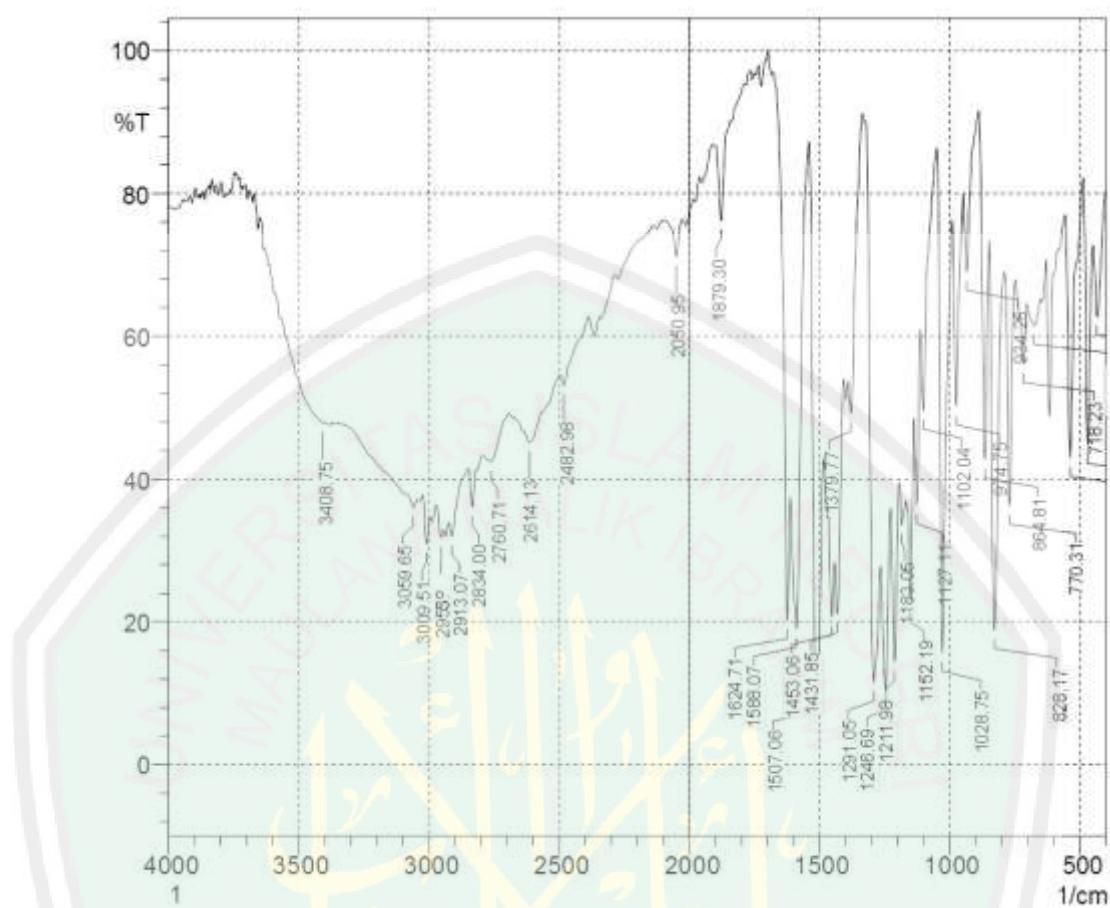
	<b>Peak</b>	<b>Intensity</b>	<b>Corr. Inte</b>	<b>Base (H)</b>	<b>Base (L)</b>	<b>Area</b>	<b>Corr. Are</b>
1	430.86	65.567	12.886	450.15	401.93	6.604	1.688
2	469.43	48.702	31.704	488.72	450.15	7.268	3.585
3	536.94	45.592	34.693	556.22	488.72	12.035	6.136
4	617.94	51.569	17.419	631.44	602.51	6.6	1.944
5	675.8	61.611	1.328	683.52	648.8	6.917	0.164
6	718.23	56.492	8.152	749.09	704.73	9.682	1.467
7	770.31	39.514	29.255	787.67	751.02	9.935	3.934
8	828.17	20.108	53.835	847.45	789.59	20.418	12.47
9	864.81	45.587	37.504	889.89	849.38	7.38	4.46
10	934.25	70.41	11.989	949.67	889.89	5.15	1.162
11	974.75	52.138	23.813	992.11	949.67	7.974	2.991
12	1028.75	18.105	63.239	1048.04	992.11	19.121	13.482
13	1102.04	49.183	10.549	1111.68	1049.97	10.762	1.077
14	1127.11	36.649	12.066	1136.76	1113.61	8.669	1.57
15	1150.26	23.569	16.481	1165.69	1138.69	13.848	2.981
16	1184.97	34.627	0.68	1192.69	1183.05	4.319	0.054
17	1211.98	16.048	20.651	1227.41	1194.62	19.777	5.53
18	1246.69	11.906	19.14	1264.05	1229.33	24.902	7.234
19	1291.05	12.95	37.467	1335.41	1265.98	32.376	12.213
20	1379.77	50.148	11.212	1391.34	1335.41	9.548	0.979
21	1429.92	21.724	14.054	1441.49	1406.77	16.912	2.656
22	1453.06	22.796	8.299	1483.92	1443.42	20.768	1.782
23	1510.92	10	54.806	1539.85	1485.85	30.767	19.295
24	1588.07	19.843	34.527	1611.21	1541.78	24.971	9.161
25	1622.79	23.501	22.707	1657.5	1613.14	14.599	3.386
26	1879.3	75.903	11.059	1898.59	1858.08	3.548	1.099
27	2050.95	69.37	4.777	2095.31	2025.88	9.693	0.649
28	2482.98	51.942	2.229	2498.41	2390.4	27.306	0.707
29	2614.13	44.628	4.993	2673.92	2498.41	56.137	3.944
30	2760.71	41.856	2.499	2791.57	2695.13	34.207	1.066
31	2834	36.37	4.488	2847.5	2818.57	12.02	0.774
32	2911.15	32.41	2.687	2924.65	2849.43	32.483	0.54
33	2951.65	32.315	1.51	2970.93	2943.93	12.857	0.342
34	2988.29	34.306	0.863	2996.01	2972.86	10.567	0.153
35	3007.58	31.603	3.987	3024.94	2997.94	12.774	0.754
36	3059.65	35.866	1.325	3310.38	3046.15	105.634	1.432
37	3379.82	43.987	0.251	3401.03	3360.53	14.394	0.048

