SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-AMINOASETOFENON DALAM PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN 60 MENIT

SKRIPSI

Oleh :
AHMAD AAN SAID DAROINI
NIM. 13630066

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-AMINOASETOFENON DALAM PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN 60 MENIT

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD AAN SAID DAROINI
NIM. 13630066

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

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-AMINOASETOFENON DALAM PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN 60 MENIT

SKRIPSI

Oleh :
AHMAD AAN SAID DAROINI
NIM. 13630066

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 26 Juni 2019

Pembimbing I	Pembimbing II
Ahmad Hanapi, M.Sc	**Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc**
NIDT. 19851225 20160801 1 069	**NIDT. 19900906 20180201 2 239**

Mengetahui,
Ketua Jurusan

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-AMINOASETOFENON DALAM PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN 60 MENIT

SKRIPSI

Oleh :
AHMAD AAN SAID DAROINI
NIM. 13630066

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal 26 Juni 2020

Penguji Utama	**:**	**A. Ghanaim Fasya, M.Si** **NIP. 19820616 200604 1 002**	**(.....)**
Ketua Penguji	**:**	**Rif'atul Mahmudah, M.Si** **NIDT. 19830125 20160801 2 068**	**(.....)**
Sekrtaris Penguji	**:**	**Ahmad Hanapi, M.Sc** **NIDT. 19851225 20160801 1 069**	**(.....)**
Anggota Penguji	**:**	**Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc** **NIDT. 19900906 20180201 2 239**	**(.....)**

Mengetahui,
Ketua Jurusan

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama	:	Ahmad Aan Said Daroini
NIM	:	13630066
Jurusan	:	Kimia
Fakultas	:	Sains dan Teknologi
Judul Penelitian	:	"Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon dalam Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan 60 Menit"

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 12 Juni 2020
Yang Membuat Pernyataan,



Ahmad Aan Said Daroini
NIM. 13630066

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahi rabbil 'alamin saya panjatkan puji sukur kepada Tuhan yang Maha Esa atas segala karunia nikmat serta hidayahnya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **"SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN p-AMINOASETOFENON DALAM PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN 60 MENIT".** Sholawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada Nabi besar Muhammad ﷺ yang menjadi suri tauladan bagi kita semua. Penulis menyadari bahwa penyusunan proposal penelitian ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan dan dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua dirumah yang senantiasa memberikan doa restu dan dukungan dalam menuntut ilmu. Serta keluarga besar yang selalu memberi semangat untuk menyelesaikan skripsi ini.
2. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc dan, ibu Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing dan konsultan, karena atas bimbingan dan pengarahan yang diberikan, penulisan proposal penelitian ini dapat terselesaikan.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Seluruh Dosen pengajar kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
5. Seluruh Laboran Jurusan Kimia yang telah membantu dalam proses penelitian.
6. Penghuni yang ikut berpartisipasi dan selalu memberi semangat tiap harinya.
7. Teman–teman mahasiswa angkatan 2013 dan semua pihak yang telah membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun skripsi.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunan proposal penelitian ini baik dalam teknik penyajian materi maupun pembahasan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Demi kesempurnaan proposal penelitian ini, saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan. Semoga Proposal penelitian ini bermanfaat dan dapat menambah ilmu pengetahuan bagi para pembaca.

Malang, 12 Juni 2020

Penulis

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL ..... **i**
HALAMAN PENGESAHAN ..... **ii**
HALAMA PERSETUJUAN ..... **iii**
LEMBAR ORISINALITAS ..... **iv**
KATA PENGANTAR ..... **v**
DAFTAR ISI ..... **vii**
DAFTAR LAMPIRAN ..... **ix**
DAFTAR TABEL ..... **x**
DAFTAR GAMBAR ..... **xi**
ABSTRAK ..... **xii**
ABSTRACT ..... **xiii**
الملخص ..... **xiv**

BAB I PENDAHULUAN **1**
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 4
1.3 Tujuan 5
1.4 Batasan Masalah 5
1.5 Manfaat 5

BAB II TINJAUAN PUSTAKA **6**
2.1 Vanilin 6
2.2 *p*-Aminoasetofenon 6
2.3 Reaksi Pembentukan Basa Schiff 7
2.4 Identifikasi Produk Basa Schiff Menggunakan FTIR 10
2.5 Sintesis Basa Schiff dalam Prespektif Islam 11

BAB III METODE PENELITIAN **14**
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian 14
3.2 Alat dan Bahan 14
3.2.1 Alat 14
3.3 Rancangan Penelitian 14
3.4 Tahapan Penelitian 15
3.5 Cara Kerja 15
3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-aminoasetofenon 15
3.5.3 Uji Titik Leleh Menggunakan *Melting Point Apparatus* 15
3.5.5 Karakterisasi Produk dengan FTIR 15
3.6 Analisis Data 16

BAB IV PEMBAHASAN **17**
4.1 Sintesis Basa Schiff dari vanilin dan p-aminoasetofenon mengunakan pelarut air dengan metode penggerusan. 17
4.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR 20

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4.3 Tinjauan Sintesis Basa Schiff dalam Prespektif Islam..... 23

BAB V PENUTUP..... 27
5.1 Kesimpulan 27
5.2 Saran..... 27

DAFTAR PUSTAKA..... 28
LAMPIRAN..... 32

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir 32
Lampiran 2. Perhitungan 33

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisika senyawa hasil sintesis 18
Tabel 4.2 Gugus fungsi dari spektra FTIR 21

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Vanilin 6
Gambar 2.2 Struktur *p*-aminoasetofenon 7
Gambar 2.3 Reaksi umum amoniak dengan suatu aldehida 7
Gambar 2.5 Mekanisme reaksi tahap pertama 8
Gambar 2.7 Reaksi sintesis basa Schiff tanpa katalis asam 9
Gambar 2.8 Mekanisme reaksi sintesis basa Schiff tanpa katalis asam 9
Gambar 2.9 Reaksi sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon 10
Gambar 4.1 Kemungkinan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari vanilin dan p-aminoasetofenon dalam pelarut air 17
Gambar 4.2 Hasil spektra FTIR senyawa produk 20
Gambar 4.3 Hasil spektra FTIR senyawa Vanilin 22
Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR senyawa p-Aminoasetofenon 23

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRAK

Daroini, A.A.Said. 2020. **Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-Aminoasetofenon Dalam Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan 60 Menit**. Pembimbing I , Ahmad Hanapi, M.Sc. Pembimbing II, Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc

Kata kunci : Basa Schiff, vanilin, *p*-aminoasetofenon, FTIR

Senyawa basa Schiff merupakan senyawa yang mengandung gugus imina (−HC=N−). Senyawa Basa Schiff dapat disintesis mengan mereaksikan senyawa yang mengandung amina primer dengan senyawa yang mengandung karbonil aktif. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik serta profil hasil sintesis senyawa basa Schiff. Pada penelitian ini disintesis basa Schiff dari hasil kondensasi vanilin dan p-aminoasetofenon menggunakan metode penggerusan dengan lama waktu penggerusan 60 menit. Hasil Rendemen kasar yang didapatkan merupakan rendemen kasar senyawa produk sebesar 93,82 % dengan massa 1,2633 g. Karaktristik sifat fisik dari basa yang terbentuk yaitu berupa padatan berwarna kuning pucat dengan titik lebur 150-155 ^{o}C. Karakteisasi produk dengan FTIR menunjukkan serapan khas gugus imina (−HC=N−) pada bilangan gelombang 1584,054 cm^{-1}.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRACT

Daroini, A.A.Said. 2020. **Synthesis Of Schiff Base Compounds from Vanilin and p-Aminoacetophenone In Water Solutions Using The 60 Minute Grinding Method**. Supervisor I, Ahmad Hanapi, M.Sc. Supervisor II, Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc

Keywords: Schiff bases, vanillin, p-aminoacetophenone, FTIR

Schiff base compounds are compounds containing imine groups (−HC = N−). Schiff base compounds can be synthesized by reacting compounds containing primary amines with compounds containing activated carbonyl. This study aims to determine the characteristics and profiles of the synthesis results of Schiff base compounds. In this study, Schiff's base was synthesized from the condensation of vanillin and p-aminoacetophenone using the grinding method with a grinding time of 60 minutes. The results obtained were crude yield of the product compound of 93.82% with a mass of 1.2633 g. The physical characteristics of the base formed are pale yellow solid with a melting point of 150-155 ^{o}C. The product characterization by FTIR showed the unique absorption of the imine group (−HC = N−) at the wave number 1584.054 cm^{-1}

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

الملخص

داروينى، أ، أ. سعيد. ٢٠٢٠. تخليق مركبات *قاعدة شيف* من الفانيلين و ف-*الأمينيأسيتوفينون* في حلول المياه باستخدام طريقة الطحن ٦٠ دقيقة. المشرف الأول ، أحمد هانابي ، ماجستير. استشاري ، لؤلؤة حميدة العليا ، ماجستير

الكلمات الرئيسية: *قاعدة شيف* ، الفانيلين ، ف-*الأمينيأسيتوفينون* ، فوريه تحويل الأشعة تحت الحمراء