b. Produk 0,5 mL



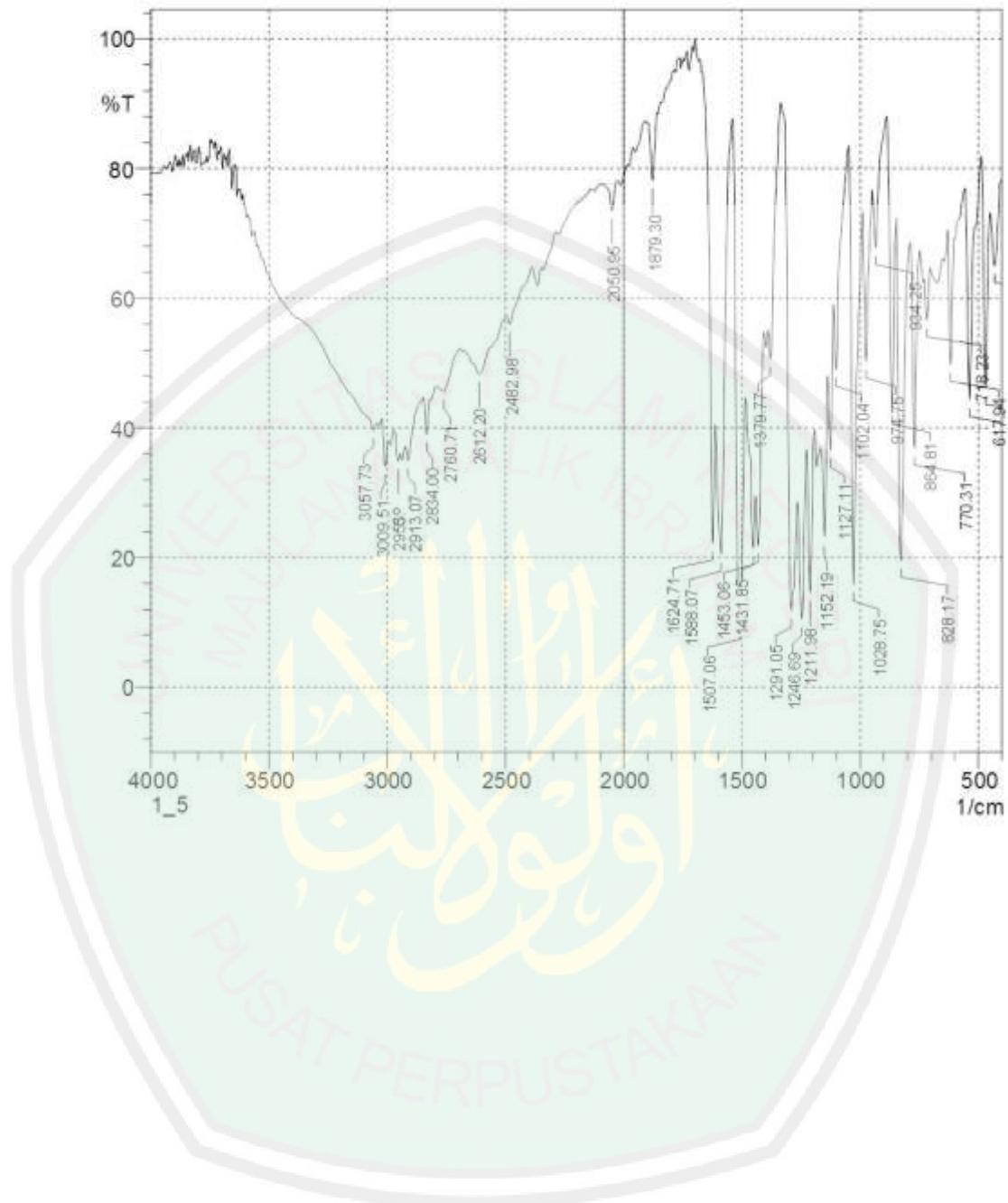
	<b>Peak</b>	<b>Intensity</b>	<b>Corr. Inte</b>	<b>Base (H)</b>	<b>Base (L)</b>	<b>Area</b>	<b>Corr. Are</b>
1	430.86	62.701	12.313	450.15	400	7.875	1.858
2	469.43	45.627	30.92	488.72	450.15	8.185	3.675
3	536.94	43.324	34.104	556.22	488.72	13.337	6.283
4	616.01	49.954	18.298	631.44	602.51	6.863	2.07
5	675.8	60.303	3.272	702.8	654.59	10.171	0.679
6	718.23	55.916	8.057	749.09	704.73	9.675	1.237
7	770.31	38.06	29.303	787.67	751.02	10.371	4.049
8	828.17	18.928	52.996	847.45	789.59	21.216	12.603
9	864.81	44.54	36.542	889.89	849.38	7.815	4.465
10	934.25	69.25	11.759	949.67	889.89	5.68	1.194
11	974.75	51.403	23.839	992.11	949.67	8.189	3.022
12	1028.75	17.787	63.575	1048.04	992.11	19.244	13.566
13	1102.04	49.814	11.06	1111.68	1049.97	10.451	1.119
14	1127.11	37.432	12.625	1136.76	1113.61	8.422	1.595
15	1150.26	24.104	17.137	1165.69	1138.69	13.545	3.018
16	1211.98	16.019	20.861	1227.41	1194.62	19.695	5.54
17	1246.69	11.866	19.347	1264.05	1229.33	24.915	7.346
18	1291.05	12.846	37.619	1335.41	1265.98	32.089	12.323
19	1379.77	50.337	11.074	1391.34	1335.41	9.593	0.957
20	1429.92	22.114	14.283	1441.49	1408.7	16.17	2.707
21	1453.06	22.66	8.37	1483.92	1443.42	20.775	1.731
22	1510.92	10	54.348	1539.85	1485.85	30.79	19.16
23	1588.07	20.1	33.713	1611.21	1541.78	24.843	8.779
24	1624.71	22.748	23.21	1678.72	1613.14	15.674	3.064
25	1879.3	75.746	10.356	1898.59	1858.08	3.661	1.037
26	2050.95	69.798	4.498	2097.24	2025.88	9.842	0.611
27	2482.98	52.655	2.135	2496.48	2390.4	26.151	0.642
28	2614.13	45.054	5.265	2673.92	2498.41	55.22	4.086
29	2760.71	42.405	2.589	2791.57	2695.13	33.581	1.052
30	2834	36.738	4.7	2847.5	2818.57	11.868	0.799
31	2913.07	32.583	2.605	2924.65	2849.43	32.139	0.564
32	2951.65	32.515	1.645	2970.93	2943.93	12.78	0.381
33	2988.29	34.641	0.842	2996.01	2972.86	10.457	0.138
34	3007.58	31.858	4.12	3024.94	2997.94	12.654	0.768
35	3057.73	36.392	1.302	3314.24	3046.15	104.847	0.792
36	3377.89	43.682	0.034	3379.82	3325.81	19.106	0

c. Produk 1 mL



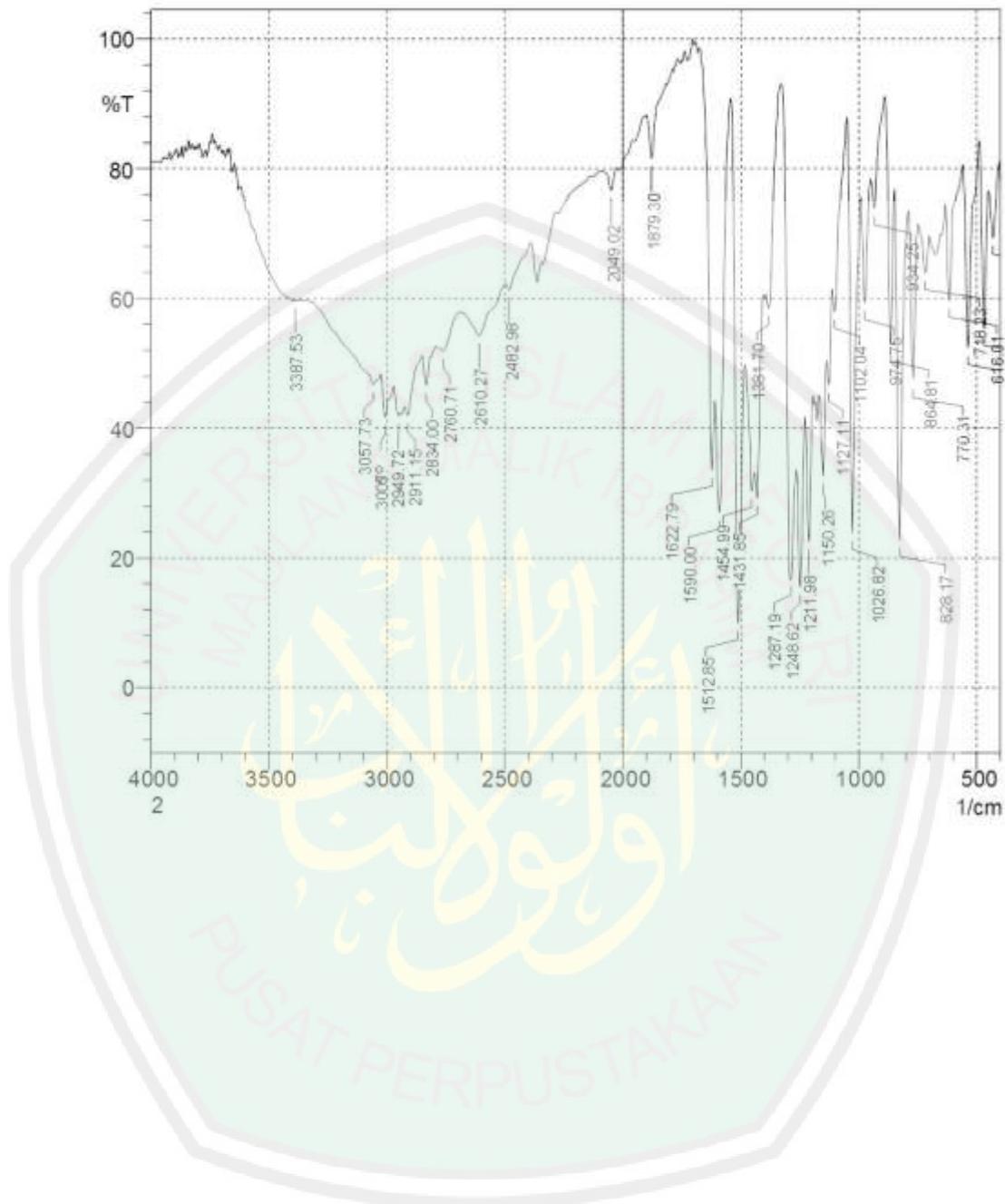
	<b>Peak</b>	<b>Intensity</b>	<b>Corr. Inte</b>	<b>Base (H)</b>	<b>Base (L)</b>	<b>Area</b>	<b>Corr. Are</b>
1	434.72	62.786	12.253	450.15	400	7.664	1.793
2	469.43	44.751	32.983	486.79	450.15	7.846	3.757
3	536.94	42.987	30.818	556.22	515.72	9.483	4.084
4	675.8	61.461	3.399	702.8	652.66	10.152	0.717
5	718.23	56.096	7.718	729.8	704.73	5.615	0.733
6	770.31	36.265	32.234	789.59	749.09	10.877	4.207
7	828.17	18.836	53.088	847.45	791.52	20.895	12.609
8	864.81	42.767	38.116	889.89	849.38	7.952	4.565
9	934.25	68.985	13.63	947.75	889.89	5.22	1.29
10	974.75	50.18	27.408	990.18	947.75	7.878	3.314
11	1028.75	15.713	66.606	1049.97	992.11	19.252	13.791
12	1102.04	49.569	16.025	1113.61	1049.97	10.292	1.433
13	1127.11	36.357	17.945	1138.69	1113.61	8.799	2.175
14	1152.19	22.617	20.562	1167.62	1138.69	14.275	3.609
15	1183.05	33.597	4.848	1192.69	1169.54	10.366	0.673
16	1211.98	14.379	22.699	1225.48	1194.62	19.034	5.861
17	1246.69	10.434	21.066	1264.05	1227.41	26.374	8.07
18	1291.05	11.511	43.319	1323.84	1265.98	32.274	14.699
19	1379.77	49.234	11.189	1389.41	1335.41	9.133	0.765
20	1431.85	21.13	14.481	1441.49	1408.7	16.317	3.156
21	1453.06	20.726	10.297	1466.56	1443.42	13.783	2.052
22	1507.06	10	50.226	1539.85	1485.85	31.646	19.805
23	1588.07	19.019	34.659	1611.21	1541.78	25.391	9.289
24	1624.71	20.221	28.109	1676.79	1613.14	15.545	3.837
25	1879.3	76.147	11.303	1896.66	1858.08	3.311	1.081
26	2050.95	71.191	5.132	2097.24	2025.88	9.042	0.659
27	2482.98	53.178	2.453	2496.48	2388.47	25.771	0.673
28	2614.13	45.141	5.613	2673.92	2498.41	54.69	4.303
29	2760.71	42.4	2.806	2791.57	2695.13	33.439	1.137
30	2834	36.111	5.332	2847.5	2820.5	11.138	0.807
31	2913.07	31.949	2.917	2922.72	2849.43	31.383	0.576
32	2953.58	31.836	2.07	2972.86	2945.86	12.815	0.348
33	3009.51	30.944	5.219	3024.94	2996.01	13.656	0.901
34	3059.65	36.031	1.394	3084.73	3046.15	16.708	0.285
35	3408.75	47.867	0.721	3549.54	3401.03	42.236	1.902

## d. Produk 1,5 mL



	<b>Peak</b>	<b>Intensity</b>	<b>Corr. Inte</b>	<b>Base (H)</b>	<b>Base (L)</b>	<b>Area</b>	<b>Corr. Are</b>
1	430.86	65.004	10.282	450.15	403.86	7.06	1.454
2	469.43	46.218	31.576	486.79	450.15	7.579	3.51
3	536.94	44.317	29.69	558.15	515.72	9.405	3.843
4	617.94	49.791	20.133	629.51	604.44	5.839	1.935
5	718.23	56.606	7.159	729.8	704.73	5.565	0.676
6	770.31	36.863	31.119	787.67	749.09	10.506	4.017
7	828.17	19.519	51.558	847.45	789.59	21.143	12.311
8	864.81	43.153	35.913	887.96	849.38	8.046	4.353
9	934.25	67.739	11.53	947.75	887.96	6.202	1.109
10	974.75	50.24	24.338	990.18	947.75	8.295	2.998
11	1028.75	15.898	63.618	1048.04	992.11	19.492	13.285
12	1102.04	48.98	13.48	1111.68	1049.97	10.616	1.303
13	1127.11	36.525	16.606	1138.69	1113.61	8.901	2.044
14	1152.19	23.021	19.824	1167.62	1138.69	14.217	3.459
15	1211.98	14.552	23.06	1225.48	1194.62	18.859	5.859
16	1246.69	10.552	21.697	1264.05	1227.41	26.049	8.121
17	1291.05	11.83	38.959	1335.41	1265.98	32.502	13.135
18	1379.77	50.7	10.676	1389.41	1335.41	8.976	0.772
19	1431.85	21.884	14.789	1441.49	1408.7	15.911	3.133
20	1453.06	21.461	10.768	1466.56	1443.42	13.418	2.071
21	1507.06	10	51.592	1539.85	1485.85	30.968	19.721
22	1588.07	20.451	35.292	1611.21	1541.78	24.052	9.107
23	1624.71	22.176	30.043	1667.14	1613.14	13.975	3.826
24	1879.3	78.164	9.63	1896.66	1860.01	2.959	0.894
25	2050.95	73.485	4.452	2093.38	2023.95	8.07	0.534
26	2482.98	56.021	2.168	2496.48	2388.47	23.813	0.556
27	2612.2	48.326	2.742	2635.34	2498.41	38.788	1.527
28	2760.71	45.548	1.626	2776.14	2695.13	25.456	0.48
29	2834	39.004	5.609	2847.5	2820.5	10.257	0.79
30	2913.07	35.028	3.018	2922.72	2849.43	28.807	0.568
31	2953.58	34.906	2.165	2972.86	2945.86	11.764	0.338
32	3009.51	34.091	5.462	3023.01	2997.94	10.964	0.854
33	3057.73	39.675	1.692	3528.32	3046.15	137.915	0.652