مركبات قاعدة شيف هي مركبات تحتوي على مجموعات إيمينية (−HC = N−) . يمكن تصنيع مركبات قاعدة شيف عن طريق تفاعل المركبات التي تحتوي على الأمينات الأولية مع المركبات التي تحتوي على الكربونيل المنشط. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد خصائص وملامح نتائج تخليق مركبات قاعدة شيف. في هذه الدراسة ، تم تصنيع قاعدة شيف من تكثيف الفانيلين و ف-الأمينيأسيتوفينون باستخدام طريقة الطحن بوقت طحن يبلغ ٦٠ دقيقة. الناتج الخام الذي تم الحصول عليه هو عائد المنتج الخام بنسبة ٪ ٩٣,٨٢ بكتلة ١,٢٦٦ جم. تكون الخصائص الفيزيائية الأساسية المتكونة في شكل مواد صلبة صفراء باهتة مع نقطة انصهار ١٥٠.١٥٥ درجة مئوية. أظهر توصيف المنتج بواسطة فوريه تحويل الأشعة تحت الحمراء امتصاصًا نموذجيًا لمجموعة الإيمين (−HC = N−) عند رقم الموجة ١٥٨٤,٠٥٤ سم $^{-1}$.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sintesis merupakan salah satu bentuk kegiatan makhluk hidup guna mencukupui kebutuhanya. Persitiwa sintesis secara umum dilakukan setiap makhluk hidup baik secara sengaja maupun tidak. Peristiwa sintesis yang paling sering kita jumpai adalah proses fotosintesis tumbuhan. Peristiwa sintesis yang dilakukan oleh tumbuhan secara sederhana dilakukan dengan cara mengubah karbondioksida menjadi oksigen serta glukosa. Pada hewan sintesis yang dilakukan umumnya dilakukan secara tidak sadar. Adapun sintesis dilakukan oleh hewan umumnya sintesis enzimatis, seperti halnya yang dilakukan lebah dengan cara merubah polisakarida menjadi monosakarida. Adapun di antara kemampuan tersebut diberikan kepada tiap makhluk oleh Allah sebagai bentuk jaminan atas rizeki yang telah ditentukan-Nya bagi tiap-tiap makhluk-Nya, sebagaimana ayat berikut :

وَمَا مِنْ دَآبَّةٍ فِى الْاَرْضِ اِلَّا عَلَى اللّٰهِ رِزْقُهَا وَيَعْلَمُ مُسْتَقَرَّهَا وَمُسْتَوْدَعَهَا ۗ كُلٌّ فِيْ كِتٰبٍ مُّبِيْنٍ

"Dan tidak satupun makhluk bergerak (bernyawa) di bumi melainkan semuanya dijamin Allah rezekinya. Dia mengetahui tempat kediamannya dan tempat penyimpanannya. Semua (tertulis) dalam Kitab yang nyata (Lauh Mahfuzh) ". (Q.S. Hud 11: 6)

Tafsir Ringkas Kemenag (2016) dan tidak satu pun makhluk bergerak dan bernyawa, yang melata, merayap atau berjalan di muka bumi ini melainkan semuanya telah dijamin Allah rezekinya. Semua makhluk itu diberi naluri dan kemampuan untuk mencari rezeki sesuai dengan fitrah kejadiannya. Dia mengetahui tempat kediamanya ketika hidup di dunia dan mengetahui pula tempat penyimpanannya setelah mati. Semua itu sudah tertulis dan diatur serapi-rapinya dalam Kitab yang nyata, yaitu Lauh Mahfuz, perihal perencanaan dan pelaksanaan dari seluruh ciptaan Allah secara menyeluruh dan sempurna.

Sebelum tahun 1828, berkembang sebuah teori vitalisme yang meyakini bahwa materi organik mengandung kekuatan khusus, hingga Friedrich Wohler berhasil mensitesis amonium sianat menjadi urea (Wohler,1828). Sejak penemuan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ini dianggaplah sebagai titik awal perkembangan sintesis kimia organik. Salah satu perkembangan dibidang sintesis kimia organik ialah ditemukannya sintesis senyawa amina primer dengan suatu karbonil melalui reaksi komdensasi oleh Hugo Schiff pada tahun 1864, selanjutnya reaksi ini dikenal sebagai reaksi basa Schiff. Menurut beberapa laporan hasil penelitian terhadap hasil sintesis basa Schiff, basa Schiff memiliki aktivitas biologi seperti antioksidan (Sharma,dkk., 2013), antikanker (Neelima, dkk., 2015), antimikroba (sun, dkk., 2013) antijamur (Ashraf, dkk., 2011). Basa Schiff juga memiliki potensi dalam bidang terapan seperti indikator pH (Ibrahim dan Sharif, 2007), inhibitor korosi (Ashraf, dkk., 2011) hingga pengaplikasian ligan basa Schiff dalam bidang pertanian, industri dan farmasi (Zipora, dkk., 2013).

Sintesis basa Schiff konvensional, umumnya dibutuhkan waktu yang lama, pelarut volatil, katalis asam yang beracun dan berbahaya serta energi yang lebih tinggi (pemanasan), sehingga dapat dikatakan sebagai metode yang kurang ramah lingkungan. Hal tersebut senada dengan firman Allah SWT dalam Q.S. Ar-Rum 30:41, bahwasannya :

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِى الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ اَيْدِى النَّاسِ لِيُذِيْقَهُمْ بَعْضَ الَّذِيْ عَمِلُوْا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُوْنَ

"Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)" (QS. Ar-Rum 30: 41)

Tafsir Ringkas Kemenag (2016), Melalui ayat ini Allah menegaskan bahwa kerusakan di bumi adalah akibat mempertuhankan hawa nafsu. Telah tampak kerusakan di darat dan di laut, baik kota maupun desa, disebabkan karena perbuatan tangan manusia yang dikendalikan oleh hawa nafsu dan jauh dari tuntunan fitrah. Allah menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari akibat perbuatan buruk mereka agar mereka kembali ke jalan yang benar dengan menjaga kesesuaian perilakunya dengan fitrahnya.

Mengingat hal tersebut maka perlu dilakukan penelitian menggunakan metode sintesis basa Schiff yang ramah lingkungan dan aman bagi lingkungan. Akhir- akhir ini dikembangkan sintesis basa Schiff yang lebih ramah lingkungan (Green Chemistry) mengingat manfaatnya yang cukup luas. adapun

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pengembangan metode yang dilakukan salah satunya penggunaan pelarut air (Zarei dan Jarrahpour, 2011), penggunaan katalis alami (jus buah) (Patil *et al*, 2012; Yadav dan Mani, 2015), hingga metode penggerusan (tanpa pelarut) (Tigineh *et al*, 2014; Chavan *et al*, 2010; Zarei dan Jarrahpour, 2011). Berbagai metode yang lebih ramah lingkungan tersebut memiliki beberapa kelebihan, antara lain waktu pengerjaan yang lebih cepat, tidak ada penggunaan pelarut maupun katalis berbahaya, dan reaksi dilakukan pada suhu ruang.

Green Chemistry sendiri telah didefinisikan oleh Anatas dan warner (1998) memiliki beberapa prinsip diantaranya, merancang sintesis atau analisis yang aman (bagi lingkungan dan peneliti) sehingga dapat mencegah terbentuknya limbah kimia yang berbahaya bagi lingkungan, seperti menggunakan sedikit reagen dan pelarut serta mengurangi penggunaan reagen-reagen berbahaya serta meningkatkan efisiensi energi seperti melakukan reaksi pada suhu dan tekanan ruang.

Penelitian tentang sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin menggunakan pelarut air sebelumnya telah dilakukan oleh Ningsih (2016). Hasil penelitian menunjukkan bahwa reaksi adis-eliminasi antara vanilin dengan anilina dalam pelarut air tanpa katalis menghasilkan produk basa Schiff dengan rendemen mencapai 77,94%. Penelitian sintesis basa schiff dari vanilin dengan p-aminoasetofenon menggunakan pelarut air dengan metode pengerusan yang dilakukan Sutanti (2019) menunjukkan kenaikan tren rendemen seiring bertambahnya waktu penggerusan, adapun variasi lama penggerusan sebanyak 20, 30, 40, dan 50 menit, secara berturut – turut 61,94 %; 66,67%; 70,04 % dan 89,75%. Oleh karena itu pada penelitian ini dilakukan uji dengan penambahan lama waktu penggerusan menjadi 60 menit dengan harapan memperoleh hasil rendemen yang lebih tinggi. Dengan mengetahui lama waktu penggerusan yang memiliki jumlah % rendemen tertinggi diharapkan dapat diketahui jumlah waktu yang paling efisien.

Air dipilih sebagai pelarut dalam penelitian ini dianggap mempresentasikan konsep *green chemistry*. Menurut Jun Li dan Trost (2008) pelarut yang ideal berdasarkan konsep *green chemistry* merupakan perantara transfer massa yang baik tapi tidak melarutkan reaktan maupun produk reaksi, bersifat alami, tidak

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

beracun, murah dan mudah didapat.Hal tersebut mencakup fungsi utama pelarut yakni sebagai perantara transfer massa dalam reaksi kimia yang berdampak pada laju reaksi, rendemen, konversi dan selektivitas.

Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan Susanti (2019), karakterisasi yang dilakukan untuk mengetahui struktur senyawa hasil sintesis serta gugus fungsi yang terdapat pada senyawa hasil sintesis salah satunya menggunakan FTIR. Tujuan utama dari penggunaan FTIR untuk mengetahui informasi gugus-gugus molekul dari zat yang dianalisis (Mulja dan Suherman,1995). Adapun gugus khas yang dimiliki senyawa basa schiff terletak pada daerah serapan 1550-1600 cm^{-1} yakni gugus C=N (Ummathur,2009).

Berdasarkan latar belakang yang telah disebutkan, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon. Senyawa *p*-aminoasetofenon merupakan senyawa golongan amina aromatik primer yang secara teori dapat bereaksi dengan aldehida, seperti vanilin untuk menghasilkan suatu senyawa basa Schiff. Metode yang digunakan dalam sintesis ini adalah metode penggerusan dengan menggunakan pelarut air dengan variasi waktu penggerusan 60 menit. Karakterisasi produk pada penelitian ini menggunakan FTIR. Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui sruktur senyawa hasil sintesis dan gugus fungsi yang terdapat pada senyawa hasil sintesis.