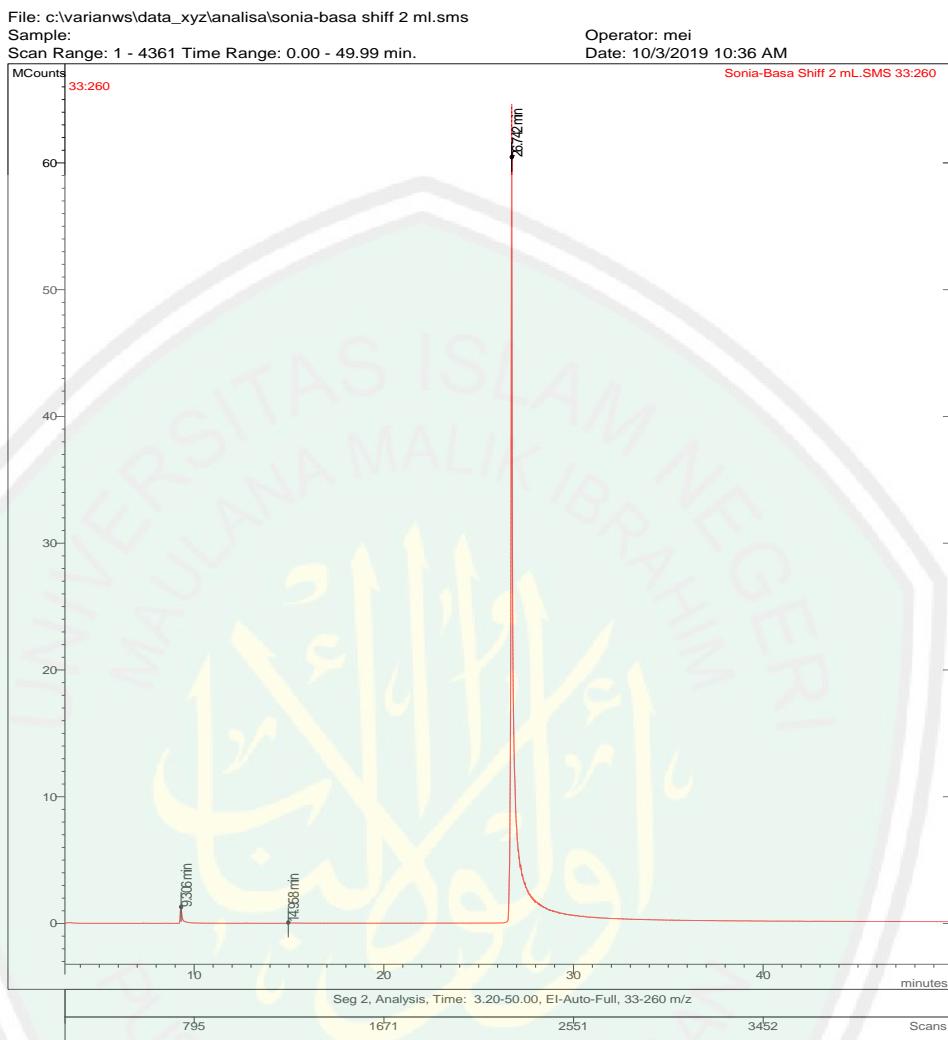
e. Produk 2 mL



	<b>Peak</b>	<b>Intensity</b>	<b>Corr. Inte</b>	<b>Base (H)</b>	<b>Base (L)</b>	<b>Area</b>	<b>Corr. Are</b>
1	430.86	69.38	9.14	450.15	405.79	5.75	1.15
2	469.43	55.38	25.07	488.72	450.15	6.44	2.78
3	536.94	52.37	29.27	558.15	490.65	10.55	4.85
4	616.01	59.68	15.9	631.44	560.08	10.23	2.3
5	718.23	63.92	6.4	749.09	700.87	8.17	0.87
6	770.31	47.24	25.32	789.59	749.09	8.9	3.25
7	828.17	22.78	52.88	849.38	789.59	17.91	10.48
8	864.81	52.87	29.42	889.89	849.38	6.4	3.27
9	934.25	73.92	8.32	951.6	889.89	5.32	0.87
10	974.75	59.38	17.56	992.11	951.6	6.7	2.14
11	1026.82	23.9	58.72	1049.97	994.03	15.63	10.53
12	1102.04	57.97	8.32	1113.61	1049.97	9.22	0.72
13	1127.11	46.72	8.32	1136.76	1113.61	6.77	0.88
14	1150.26	32.66	15.48	1167.62	1136.76	12.21	2.35
15	1211.98	22.55	20.76	1227.41	1194.62	16.14	4.28
16	1248.62	15.53	21.61	1264.05	1229.33	20.88	6.13
17	1287.19	16.86	1.41	1289.12	1265.98	14.03	0.31
18	1381.7	58.54	8.06	1393.27	1329.63	8.26	0.37
19	1431.85	29.22	11.55	1441.49	1406.77	13.56	1.81
20	1454.99	30.34	7.66	1481.99	1443.42	16.32	1.06
21	1512.85	10	58.99	1545.64	1483.92	27.29	16.57
22	1590	27.01	31.32	1609.28	1545.64	18.94	6.97
23	1622.79	33.58	20.35	1674.86	1611.21	12.25	2.46
24	1879.3	81.64	7.36	1898.59	1854.23	2.98	0.76
25	2049.02	76.66	3.32	2087.6	2027.81	6.24	0.42
26	2482.98	61.37	1.8	2498.41	2390.4	20.4	0.46
27	2610.27	54.33	5.04	2673.92	2498.41	42.17	3.2
28	2760.71	51.86	2.41	2791.57	2693.2	26.1	0.79
29	2834	46.67	4.47	2849.43	2816.64	10.24	0.69
30	2911.15	41.98	2.75	2924.65	2851.36	24.17	0.46
31	2949.72	41.89	1.58	2970.93	2942	10.58	0.34
32	3007.58	41.72	4.24	3026.87	2996.01	10.99	0.66
33	3057.73	46.81	1.15	3341.24	3046.15	80.46	0.37
34	3387.53	59.73	0.01	3391.39	3383.67	1.73	0

### L.3.2 GC-MS

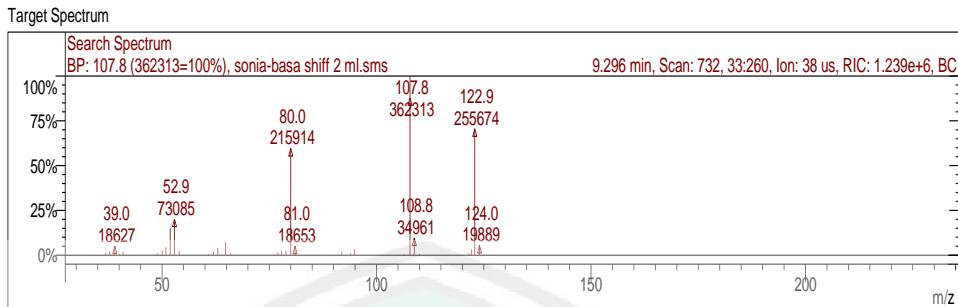
#### Chromatogram Plot



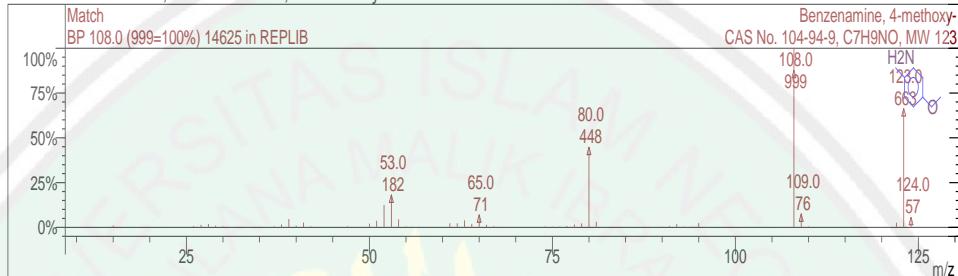
#### Target Compounds

Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	9.306	senyawa 1	2.186e+6	2186209
2	14.958	senyawa 2	107433	107433
3	26.742	senyawa 3	1.284e+8	128355584

## Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

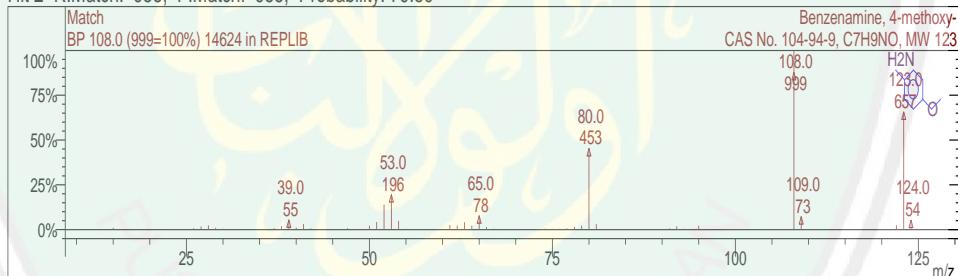


Hit 1 R.Match: 960, F.Match: 960, Probability: 79.59



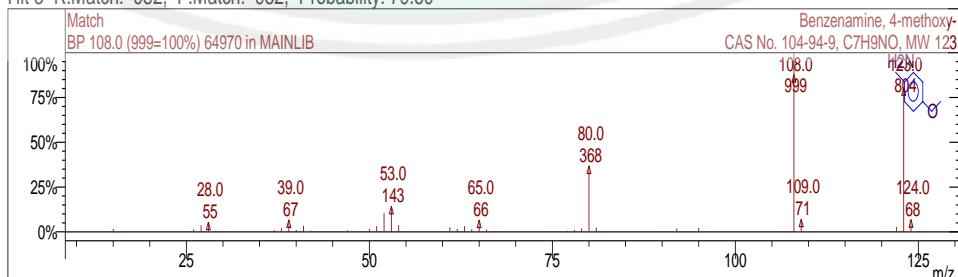
Spectrum 14625 from REPLIB Library  
Name: Benzenamine, 4-methoxy-  
Pair Count: 68 MW: 123 Formula: C7H9NO  
CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

Hit 2 R.Match: 955, F.Match: 955, Probability: 79.59



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

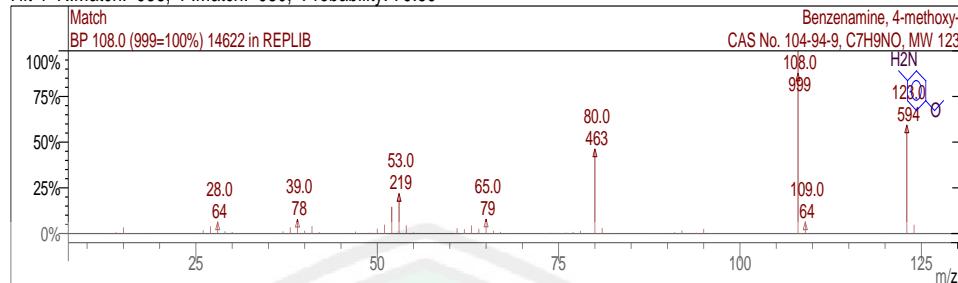
Hit 3 R.Match: 932, F.Match: 932, Probability: 79.59



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

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

Hit 4 R.Match: 938, F.Match: 930, Probability: 79.59



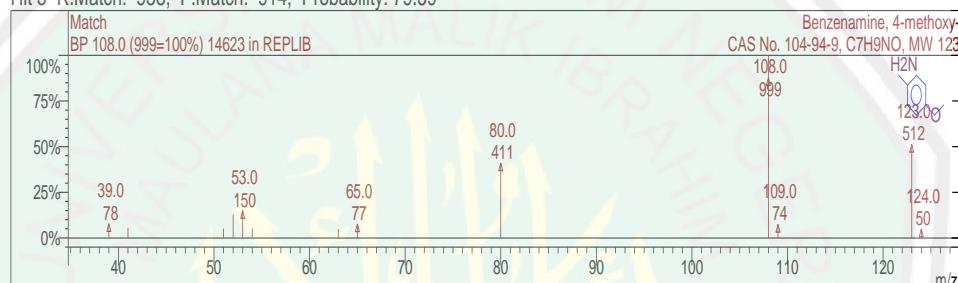
Spectrum 14622 from REPLIB Library

Name: Benzenamine, 4-methoxy-

Name: Benzethonium, Triethoxy, Pair Count: 65 MW: 123 Formula: C<sub>7</sub>H<sub>9</sub>NO

CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 13.0 - 125.0 m/z

Hit 5 R.Match: 938, F.Match: 914, Probability: 79.59



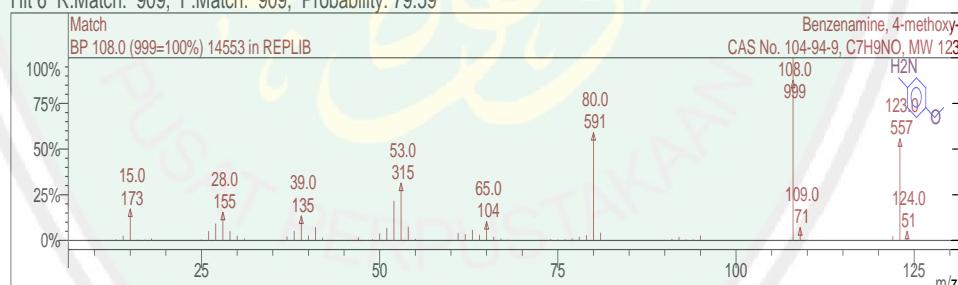
Spectrum 14623 from REPLIB Library

Name: Benzenamine 4-methoxy-

Name: Benzenamine, 4-methoxy-  
Pair Count: 13 MW: 123 Formula: C7H9NO

Pall Count: 13 MW: 123 Formula: C<sub>7</sub>H<sub>9</sub>NO  
CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 39.0 - 124.0 m/z

Hit 6 R.Match: 909, F.Match: 909, Probability: 79.59



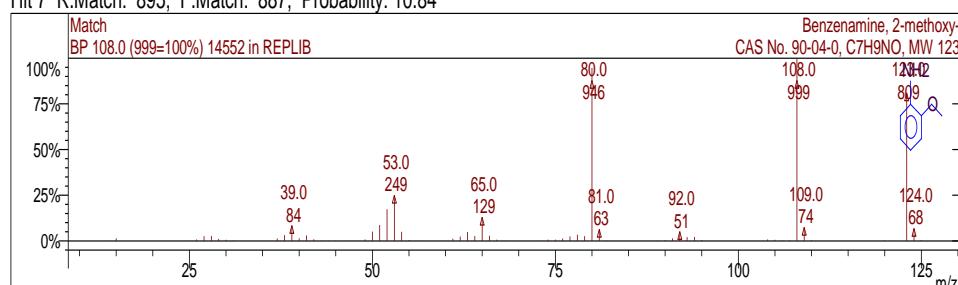
Spectrum 14553 from REPI IR Library

Name: Benzenamine 4-methoxy-

Name: Benzenamine, 4-methoxy-  
Pair Count: 86 MW: 123 Formula: C7H9NO

Patt Count: 88 MW: 123 Formula: C<sub>7</sub>H<sub>9</sub>NO  
CAS No: 104-94-9 Acquired Range: 12.0 - 126.0 m/z

Hit 7 R.Match: 895. F.Match: 887. Probability: 10.84



Spectrum 14552 from REPLIB Library

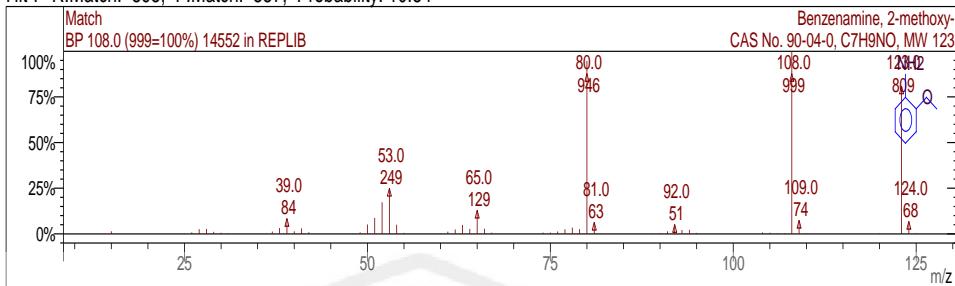
Name: Benzenamine, 2-methoxy-

Name: Benzenamine, 2-methoxy-  
Pair Count: 68 MW: 123 Formula: C7H9NO

CAS No: 90-04-0 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

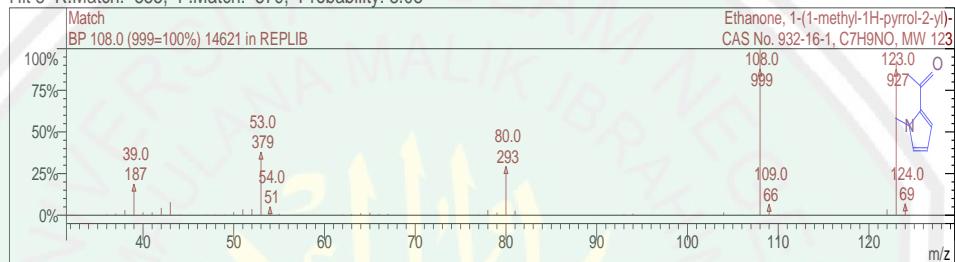
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 7 R.Match: 895, F.Match: 887, Probability: 10.84



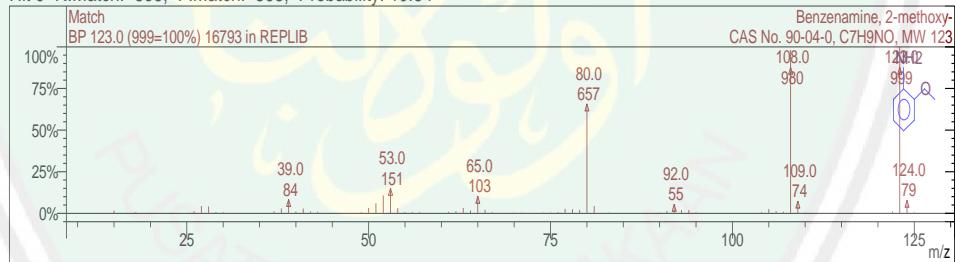
Spectrum 14552 from REPLIB Library  
Name: Benzenamine, 2-methoxy-  
Pair Count: 68 MW: 123 Formula: C7H9NO  
CAS No: 90-04-0 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

Hit 8 R.Match: 885, F.Match: 879, Probability: 8.08



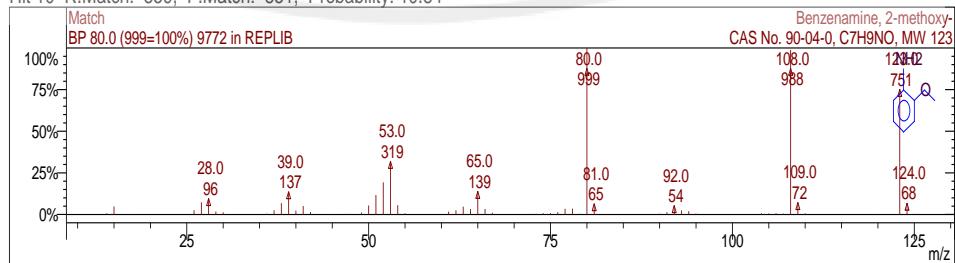
Spectrum 14621 from REPLIB Library  
Name: Ethanone, 1-(1-methyl-1H-pyrrol-2-yl)-  
Pair Count: 41 MW: 123 Formula: C7H9NO  
CAS No: 932-16-1 Acquired Range: 36.0 - 125.0 m/z

Hit 9 R.Match: 868, F.Match: 868, Probability: 10.84



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

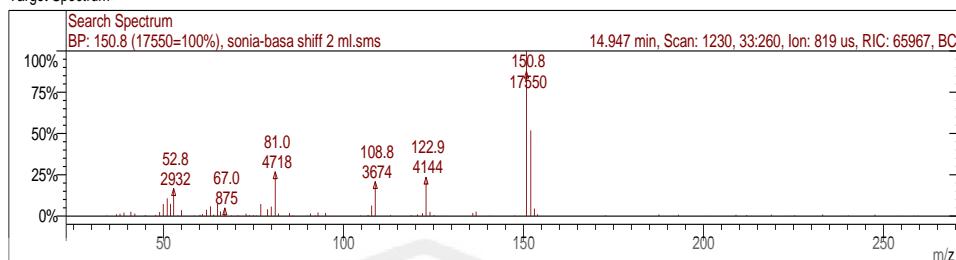
Hit 10 R.Match: 859, F.Match: 851, Probability: 10.84