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa persen hasil rendemen kasar sintesis senyawa basa schiff dari vanilin dan p-aminoasetofenon dengan metode penggerusan selama 60 menit ?
2. Bagaimana karakteristik serta profil spektra hasil sintesis senyawa basa schiff dari vanilin dan p-aminoasetofenon dengan metode penggerusan selama 60 menit ?

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui persen hasil rendemen kasar sintesis senyawa basa schiff dari vanilin dan p-aminosetofenon dengan metode penggerusan selama 60 menit.
2. Untuk mengetahui karakteristik serta profil spektra hasil sintesis senyawa basa schiff dari vanilin dan p-aminosetofenon dengan metode penggerusan selama 60 menit.

1.4 Batasan Masalah

1. Vanilin yang digunakan pada penelitian ini adalah vanilin *p.a*. produk Merck.
2. p-aminoasetofenon yang digunakan pada penelitian ini adalah p-aminoasetofenon *p.a.* produk Merck.
3. Identifikasi produk reaksi menggunakan instrumen spektroskopi inframerah.
4. Karakterisasi senyawa produk terbatas hanya pada pengamatan wujud, warna, serta titik lebur.

1.5 Manfaat

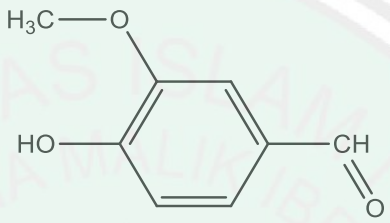
Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah untuk memperkaya khasanah ilmu pengetahuan dalam bidang sintesis organik, terlebih lagi yang berkaitan dengan sintesis basa Schiff dari bahan dasar vanilin melalui reaksi yang ramah lingkungan, dalam rangka mengimplementasiakn prinsip *Green Chemistry*

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Vanilin

Vanilin adalah senyawa organik dengan rumus molekul $C_8H_8O_3$ yang banyak terkandung dalam buah vanila (*Vanilla planifolia*). Senyawa inilah yang memberi aroma khas pada vanila (Handayani dkk.,2011).



Gambar 2.1 Vanilin

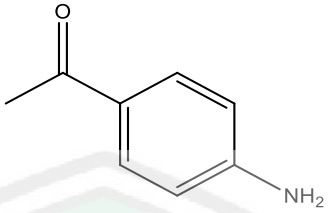
Vanilin di dalam tata nama *IUPAC* memiliki nama sistematik 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida. Nama ini merujuk pada guugs fungsi yang terdapat pada senyawa vanilin yakni gugus dungsi eter, hidroksi, dan aldehida. Gugus aldehida pada vanillin adalah gugus yang paling reaktif, sebab terdapat ikatan C=O yang dapat dikenai reaksi adisi oleh nukleofil ($Nu:^-$). Adisi tersebut akan mengkonversi atom karbonil yang terhibridisasi sp^2 menjadi sp^3 atau dengan dilanjutkan eliminasi akan menghasilkan atom karbon sp2 pada produk akhirnya. Zarei dan jarrahpour (2011) menyatakan bahwa gugus aldehida dapat bereaksi dengan amina primer membentuk ikatan C=N melalui reaksi adisi-eliminasi.

2.2 *p*-Aminoasetofenon

p-Aminoasetofenon atau 4-aminoasetofenon merupakan salah satu senyawa organik yang memiliki rumus molekul C_8H_9NO. *p*-Aminoasetofenon berbentuk serbuk kristalin berbentuk jarum yang berwarna sedikit kuning sampai cokelat dan berbau khas (Budavari, 1989). Berat molekulnya adalah 135,166 g/mol. Titik didih dan titik lelehnya berturut-turut adalah 293 ^oC dan 103 ^oC-107 ^oC. Kerapatan massa *p*-aminoasetofenon yaitu 0,77 g/mL. Larut dalam air panas,

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

etanol, dan eter (Lide, 2007). Struktur *p*-aminoasetofenon ditunjukkan pada Gambar 2.2 berikut:



Gambar 2.2 Struktur *p*-aminoasetofenon

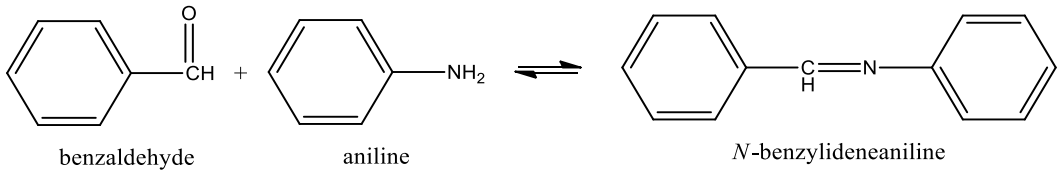
2.3 Reaksi Pembentukan Basa Schiff

Amoniak dalah suatu nukleofil yang dapat menyerang gugus karbonil dari suatu reaksi adisi-eliminasi. Reaksi ini dikatalisis oleh asam. Produknya adalah suatu imina, yakni suatu senyawa yang mengadung gugus C=N.



Gambar 2.3 Reaksi umum amoniak dengan suatu aldehida

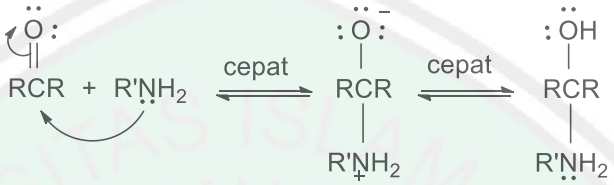
Imina tak tersubtitusi dari amoniak bersifat tidak stabil dan akan berpolimerisasi jika didiamkan. Namun jika diganti dengan suatu amina primer (RNH_2), maka akan terbentuk imina tersubtitusi yang lebih stabil yang biasanya disebut dengan basa schiff. Aldehida aromatik (seperti benzaldehida) atau arilamina (seperti anilina) dapat menghasilkan imina yang terstabilkan (Fessenden *dan* fessenden.,1982).



Gambar 2.4 Reaksi Pembentukan imina dari benzaldehida dan anilina

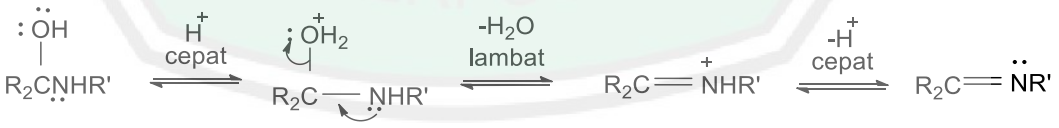
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Imina yang terstabilkan akan lebih disukai sehinnga dapat menggeser kesetimbangan kearah produk yang berimbas kepada kelimpahan produk yang sangat tinggi. Seperti pada Gambar 2.3 yaitu reaksi antara benzaldehid dengan anilina yang membentuk produk dengan kelimpahan hingga 87%. Persamaan reaksi pembentukan imina dapat terjadi menurut mekanisme reaksi yang terdiri dari dua tahapan yakni tahap adisi dan tahapan eliminasi.



Gambar 2.5 Mekanisme reaksi tahap pertama

Tahap pertama adalah lengkah adisi amina primer yaitu sebagai nuklefilik pada atom karbon –C=O dari Vanilin. Adapun tahap kedua adalah tahap eliminasi yang diawali dengan protonasi gugus –OH, kemudian dapat terlepaskan sebagai molekul air yang merupakan gugus pergi yang baik.Tingkat keasaman sangat berperan dalam Proses pembentukan Imina. hal ini disebabkan karena pada tahap pertama atau tahap adisi amina, amina yang tak terprotonasi pada gugus karbonil akan menjadi terprotonasi akibat bertambahnya konsentrasi asam larutan. Peristiwa tersebut akan mengganggu proses adisi, sehingga reaksi adisi menjadi lambat dan menjadi tahap penentu laju reaksi.



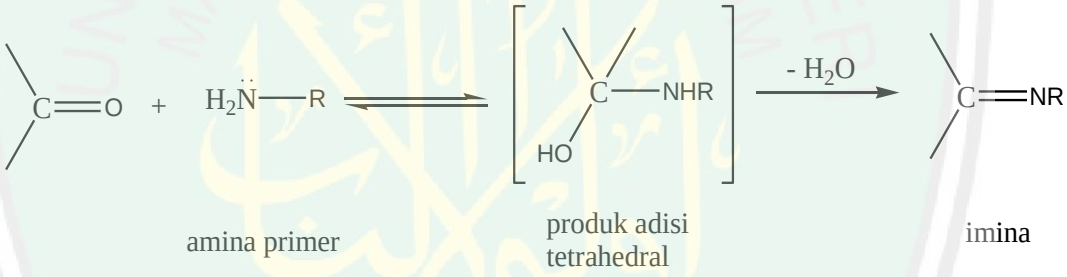
Gambar 2.6. Mekanisme reaksi tahap kedua

Sebaliknya pada saat tahap kedua atau tahap reaksi eliminasi fessenden *dan* fessenden, (1982) menyatakan bahwa laju reaksi eliminasi akan meningkat seiring bertambahnya konsentrasi asam. Dengan demikian pengondisian pH sangat penting dilakukan agar kesuluruhan tahap berjalan dengan baik. Nilai

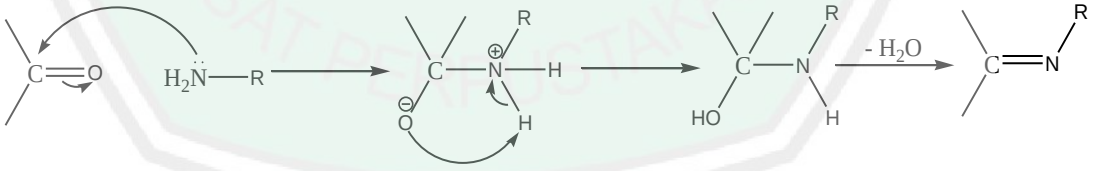
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

optimum pada reaksi pembentukan imina adalah 3-4. Jadi reaksi ini dibutuhkan suatu katalis asam yang dapat meningkatkan keasaman hingga pH optimum.