Spectrum 9772 from REPLIB Library  
Name: Benzenamine, 2-methoxy-  
Pair Count: 59 MW: 123 Formula: C7H9NO  
CAS No: 90-04-0 Acquired Range: 14.0 - 125.0 m/z

### Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



Hit 1 R.Match: 906, F.Match: 906, Probability: 41.49



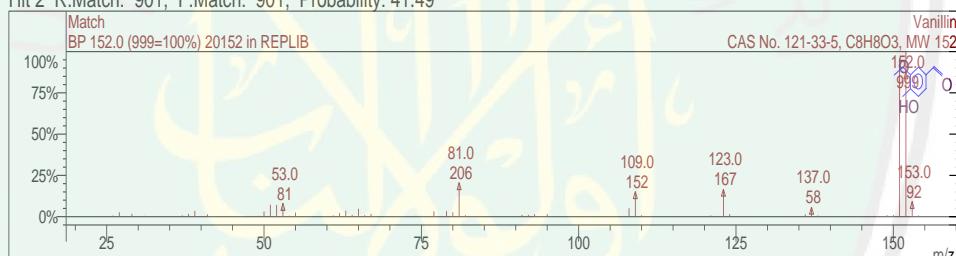
Spectrum 20015 from REPLIB Library

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: 901, F.Match: 901, Probability: 41.49



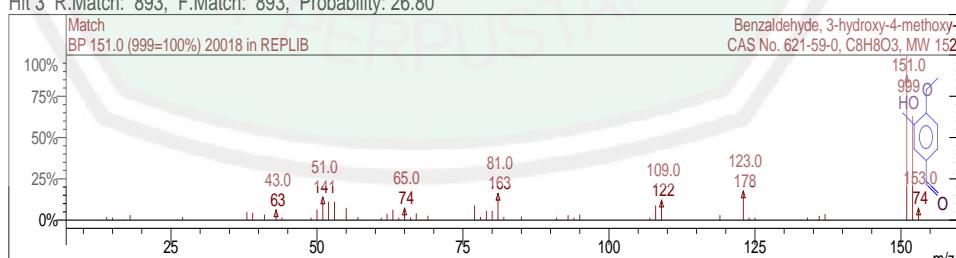
Spectrum 20152 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C8H8O3

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

Hit 3 R.Match: 893, F.Match: 893, Probability: 26.80



Spectrum 20018 from REPLIB Library

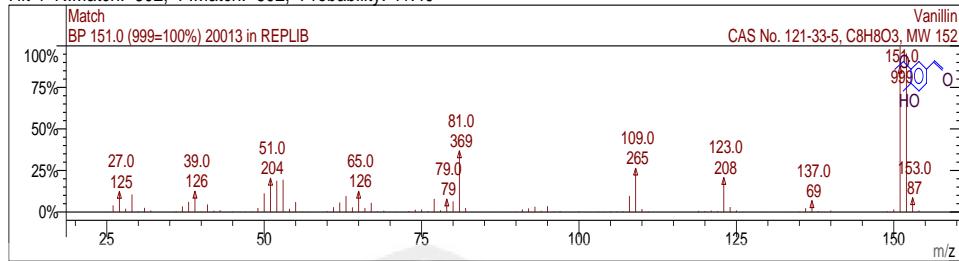
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-

Pair Count: 49 MW: 152 Formula: C8H8O3

CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 14.0 - 153.0 m/z

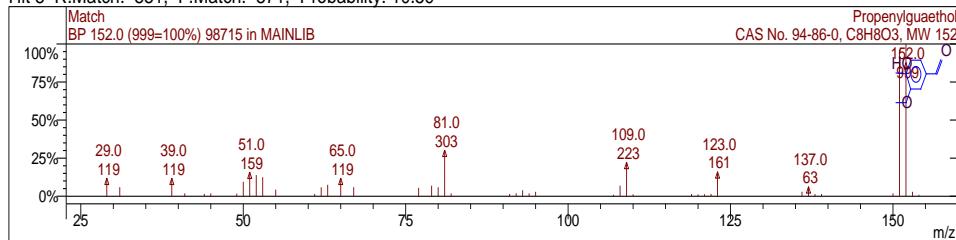
### Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 892, F.Match: 892, Probability: 41.49



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

Hit 8 R.Match: 881, F.Match: 871, Probability: 10.59



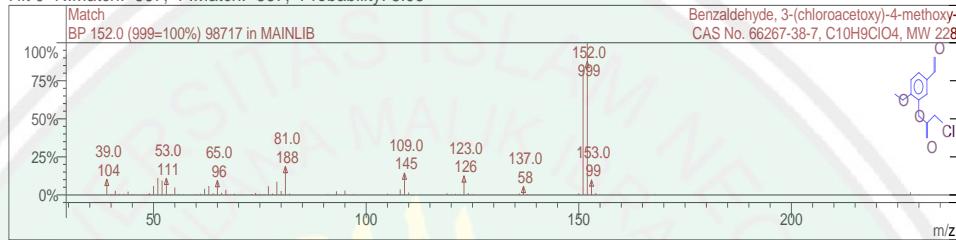
Spectrum 98715 from MAINLIB Library

Name: Propenylguaethol

Pair Count: 45 MW: 152 Formula: C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>

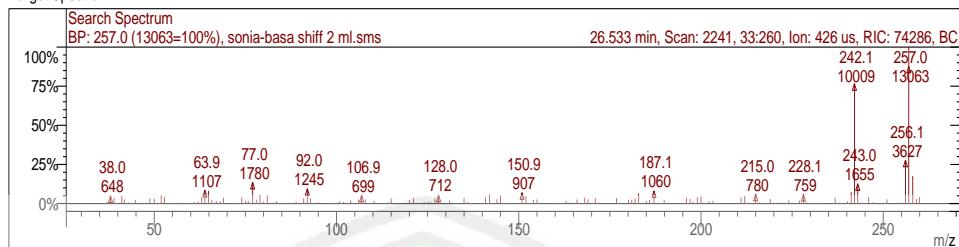
CAS No: 94-86-0 Acquired Range: 29.0 - 154.0 m/z

Hit 9 R.Match: 867, F.Match: 867, Probability: 8.95



### Best 1 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum

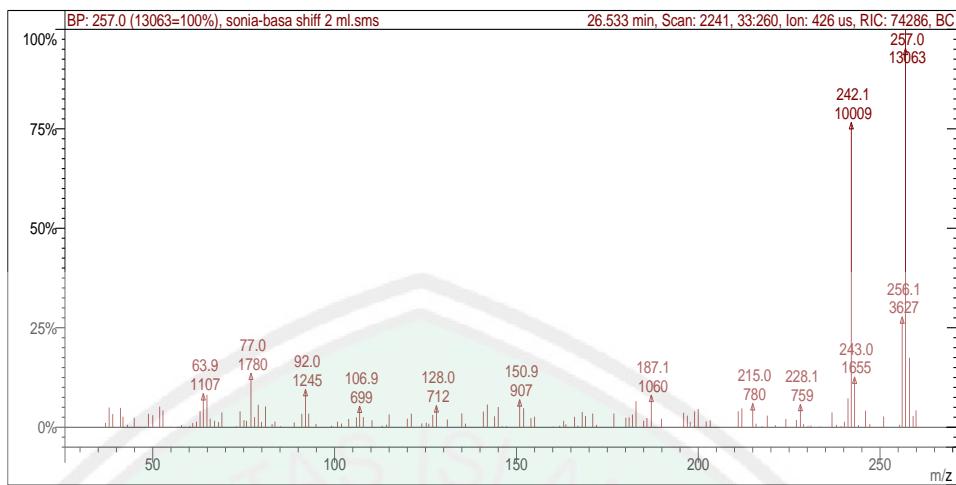


Hit 1 R.Match: 744, F.Match: 703, Probability: 58.74



Spectrum 142437 from MAINLIB Library  
Name: 5,11-Dihydro-8-methylthio-6H-pyrido[2,3-b][1,4]benzodiazepine-6-one  
Pair Count: 140 MW: 257 Formula: C13H11N3OS  
CAS No: 133727-45-4 Acquired Range: 41.0 - 260.0 m/z

## Scan 2241 from c:\varianws\data\_xyz\analisa\sonia-basa shiff 2 ml.sms



Spectrum from ...anws\data\_xyz\analisa\sonia-basa shiff 2 ml.sms

Scan No: 2241, Time: 26.533 minutes

No averaging. Background corrected.

Comment: 26.533 min. Scan: 2241 33:260 Ion: 426 us RIC: 216615

Pair Count: 137 MW: 0 Formula: None

CAS No: None Acquired Range: 32.5 - 260.5 m/z

MDT: Centroid, Time: 0.00 - 50.00

Seg 1, FIL/MUL DELAY , Time: 0.00- 3.20, Filament Off

Chan 1, 40-650 m/z

Seg 2, Analysis , Time: 3.20-50.00, El-Auto-Full

Chan 1, 33-260 m/z

Product Mass Range: 32.5 - 260.5 m/z

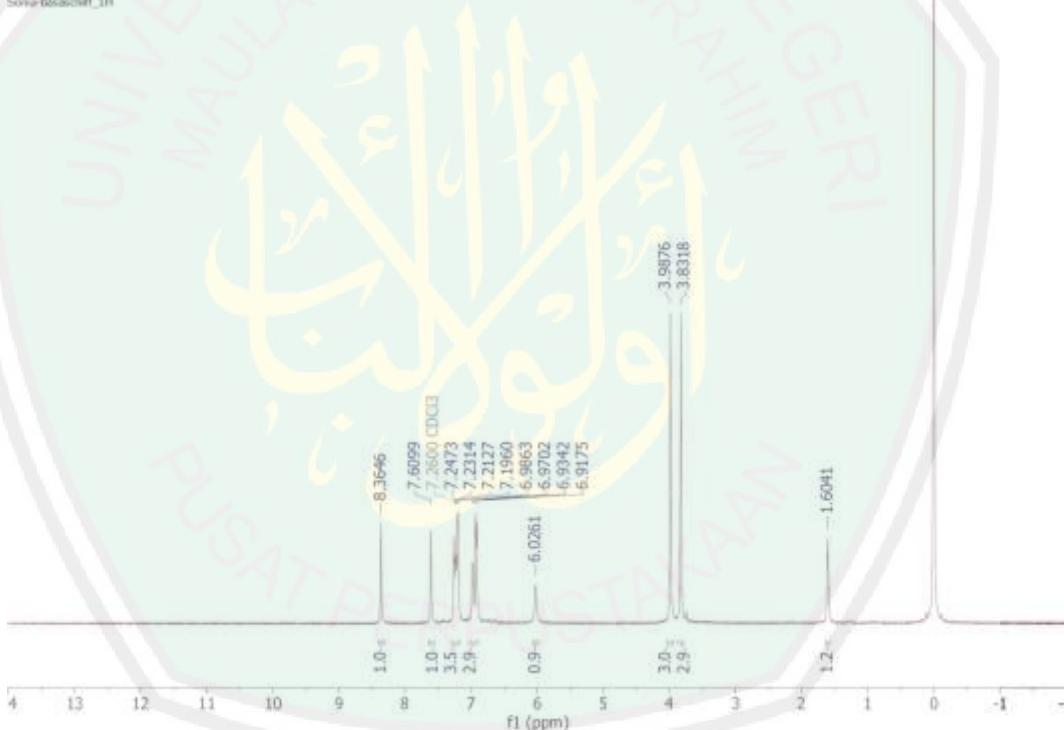
Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
37.0	140	11	100.8	182	14	181.9	420	32
38.0	648	50	101.9	120	9	182.9	856	65
39.0	431	33	103.9	273	21	185.0	219	17
41.1	638	49	104.9	14	1	185.9	304	23
41.8	346	26	106.0	325	25	187.1	1060	81
43.0	84	6	106.9	699	53	189.9	279	21
44.9	311	24	107.9	335	26	196.0	475	36
45.9	15	1	110.3	230	18	197.0	384	29
48.8	438	33	113.1	49	4	197.8	174	13
50.0	395	30	114.3	83	6	199.0	519	40
51.9	676	52	115.0	423	32	200.0	600	46
52.8	550	42	120.0	279	21	202.2	190	15
53.8	14	1	121.1	447	34	203.3	228	17
54.9	17	1	124.0	124	9	211.0	523	40
56.9	24	2	125.2	151	12	212.0	621	47
57.9	72	6	125.9	116	9	215.0	780	60
60.1	37	3	127.0	404	31	215.9	117	9
61.0	138	11	128.0	712	54	217.6	35	3
62.0	187	14	131.0	254	19	219.0	382	29
63.0	530	41	135.0	454	35	221.2	72	6
63.9	1107	85	136.0	117	9	224.1	271	21
64.9	1064	81	140.9	516	39	227.0	238	18
65.8	280	21	142.0	744	57	228.1	759	58
67.0	215	16	144.0	359	27	229.0	103	8
68.1	170	13	145.0	664	51	230.2	40	3
69.0	488	37	146.1	38	3	231.0	58	4
70.0	6	0	147.3	38	3	233.6	23	2
72.9	34	3	150.9	907	69	236.8	487	37
74.0	524	40	152.0	626	48	238.0	82	6
75.1	233	18	154.0	296	23	239.3	36	3
75.8	208	16	155.0	347	27	240.2	179	14

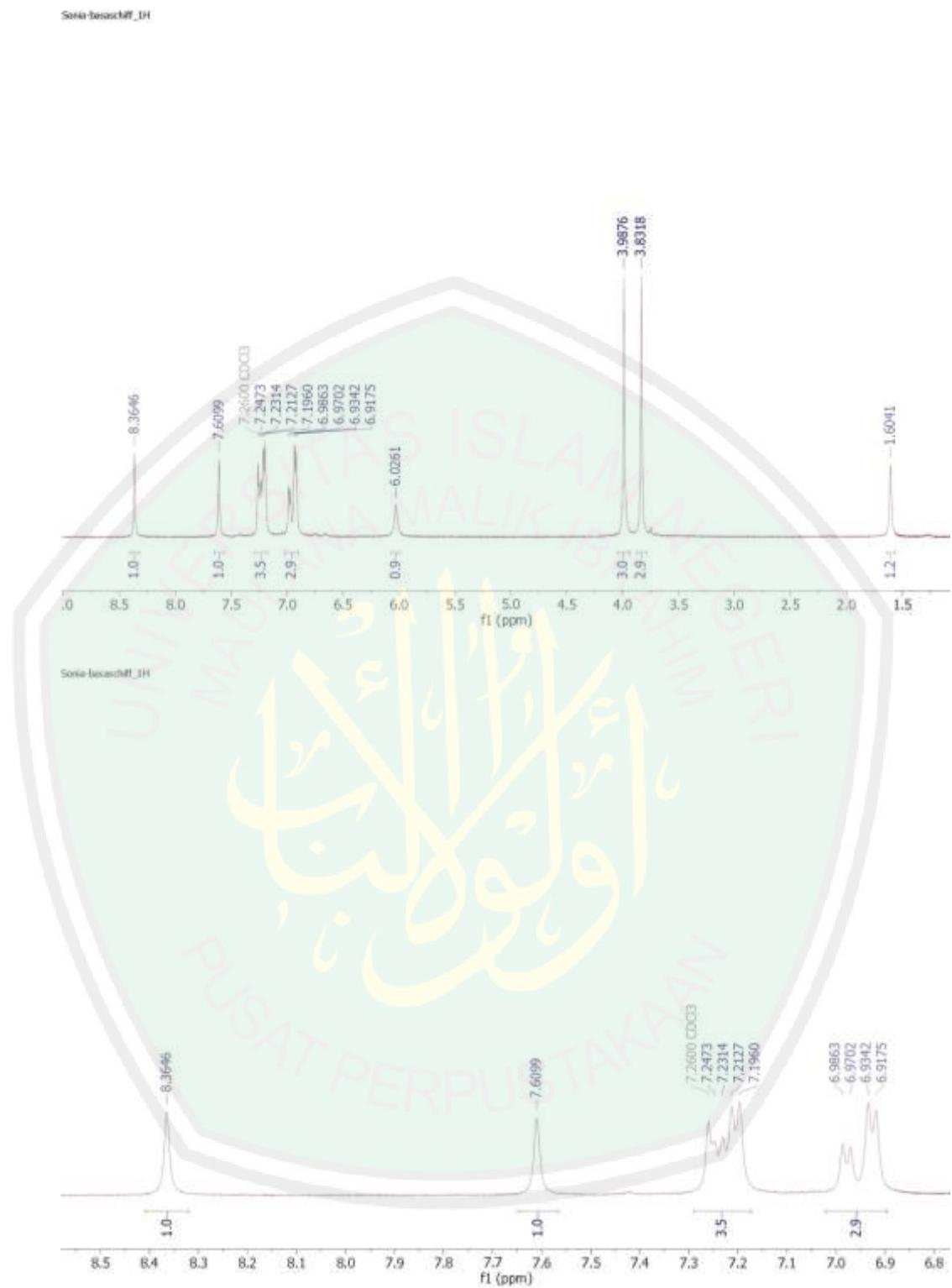
Scan 2241 from c:\varianws\data\_xyz\analisa\sonia-basa shiff 2 ml.sms - Page 2