Senyawa basa Schiff juga dapat disintesis tanpa penambahan katalis asam.Amina primer merupakan senyawa yang memiliki pasangan elektron bebas pada atom nitrogen dan bertindak sebagai nukleofili nitrogen terhadap atom karbon karbonil.Reaksi tersebut akan menghasilkan produk adisi tetrahedral yang terbentuk mula-mula serupa dengan hemiasetal, tetapi degan gugus NH menggantikan salah satu oksigen. Produk adisi biasanya bersifat tidak stabil, sehingga terjadi pelepasan molekul air dan terbentuk produk dengan ikatan rangkap karbon-nitrogen untuk mencapai kestabilannya. Proses pelepasan molekul air tidak memerlukan katalis karena produk yang dihasilkan bersifat lebih stabil.Persamaan dan mekanisme reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 2.7 dan 2.8 (Hart, 2003):



Gambar 2.7 Reaksi sintesis basa Schiff tanpa katalis asam (Hart, 2003)

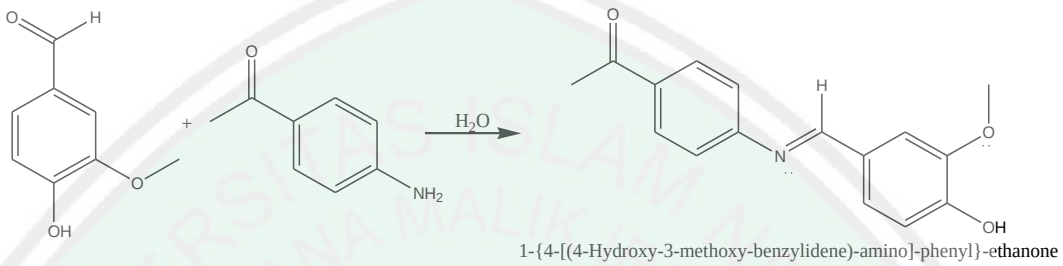


Gambar 2.8 Mekanisme reaksi sintesis basa Schiff tanpa katalis asam (Hart, 2003)

Beberapa penelitian yang melakukan sintesis basa Schiff dari berbagai aldehida dan suatu amina primer dalam pelarut air pada suhu ruang telah dilaporkan oleh Rao, *et al*., (2010) dan Naqvi, *et al*., (2009). Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon menggunakan pelarut air dengan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

metode penggerusan, akan dilakukan dengan mencampurkan sejumlah vanilin dan *p*-aminoasetofenon serta ditambahkan sejumlah air di dalamnya. Kemudian, dilakukan penggerusan komponen tersebut sehingga dihasilkan senyawa basa Schiff. Metode penggerusan dilakukan untuk memaksimalkan interaksi antar partikel-partikel reaktan, sehingga reaksi dapat berjalan lebih cepat. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 2.9:



Gambar 2.9 Reaksi sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon

2.4 Identifikasi Produk Basa Schiff Menggunakan FTIR

FT-IR merupakan salah satu jenis spektroskopi yang memanfaatkan radiasi IR untuk memperoleh informasi gugus-gugus molekul dari zat yang dianalisis (Mulja dan Suharman,1995). Prinsip kerja FTIR adalah mengenali gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut.Pola absorbansi yang diserap oleh tiap-tiap senyawa berbeda-beda, sehingga dapat dibedakan dan dikuantifikasikan (Sankari,2010). Keunggulan spektroskopi FTIR diantaranya memiliki kecepatan pengukuran lebih cepat dibandingkan spektroskopi inframerah serta mekanik optik yang lebih sederhana dengan komponen yang bergerak lebih sedikit (jatmiko dkk, 2008).

Nicole dan Anghel dalam Ningsih, R. (2015) telah mempelajari pola produk basa Schiff melalui serangkaian reaksi senyawa 5-formal etil vanilin dengan variasi amina aromatis. Produk reaksi yang dihasilkan diidentifikasi salah satunya dengan instrumen spektrofotometer inframerah. Pada Spektra inframerah hasil Sintesis menunjukkan. Serapan vibrasi gugus formal pada 1663-1678 cm^{-1}, gugus etoksi pada 2829-2890 cm^{-1} dan 2921-1971 cm^{-1}, serta gugus C-OH pada 1146-1157 cm^{-1}. Serapan khas senyawa aromatis tampak pada bilangan gelombang 1600-1580 cm^{-1}, 1480-1470 cm^{-1} dan 1453-1440cm^{-1}. Adapun gugus khas yang dimiliki

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

senyawa basa schiff terletak pada daerah serapan 1550-1600 cm^{-1} yakni gugus C=N (Ummathur,2009)

2.5 Sintesis Basa Schiff dalam Prespektif Islam

Salah satu alasan sintesis adalah untuk membuat senyawa yang dapat ditemukan di alam yang memiliki keterbatasan dalam jumlah kesediaanya maupun panjangnya proses mendapatkanya. Manusia sebagai *khalifatul fil-Ard* diberikan sebuah kelebihan berupa akal. Kelebihan tersebut tidak diberikan kepada makhluk lainnya seperti pada hewan dan tumbuhan. Sesungguhnya kelebihan yang telah diberikan tersebut merupakan salah satu cara yang diberikan oleh Allah kepada hambah-Nya yang berakal untuk selalu mengingat kebesaran-Nya dan senantiasa memikirkan semua ciptaann-Nya tidak ada yang sia-sia, sebagaimana disebutkan dalam surat Ali-Imran ayat 190-191 :

اِنَّ فِيْ خَلْقِ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ وَاخْتِلَافِ الَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَاٰيٰتٍ لِّاُولِى الْاَلْبَابِۚ ١٩٠ الَّذِيْنَ يَذْكُرُوْنَ اللّٰهَ قِيَامًا وَّقُعُوْدًا وَّعَلٰى جُنُوْبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُوْنَ فِيْ خَلْقِ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِۚ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هٰذَا بَاطِلًاۚ سُبْحٰنَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ 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; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka"." (Q.S. Ali Imran 3: 190-191).

Tafsir ringkas Kemenag (2016) : Pada ayat ini Allah menganjurkan untuk mengenal keagungan, kemuliaan, dan kebesaranNya. Sesungguhnya dalam penciptaan benda-benda angkasa, matahari, bulan, beserta planet-planet lainnya dan gugusan bintang-bintang yang terdapat di langit dan perputaran bumi pada porosnya yang terhampar luas untuk manusia, dan pergantian malam dan siang, pada semua fenomena alam tersebut terdapat tanda-tanda kebesaran Allah bagi orang yang berakal yakni orang yang memiliki akal murni yang tidak diselubungi oleh kabut ide yang dapat melahirkan kerancuan. Orang-orang berakal yaitu orang-orang yang senantiasa memikirkan ciptaan Allah, merenungkan keindahan ciptaan-Nya, kemudian dapat mengambil manfaat dari ayat-ayat kauniyah yang

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

terbentang di jagat raya ini, seraya berzikir kepada Allah dengan hati, lisan, dan anggota tubuh. Mereka mengingat Allah sambil berdiri dan berjalan dengan melakukan aktivitas kehidupan. Mereka berzikir kepada-Nya seraya duduk di majelis-majelis zikir atau masjid, atau berzikir kepada-Nya dalam keadaan berbaring menjelang tidur dan saat istirahat setelah beraktivitas, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi sebagai bukti kekuasaan Allah yang Mahaagung seraya berkata, "Ya Tuhan kami! Kami bersaksi bahwa tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia melainkan mempunyai hikmah dan tujuan di balik ciptaan itu semua. Mahasuci Engkau, kami bersaksi tiada sekutu bagi-Mu. Kami mohon kiranya Engkau melimpahkan taufik agar kami mampu beramal saleh dalam rangka menjalankan perintah-Mu, dan lindungilah kami dari murka-Mu sehingga kami selamat dari azab neraka.

Sama halnya dengan hasil sintesis sebuah senyawa organik maupun anorganik, hasil sintesis senyawa basa Schiff memiliki manfaat yang perlu dikaji lebih lanjut seperti bioaktifitas, antioksidan serta manfaat lainya. Sebagai salah bentuk syukur serta mengingat atas segala sesuatu yang telah diciptakan tidaklah sia-sia.