	Ion	Int	Norm		Ion	Int	Norm		Ion	Int	Norm
	77.0	1780	136		155.9	1	0		241.2	947	72
	78.0	330	25		159.1	4	0		242.1	10009	765
	79.0	737	56		160.1	17	1		243.0	1655	127
	79.9	172	13		161.9	49	4		244.1	76	6
	81.0	683	52		163.0	213	16		246.0	542	41
	82.8	102	8		163.6	94	7		247.2	100	8
	83.6	185	14		166.0	344	26		250.3	13	1
	85.1	31	2		166.9	50	4		251.0	353	27
	88.9	160	12		168.1	504	39		255.4	84	6
	91.0	441	34		169.0	369	28		256.1	3627	277
	92.0	1245	95		171.0	452	35		257.0	13063	999
	92.9	448	34		172.0	81	6		258.1	2280	174
	94.9	111	8		176.8	452	35		259.1	368	28
	99.1	50	4		180.1	311	24		259.9	552	42
	99.6	17	1		181.0	324	25				

### L.3.3 $^1\text{H-NMR}$

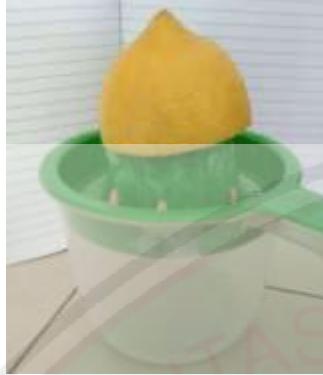
Soniarbaschiff\_1H





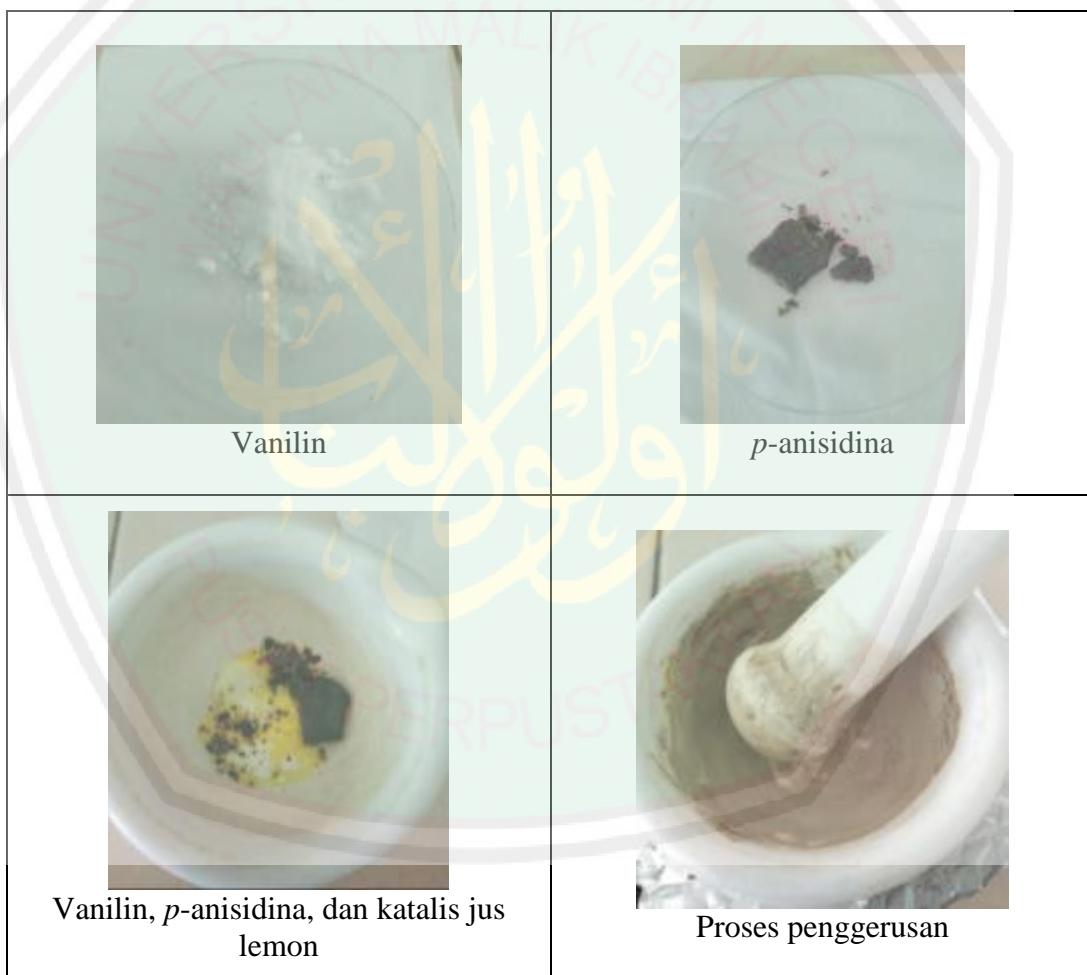
#### Lampiran 4. Dokumentasi

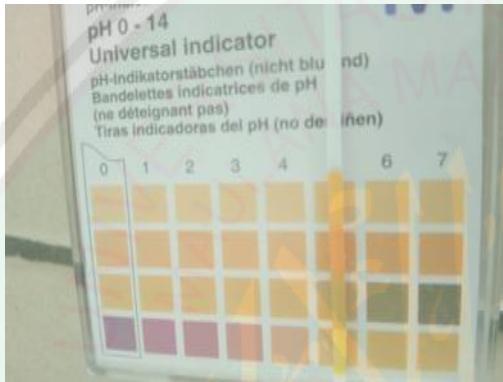
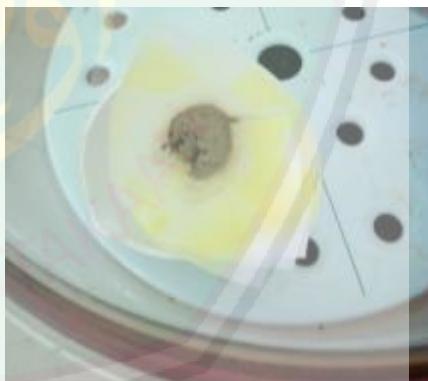
##### L.4.1 Preparasi Katalis Asam Alami dari Jus Lemon (*Citrus limon L.*)

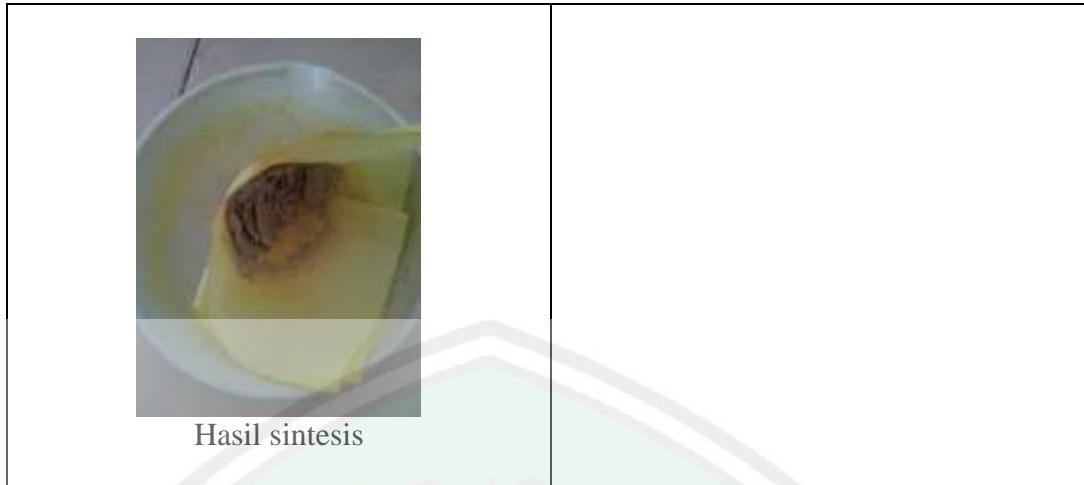
 <p>Proses pemerasan lemon</p>	 <p>Jus lemon sebelum dilakukan penyaringan</p>
 <p>Pengukuran pH jus lemon sebelum pengenceran</p>	 <p>Proses penyaringan jus lemon</p>
 <p>Jus lemon setelah penyaringan dan sebelum diencerkan</p>	 <p>Pengukuran pH jus lemon setelah pengenceran</p>



#### L.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff



 <p>Hasil penggerusan</p>	 <p>Proses pencucian menggunakan aquades</p>
 <p>Pengukuran filtrat hasil pencucian</p>	 <p>Filtrat hasil pencucian</p>
 <p>Hasil pencucian</p>	 <p>Proses pengeringan dalam desikator</p>



#### L.4.3 Monitoring dengan KLT


#### L.4.4 Uji Titik Lebur