Akan kemanfaatan basa Schiff Allah secara tidak langsung memberikan petunjuk dalam surat Yasin ayat 36 :

سُبْحٰنَ الَّذِيْ خَلَقَ الْاَزْوَاجَ كُلَّهَا مِمَّا تُنْۢبِتُ الْاَرْضُ وَمِنْ اَنْفُسِهِمْ وَمِمَّا لَا يَعْلَمُوْنَ

"Mahasuci (Allah) yang telah menciptakan semuanya berpasang-pasangan, baik dari apa yang ditumbuhkan oleh bumi dan dari diri mereka sendiri, maupun dari apa yang tidak mereka ketahui" (Q.S. Yasin 36:36)

Bahwa Allah telah menciptakan semuanya berpasang-pasangan di bumi. Baik makhluk yang ditumbuhkan oleh bumi seperti manusia, hewan serta tumbuhan yang memperoleh kebutuhanya dari bumi melaui ekosistem atau rantai makanan. Ada pula makhluk yang berasal dari bumi itu sendiri seperti organisme skala mikro hingga senyawa bahkan atom, yang sedikit sekali dipegaruhi oleh ekosistem. Semuanya memiliki pasangan masing masing. Hingga ada suatu petunjuk bahwa ada dari hal lain yang disebutkan di atas juga memliliki pasangan. Hal tersebut mengindikasikan bahwa ada sesuatu seperti senyawa, molekul, hingga atom yang awalnya belum dapat ditemukan secara alami di bumi.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Akhirnya berkat olah pikirnya manusia berhasil menemukannya secara sintetis. Hal tersebut mungkin disebabkan beberapa hal seperti senyawa tersebut memiliki waktu kesetabilan rendah, memiliki proporsi yang kecil dalam biosintesisnya. Oleh hal tersebut sepatutnya sebagai cendikiawan muslim, pengembangan metode maupun produk sintesis yang memiliki potenesi kemaslahatan manusia patut dikembangkan untuk mendapatkan suatu inovasi yang bermanfaat.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan April 2020 di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR dilakukan di Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas arloji, spatula, pipet volume 1 mL, pipet ukur 5 mL, pipet tetes, bola hisap, mortar dan alu, termometer digital, neraca analitik, cawan penguap, desikator, corong gelas, gelas kimia 100mL, *Melting Point Apparatus* (MPA), pipa kapiler, seperangkat instrumen FTIR.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Vanilin (4-hidroksi-3-netoksibenzaldehida) *p.a.*, p-aminoasetofenon *p.a.*, dan akuades.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitan ini memiliki beberapa tahapan, yakni sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan p-aminoasetofenon menggunakan media air dengan metode penggerusan, uji titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA) dan Karakterisai produk dengan instrumen FTIR. Analisis yang dilakukan yaitu secara kualitatif dan kuantitatif. Analsis kualitatif meliputi identifikasi dan karakterisasi produk yang dihasilkan, sedangkan analisis kuantitatif meliputi % rendemen produk yang dihasilkan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan – tahapan sebagai berikut:

1. Sintesis Basa Schiff dari vanilin dan p-aminoasetofenon mengunakan pelarut air dengan metode penggerusan.
2. Uji titik lelah menggunakan *Melting Point Apparatus*.
3. Karakterisasi produk menggunakan spektrofotometer FTIR.
4. Analisis data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-aminoasetofenon

Sebanyak 5 mmol (0,7607 g) senyawa p-aminoasetofenon sebanyak 5 mmol (0,6758 g) dimasukkan dalam mortar. Kemudian 0,5 mL akuades ditambahkan ke dalam campuran tersebut. Selanjutnya dilakukan pengerusan pada suhu ruang (27 ^{o}C) 60 menit. Hasil penggerusan tersebut dikeringkan dalam desikator selama ±24 jam dan ditimbang. Produk yang terbentuk diamati sifat fisiknya meliputi warna dan wujudnya. Rendemen hasil sintesis ditentukan dengan menggunakan persamaan 3.1 :

$$\%rendemen = \frac{kemurnian\ GC\ (\%)\ x\ hasil\ sintesis}{massa\ teoritis} \quad \text{(3.1)}$$

3.5.3 Uji Titik Leleh Menggunakan *Melting Point Apparatus*

Produk hasil sintesis dimasukkan ke dalam pipa kapiler. Kemudian dipasangkan pipa kapiler dan termometer dalam alat MPA. Selanjutnya alat MPA dinyalakan dan diatur suhu kenaikanya hingga 20 ^{o}C per menit. Setelah itu diatur kenakian suhunya menjadi 10 ^{o}C per menit. Jika suhu yang teramati sudah mendekati perkiraan titik leleh senyawa, maka kenaikan suhu diatur menjadi sebesar 1 ^{o}C per menit. Proses pelelehan produk sintesis diamati hingga berubah menjadi cair. Langkah yang sama dilakukan kembali terhadap reaktan sebagai pembanding.

3.5.4 Karakterisasi Produk dengan FTIR

Gugus fungsi senyawa produk diidentifikasi dengan spektrofotometer FTIR varian tipe FT 1000. Produk hasil sintesis dicampurkan dengan KBr

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

perbandingan 1:5 lalu digerus dalam *mortar agate.* Selanjutnya, campuran dipress dan dibentuk pelet, kemudian pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1}.

3.6 Analisis Data

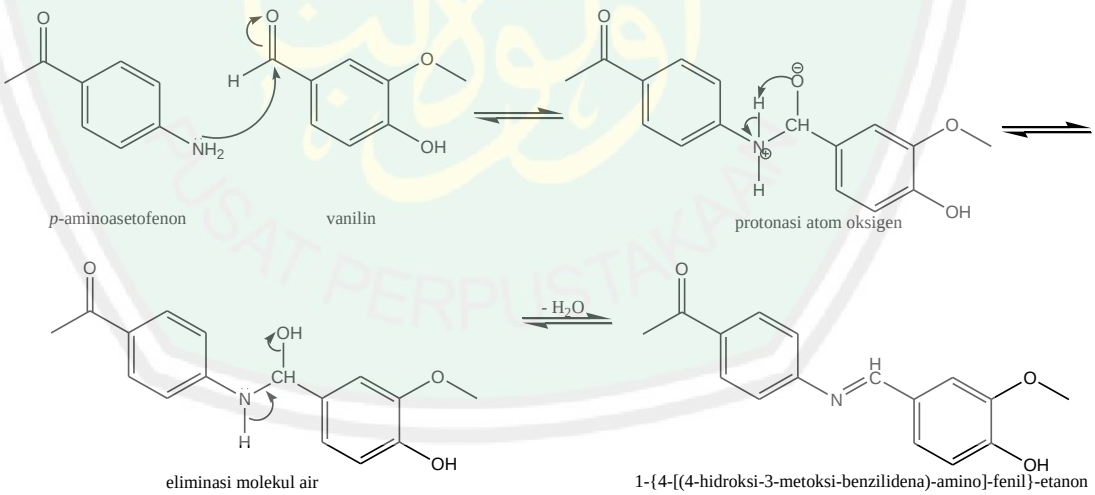
Karakter produk sintesis yang dinginkan memiliki bentuk padatan dan warna kuning pucat. Karakterisasi dengan FTIR menghasilkan serapan khas yang kuat dan tajam pada daerah serapan gugus C=N, yang memiliki rentang daerah serapan 1500-1600 cm^{-1}

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB IV
PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Basa Schiff dari vanilin dan p-aminoasetofenon mengunakan pelarut air dengan metode penggerusan.

Sintesis Basa Schiff dilakukan dengan cara mereaksikan vanilin (5 mmol) dan p-aminoasetofenon (5 mmol) menggunakan pelarut air dengan metode penggerusan. Proses pada reaksi pembentukan basa Schiff merupakan bentuk dari reaksi asam basa Lewis, di mana gugus karbonil pada vanilin bertindak sebagai penerima pasangan elektron bebas (asam) sedangkan gugus amina primer pada p-aminoasetofenon bertindak sebagai pendonor pasangan elektron bebas (basa) . Atom C karbonil vanilin yang bersifat elektro positif karena kerapatan elektronnya lebih tertarik ke arah atom O karbonil, hal ini menyebabkan mudahnya serangan pasangan elektron bebas atom N amina primer yang bersifat nukleofil membentuk ikatan C=N. kemungkinan mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff antara vanilin dan p-aminoasetofenon dapat digambarkan sebagai berikut :



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari vanilin dan p-aminoasetofenon dalam pelarut air.

Proses penggerusan dilakukan 60 menit pada suhu ruang. Adapun proses penggerusan dilakukan menggunakan mortar dan alu dengan kecepatan penggerusan yang relatif stabil. Selama proses penggerusan terjadi konversi energi mekanik menjadi energi panas, sehingga partikel reaktan menjadi semakin

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

aktif untuk bertumbukan satu sama lain membentuk produk. Proses penggerusan yang dilakukan selama 60 menit bertujuan meningkatkan interaksi antar partikel reaktan. Sintesis dibantu dengan pelarut air sebanyak 0,5 mL guna mempermudah proses pembentukan produk.

Pencucian produk sintesis dilakukan menggunakan akuades dingin karena produk yang dihasilkan tidak ikut larut dengan akuades, sehingga tidak terjadi pengurangan rendemen berat pada produk yang dihasilkan. Filtrat hasil pencucian berwarna bening yang menunjukkan kemungkinan kecil adanya produk yang ikut larut dengan akuades. Senyawa produk yang dicuci dikeringkan dalam desikator sampai didapatkan berat konstan. Pengamatan secara fisik dilakukan pada senyawa produk kering, sehingga dihasilkan data seperti pada Tabel 4.1:

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisika senyawa hasil sintesis

Pengamatan	**P_{20}***	**P_{30}***	**P_{40}***	**P_{50}***	**P_{60}**
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Kuning pucat	Kuning Pucat	Kuning Pucat	Kuning pucat	Kuning pucat
Massa (g)	1,1629	1,2339	1,2566	1,2639	1,2633
Rendemen (%)	61,94	66,67	70,04	89,75	93,82*
Titik Lebur (℃)	158-161,7	161,7-164	164-167,7	161,7-164	150-155

Keterangan:
P_{20} = produk variasi waktu penggerusan 20 menit
P_{30} = produk variasi waktu penggerusan 30 menit
P_{40} = produk variasi waktu penggerusan 40 menit
P_{50} = produk variasi waktu penggerusan 50 menit
P_{60} = produk variasi waktu penggerusan 60 menit

Data yang diperoleh dari produk variasi waktu penggerusan 20, 30, 40, dan 50 menit merupakan data yang diperoleh Susanti (2019) dan dibandingkan dengan data yang diperoleh peneliti pada variasi waktu penggerusan 60 menit. Berdasarkan Tabel 4.1 menunjukkan bahwa produk sintesis memiliki karakteristik relatif sama, yakni padatan berwana kuning pucat dan sedikit berbau. Vanilin dan *p*-aminoasetofenon yang merupakan reaktan memiliki karakter fisik yang berbeda dengan produk sintesis. Sumardjo (2008) menyatakan bahwa vanilin merupakan padatan yang berwarna putih dan berbau harum yang khas. Sedangkan, *p*-aminoasetofenon merupakan padatan berwarna kuning kecokelatan (Budavari,

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1989). Perbedaan sifat fisik tersebut mengindikasikan bahwa senyawa target telah terbentuk.

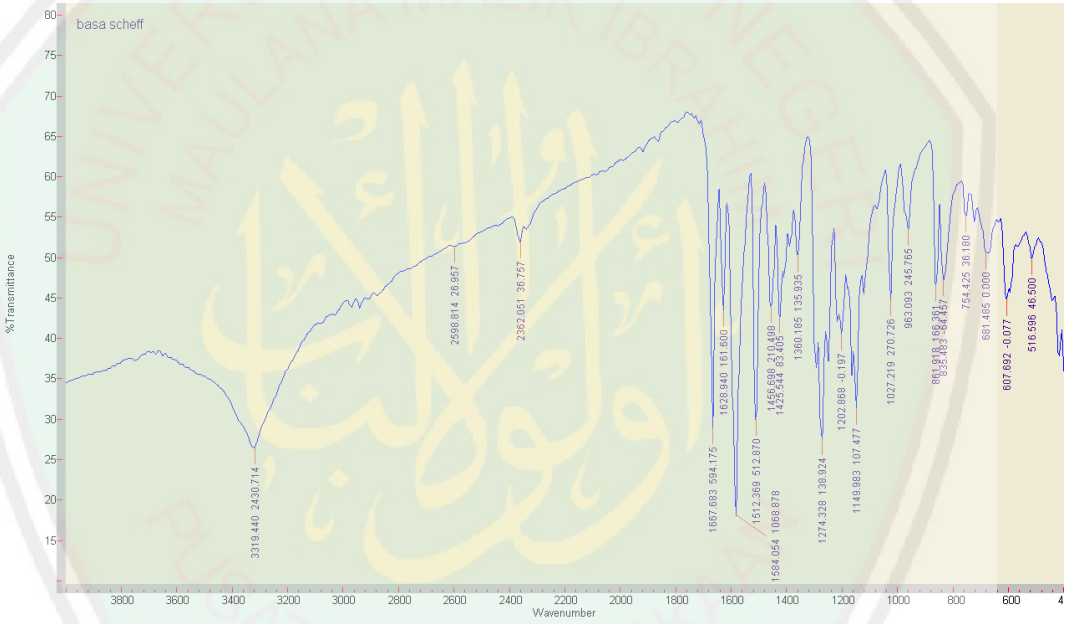
Masa produk yang dihasilkan bertambah seiring dengan bertambahnya waktu penggerusan akan tetapi pada lama penggerusan 50 dan 60 menit tidak terjadi perubahan berat yang signifikan. Hal tersebut dapat terjadi disebabkan interksi antara partikel selama waktu penggerusan 50 hingga 60 menit telah mencapai titik optimal. Adapun rendemen yang didapatkan pada menit ke 60 merupakan rendemen kasar yang didapatkan dari pembagian massa produk sintesis terhadap massa produk sintesis teoritis sebesar 93,82 %. Sehingga % rendemen pada 60 menit masih belum dapat ditentukan secara spesifik disebabkan kurangnya data % kemurnian GC.

Uji titik lebur menunjukkan hasil senyawa produk memiliki perbedaan titik lebur dengan reaktan. Di mana pada tiap-tiap hasil sintesis memiliki titik lebur yang lebih tinggi dibandingkan titik lebur reaktan. Reaktan vanilin memiliki titik lebur sebesar 80-83,5℃ dan *p*-aminoasetofenon sebesar 103-107℃. Keempat produk hasil uji yang dilakukan oleh Susanti (2019) memiliki rentang titik lebur yang menunjukkan sedikit perbedaan antara produk satu dengan produk yang lainnya, adapun titik lebur yang diperoleh pada variasi waktu 60 menit memiliki titik leleh pada suhu 150-155 ^{o}C. Perbedaan kemurnian dari masing-masing produk sintesis dapat mempengaruhi perbedaan titik lebur. Menurut Katrizky, *et al*., (2001) titik lebur merupakan sifat fisik dasar dari senyawa organik yang banyak digunakan sebagai kriteria kemurnian. Adanya pengotor dalam senyawa dapat menyebabkan rentang titik lebur berubah, meskipun sedikit jumlahnya (Reddy, *et al*., 2016). Pengotor yang mempengaruhi perbedaan titik lebur pada produk sintesis diduga berupa air dan sisa reaktan yang tidak habis bereaksi. Adanya pengotor yang memiliki titik lebur lebih rendah dapat memberikan dampak penurunan rentang titik lebur, karena molekul pengotor yang memiliki titik lebur lebih rendah bergerak lebih cepat dan mengakibatkan molekul pengotor tersebut membentuk ruang yang lebih besar, hal tersebut berdampak pada jarak antar partikel produk sintesis menjadi lebih besar pula. Meningkatnya jarak antar partikel ini secara kasat mata dapat diamati perubahan bentuk dari fasa padat (serbuk) menjadi cair.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa hasil sintesis basa Schiff. Metode yang digunakan adalah metode pelet KBr, karena sampel yang diuji berupa padatan. Perbandingan antara sampel dan KBr yaitu 2 % (sampel) : 98 % (KBr). Perbandingan ini bertujuan agar diperoleh pelet KBr yang transparan, sehingga menghasikan serapan IR yang jelas. Pembacaan pita serapan dilakukan pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1}. Hasil serapan yang diperoleh dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa. Hasil analisis FTIR dari produk sintesis ditampilkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Hasil spektra FTIR senyawa produk

Berdasarkan Gambar 4.2 spektra IR dari produk sintesis memiliki serapan gugus fungsi khas basa Schiff, yaitu gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang 1584 cm^{-1}. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa basa Schiff telah terbentuk. Serapan gugus fungsi dari senyawa produk ditunjukkan pada Tabel 4.2.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel 4.2 Gugus fungsi dari spektra FTIR

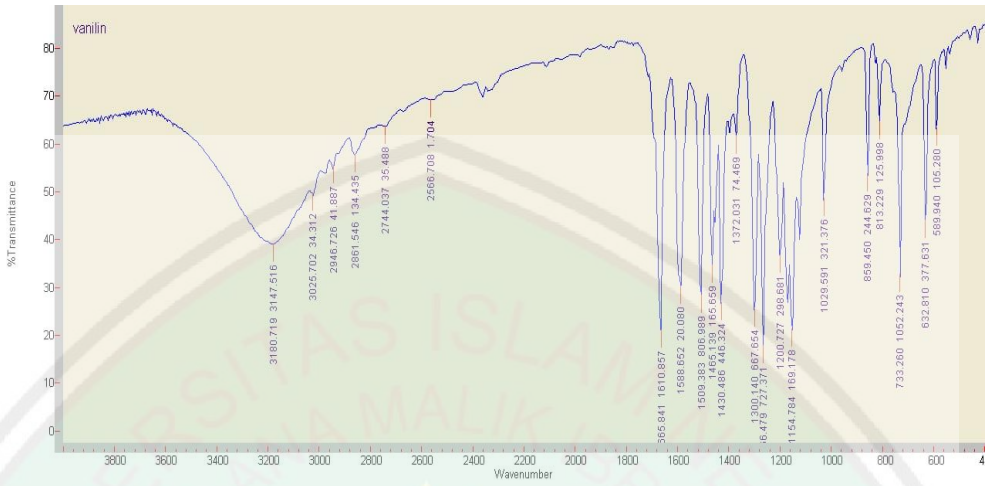
Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		
	Vanilin	**p-Aminoasetofenon**	**P_{60}**
-OH *stretch*	3180,719-25566,708	-	3319,440
-OH *bend*	1372,031	1361,109	1360,185
C_{sp3}-H *asimetric*	2975-2950	2975-2950	2975-2950
C_{sp3}-H *simetric*	2885-2865	2885-2865	2885-2865
C=O	1665,841	1650,955	1667,683
N-H *strech*	-	3395,828-3225,350	-
N-H *bend*	-	1590,084	-
C-N	-	1280,477 1177,289	-
C=N	-	-	**1584,054**
C-O-C *asimetric*	1200,727	-	1274,328
C-O-C *asimetric*	1154,784	-	1149,983
C=C *aromatic*	1588,652 1509,383	1512,590	1628,940
C=C *aromatic* (oop)	813,229 733,260	959,598	681.485 607,692
C_{sp2}-H *stretch*	3025,702	-	3009
C-O *stretch* fenol	1300,140	-	1202,868
-CH_3 *deformation*	1465,139 1430,486	1438,034 1384,015	1456,698 1425,544
-CH_2 *bend*	859,450	839,826	835,483

Keterangan:
P_{60} = produk variasi waktu penggerusan 60 menit

Serapan kuat dan tajam dari gugus C-O-C terdapat pada bilangan gelombang 1274 cm^{-1} (asimetrik) dan 1150-1149 cm^{-1} (simetrik). Gugus C=O memiliki serapan kuat dan tajam pada bilangan gelombang 1667 cm^{-1}. Gugus C_{sp3}-H terdapat pada bilangan gelombang 2975-2950 cm^{-1} (asimetrik) dan 2885-2865 cm^{-1} (simetrik) dengan intensitas yang sangat lemah. Serapan –OH *stretch* terdapat pada bilangan gelombang 3321-3319 cm^{-1} dengan bentuk serapan yang melebar dan tajam serta intensitasnya kuat. Hal ini juga didukung dengan adanya serapan tajam C-O *stretch* fenol pada bilangan gelombang 1202 cm^{-1}. Gugus C_{sp2}-H *stretch* aromatik berada pada bilangan gelombang 3009 cm^{-1} dengan serapan yang sangat lemah, dan didukung dengan serapan gugus C=C aromatik pada bilangan gelombang 1628 cm^{-1}. Melaui Tabel 4.2 dapat diketahiu terjadi pergeseran bilangan gelombang pada serapan gugus C=C aromatik, hal ini

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

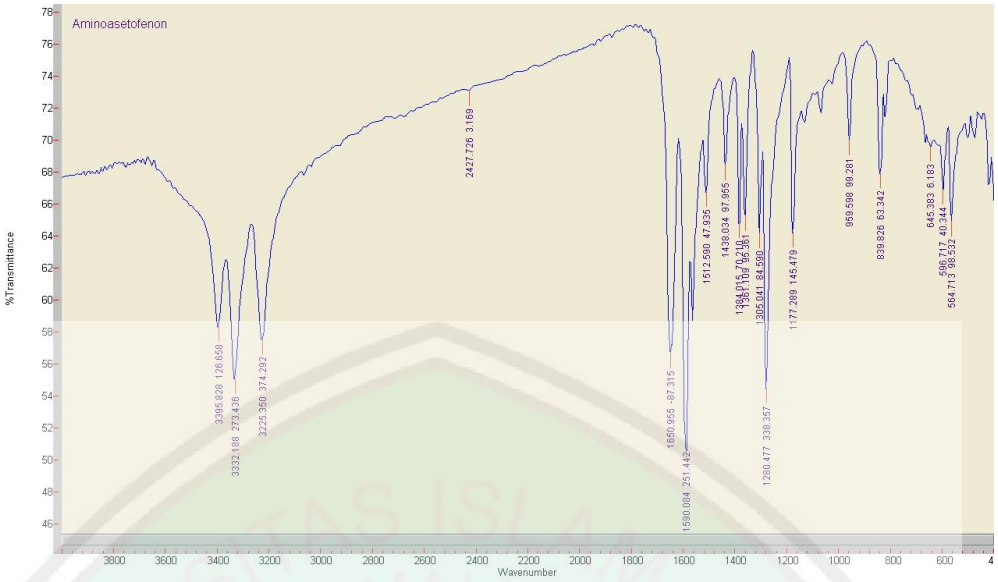
disebabkan bertambahnya sistem terkonjugasi pada senyawa hasil sintesis. Bertambahnya sitem terkonjugasi dapat mengindikasikan telah terbentuk ikatan –C=N- pada hasil sintesis basa schiff dari vanilin dan p-aminoasetofenon.



Gambar 4.3 Hasil spektra FTIR senyawa Vanilin

Hasil spektra IR produk sintesis dibandingkan dengan spektra IR reaktan untuk mengetahui keberhasilan dalam sintesis. Vanilin, *p*-aminoasetofenon, dan produk memiliki serapan gugus C=O dengan bilangan gelombang yang berbeda. Gugus C=O muncul pada bilangan gelombang 1665 cm^{-1} (vanilin), 1650 cm^{-1} (*p*-aminoasetofenon), dan 1667 cm^{-1} (produk). Serapan gugus -OH pada vanilin terdapat pada bilangan gelombang 3180 cm^{-1} dengan serapan yang melebar. Sedangkan, pada spektra IR produk serapan gugus -OH terdapat pada bilangan gelombang 3321-3319 cm^{-1} dengan serapan yang lebih tajam. Hal ini menunjukkan telah terjadi pergeseran bilangan gelombang dari reaktan menjadi produk. Daerah serapan yang lebih tajam dapat disebabkan adanya interaksi ikatan hidrogen itermolekuler. Interaksi intramolekuler ini dapat terjadi akibat adanya gugus ikatan N-H dan O-H pada senyawa. Interaksi intramolekuler dapat terjadi dengan sesama senyawa sejenis maupun senyawa lain. Senyawa lain dapat berupa pengotor, sisa reaktan yang belum bereaksi sempurna, pelarut, maupun kandungan air dalam udara.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR senyawa p-Aminoasetofenon

Serapan kuat gugus N-H hanya muncul pada spektra IR *p*-aminoasetofenon, yaitu pada bilangan gelombang 3395 cm^{-1} dan 3321 cm^{-1}. Produk sintesis tidak menunjukkan adanya se rapan pada daerah bilangan gelombang ~3400 cm^{-1} dan ~3350 cm^{-1} yang merupakan daerah serapan gugus N-H *streching*. Pada hasil spektra produk sintesi juga tidak menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang gugus N-H *bending* yakni 1620-1590 cm^{-1}. Kedua reaktan tidak memiliki serapan gugus C=N sebagaimana yang dimiliki oleh produk sintesis, Hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa basa Schiff telah terbentuk.

4.3 Tinjauan Sintesis Basa Schiff dalam Prespektif Islam

Penelitian yang telah dilakukan merupakan upaya dalam megurangi dampak negatif sintesis basa Schiff terhadap lingkungan. Pengembangan metode sintesis merupakan salah satu upaya meningkatkan efektifitas, efisiesi, dan pengoptimalan hasil sintesis yang memiliki dampak baik terhadap segi ekonomi dan lingkungan. Melalui penelitian ini dapat diketahui efektifitas waktu sintesis basa Schiff senyawa basa Schiff dalam pelarut air menggunakan metode penggerusan. Setelah mengetahui lama waktu sintesis basa Schiff yang optimal diharapkan sintesis senyawa basa Schiff dapat dilakukan secara optimal. Mengetahui lama waktu optimal sintesis memiliki dampak pengurangan penggunaan energi pada sintesis berikutnya.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Penelitian ini dilakukan sebagai perwujudan semangat terhadap pengembangan metode sintesis yang lebih ramah lingkungan. Sesungguhnya semangat terhadap pengembangan untuk menghasilkan inovasi terbaik secara tersirat telah disampaikan dalam Q.S. Al-Mulk 67:2 :

الَّذِيْ خَلَقَ الْمَوْتَ وَالْحَيٰوةَ لِيَبْلُوَكُمْ اَيُّكُمْ اَحْسَنُ عَمَلًاۗ وَهُوَ الْعَزِيْزُ الْغَفُوْرُۙ

"Yang menciptakan mati dan hidup, untuk menguji kamu, siapa diantara kamu yang lebih baik amalnya. Dan Dia Maha perkasa, Maha Pengampun (Q.S. Al-Mulk 67:2)

Tafsir Ringkas Kemenag (2016). Salah satu bukti kekuasaan-Nya adalah Dia Yang menciptakan mati dan menentukan ajalnya, dan hidup dengan menentukan kadar-kadarnya, untuk menguji kamu, siapa diantara kamu yang lebih baik amalnya dengan seikhlas mungkin. Dan Dia Maha perkasa tidak ada satu pun yang dapat mengalahkan-Nya, Maha Pengampun dengan menghapus dosa bagi orang-orang yang bertobat.

Pelajaran yang dapat diambil dari ayat di atas adalah semangat pengembangan metode sintesis senyawa sesungguhnya merupakan salah satu perwujudan dalam menghadapi ujian Allah SWT. Sesungguhnya dalam upaya pengembangan itu sendiri terdapat keberhasilan maupun kegagalan. Sejatinya dari setiap keberhasilan yang telah diraih maupun kegagalan yang dialami terdapat rida Allah yang Maha kuasa lagi Maha penerima taubat. Sejarah perkembangan sintesis secara sederhana telah berhasil dikelompokan melalui reaksi adisi, reaksi eleminasi dan reaksi subtitusi. Dimana tiap-tiap reaksinya diperoleh melalui pengamatan serta pembuktian secara kolektif. Sehingga saat ini dapat ditentukan sebuah hasil sintesis melalui mekanisme reaksi yang sesuai dengan senyawa reaktan.

Melalui peneitian ini penulis berusaha menapak tilasi sejarah penelitian yang telah dilakukan terlebih dahulu baik atas keberhasilannya maupun kegagalannya selama melakukan penelitian. Hal ini sejalan dengan semangat atau *ibrah* dari Q.S. Yusuf ayat 12:111 berikut ini:

لَقَدْ كَانَ فِيْ قَصَصِهِمْ عِبْرَةٌ لِّاُولِى الْاَلْبَابِۗ مَا كَانَ حَدِيْثًا يُّفْتَرٰى وَلٰكِنْ تَصْدِيْقَ الَّذِيْ بَيْنَ يَدَيْهِ وَتَفْصِيْلَ كُلِّ شَيْءٍ وَّهُدًى وَّرَحْمَةً لِّقَوْمٍ يُّؤْمِنُوْنَ ع

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

*"Sungguh, pada kisah-kisah mereka itu terdapat pengajaran bagi orang yang mempunyai akal. (Al-Qur'an) itu bukanlah cerita yang dibuat-buat, tetapi membenarkan (kitab-kitab) yang sebelumnya, menjelaskan segala sesuatu, dan (sebagai) petunjuk dan rahmat bagi orang-orang yang beriman"(*Q.S Yusuf 12:111).

Seperti sintesis basa Schiff konvensional, sintesis yang dilakukan membutuhkan waktu yang lama, pelarut volatil, katalis asam yang beracun dan berbahaya serta energi yang lebih tinggi (pemanasan). Proses sintesis yang membutuhkan waktu yang lama serta adanya pemanasan, secara tidak langsung membawa dampak negatif terhadap lingkungan melalui penggunaan energi yang besar saat proses sintesis berlangsung. Sedangkan penggunaan pelarut volatil serta katalis asam yang beracun dan berbahaya dapat secara langsung memiliki dampak buruk terhadap lingkungan bila tidak dilakukan pengolahan terhadap limbah hasil sintesis. Meskipun dilakukan pengolahan terhadap limbah hasil sintesis tetap akan memiliki dampak tidak langsung terhadap lingkungan, disebabkan selama proses pengolahan dibutuhkan energi serta sumber daya lain yang berpotensi menambah dampak negatif.

Allah SWT dalam Q.S. Ar-Rum 30:41,berfirman bahwasannya :

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِى الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ اَيْدِى النَّاسِ لِيُذِيْقَهُمْ بَعْضَ الَّذِيْ عَمِلُوْا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُوْنَ

"Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)" (QS. Ar-Rum 30: 41)

Hal tersebutlah yang mendorong peneliti menggunakan metode sintesis basa Schiff yang ramah lingkungan dan aman bagi lingkungan dengan cara menerapkan prinsip Green Chemistry, melalui penggunaan media pelarut air dengan metode penggerusan. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan didapatkan masa hasil sintesis sebesar 1,2633 gram dengan rendemen kasar sebesar 93,82 %. Bila dibandingkan dengan masa produk penelitian sebelumnya yang dilakukan Susanti (2019) terjadi pola pertambah massa dan % rendemen seiring dengan bertambahnya waktu penggerusan hingga lama penggerusan 50. Setelah lama penggerusan 50-60 menit sudah tidak terjadi penambahan massa

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang signifikan. Oleh karna itu diharapkan pada penelitian sintesis basa Schiff selanjutnya dengan lama waktu penggerusan 50 menit.

Melalui penelitian ini penulis berharap dapat menambah kecintaanya kepada lingkungan terlebih kepada Allah SWT serta mengambil pelajaran terhadap kesalahan yang telah dilakukan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB V
PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Rendemen kasar dari produk hasil sintesis basa Schiff adalah 93,82 %.
2. Produk sintesis basa Schiff memiliki karakter fisik, yakni berupa padatan yang berwarna kuning pucat, sedikit larut dalam air, dan memiliki titik lebur berkisar antara 150-155 ℃. Karakterisasi dengan FTIR menghasilkan serapan khas pada bilangan gelombang 1583 cm^{-1}, yang merupakan serapan C=N.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitihan lanjutan terhadap uji antimikroba, anti jamur atau anti kanker terhadap hasil sintesis basa Schiff .

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PUSTAKA

Al Hakimi, N.S. 2016. Sintesis Senyawa Imina dari Vanilin dan Anilina dengan Variasi Jumlah Katalis Air Jeruk Nipis [*Skripsi*]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

Anatas, P. Dan Warner, J.C. 1998. *Green Chemistry*. Oxford University Press: New York.

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

Budavri. 1989. The Merck Index-An Encyclopedia of Chemicals, Drugs and Biologicals. Rahway. NJ: Merck adn Co., Inc.

Chavan, S.B., Zangde, S.B., Mokle, S.S. And Vibhute, Y.B. 2010. Synthesis of New Bis-Schiff Bases Via Environmentally Benign Grindstone Technique. *Der Pharma Chemica*.2(6):139-143.

Day, R.A. dan Underwood, A.L,. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi 6*. Jakarta: Erlangga.

Fessenden, R.J., dan Fessenden J.S., 1982. Kimia Organik, Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H., Edisi Ketiga, Jilid 1, Jakarta: Erlangga,.

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

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

Hart, H., Craine, L. E. And Hart, D. J. 2003. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.

Ibrahim, M., N., dan Sharif, S.E.A. 2007. Shynthesis, Characterization and Use of Schiff Bases as Fluorometric Analitycal Reagents. *E-Journal of Chemistry*. Volume 4, Nomor 4: 531-535.

Jatmiko, E.S. dan Sofjan, K.F. 2008. Rancang Bangun Spektroskopi FTIR (Fourier Transform Infrared) untuk Penentuan Kualitas Susu Sapi. *Berkala Fisika. Volume 11* , Nomor 1: 23-28.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Jun Li,C .dan Trost, B.M. 2008. Green Chemistry for Chemical Synthesis, *PNAS vol. 105 no. 36*, 13197-132-2.

Katrizky, A. R., Jain. R., Lomaka, A., Petrukin, R., Maran, U., dan Karelson, M. 2001. Prespective on the Relationship between Melting Point and Chemical Structure. *Crystal Growth and Design*. 1(4).

Lide, D. 2007. *Handbook of Chemistry and Physics 8th Ed*. 2007-2008. Francis: CRS Press.

Muchlis dan Hanafi M., 2016. *Terjemah Al-Quran.* Jakarta : Kementrian Agama Indonesia.

Muchlis dan Hanafi M., 2016. *Tafsir Ringkas Al-Qur'an.* Jakarta : Kementrian Agama Indonesia.

Mulja, M. dan Suharman. 1999. *Analisis Instrumental*, Surabaya: Airlangga University Presss,.

Naqvi, A., Shahnawaaz, M., Rao, A. V., Seth, D. S. And Sharma, N. K. 2009. Synthesis of Schiff Bases Via Environmentally Benign and Energy-Efficient Greener Methodologies. *E-Journal of Chemistry*.

Neelima, Poonia, K., Siddiqui, S., Arshad, M., and Kumar, D. 2015. in vitro anticancer activities of Schiff base and its lanthanum complex. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 155: 146-154.

Ningsih, R. 2015 Sintesis Senyawa Basa-Schiff dari Vanilin dan Anilin Menggunakan Pelarut air , *Laporan Hasil Penelitian Penguatan Program Studi, Fakultas Sains dan Teknologi*, Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Malik Ibrahim Malang.

Patil, S., Jadhav, S.D. and Deshmukh, M.B. 2011. Natural Acid Catalyzed Multi-component Reaction as a Green Approach. *Scholars Research Library*. Organic Research Laboratory.

Patil, S., Jadhav, S.D. and Mane, S.Y. 2011. *Pineapple Juice as Natural Catalyst: An Exellent Catalyst for Biginelli Reaction.* , India : Scientific Research Library. Organic Research Labortorty, PDVP College, Tasgaon, Sangli India.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Patil,S., Jadhav, S.D. and Patil,U.P. 2012. *Natural Acid Catalyzed Syntesis of Schiff Base under Solvent-free Condition: As a Green Approach*. India: Scholars Research Labortorty, PDVP College, Tasgaon, Sangli, India.

Purwono, B., Anwar,C. dan Hanapi,A. 2013. Syntheses of Azo-Imine Derivatives From Vanillin As An Acid Base Indicator. *Indo.J. Chem*. Volume 13.

Rao, V. K., Reddy S. S., Krishna, B. S., Naidu, K. R. M., Raju, C. N. And Ghosh. S. K. 2010. Synthesis of Schiff's in Aquades Medium Green Alternative Approch with Effective Mass Yield and High Reaction Rates. *Green Chemistry Letter and Review* 3(3): 217-223.

Sankari, G., Kriahnamoorthy, E., Jayakumaran, S., Gunaeakaran, S., Priya, V.V., Subramanlam, S. dan Mohan, S.K. 2010. Analysis of Serum Immunoglobulins Using Fourier Transform Infrared Spectral Measurements. *Biol. Med. Volume 2*, Nomor 3: 42-48.

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

Sumardjo, D. 2008. *Pengantar Kimia*. Jakarta: EGC

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

Susanti, E. 2019. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-Aminoasetofenon Menggunakan Media Air dengan Metode Penggerusan [Skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Maulana Malik Ibrahim Malang.

Tigineh, G.T., Wen, Y.S. And Liu L.K. 2014. Solvent-free Mechanochemical Conversion of 3-ethoxysalicyladhyde adn Primary Aromatic Amines to Corresponding Schiff-bases. Tetrahedron.

Ummathur, M. b., Sayudevi, P. And Krishnankutty, K. 2009. Schiff Bases of 3-[2-(1,3-Benzothiazol-2-Yl)Hydrazinylidene] pentane-2,4-Dione with Aliphatic Dinamines and Their Metal Complexes. *J. Argent. Chem. Soc., 2009, 97*(2), 31-39.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Vibhute, G. dan Mani, J.V. 2013. Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Researce (IJSR).*

Wohler, F. 1828. Ueber kunstliche Bildung des Harnstoffs. *Annalen der Physik und Chemie. 88 (2)*: 253-256.

Yadav, G. dan Mani, J.V. 2013, Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Research (IJSR).*

Zarei, M. dan Jarrahpour, A. 2011, Green and Efficient Synthesis of Azo Schiff Bases. *Irian Journal of Science & Technology*.

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

L.1.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Media Air dengan Metode Penggerusan

Vanilin

- ditimbang 0,7607 gram
- dimasukkan ke dalam mortar
- ditambahkan 0,6758 gram p-aminoasetofenon
- ditambahkan 0,5 mL akuades
- digerus campuran pada suhu ruang dengan waktu penggerusan selama 60 menit.
- dikeringkan hasil penggerusan dalam desikator
- ditimbang
- diamati wujud dan warna zat

Produk

L.1.2 Uji Titik Leleh Menggunakan Melting Point Apparatus

Senyawa Hasil Sintesis

- dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam pipa kapiler
- dipasngkan pipa kapiler dan termometer dalam alat mpa
- dinyalakan instrumen dan diatur suhu kenaikan hingga 20 ^{o}C permenit
- diturunkan kenaikan suhu menjadi 10 ^{o}C per menit
- diatur kenaikan suhu menjadi 1^{o}C per menit bila suhu yang teramati pada termometer mendekati perkiraan titik leleh senyawa
- diamati prosos pelelehan produk sintesis hingga berubah menjadi cair
- dilakukan langkah yang sama terhadap reaktan sebagai pembanding

Hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.1.3 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakn FTIR

Senywa Hasil Sintesis

- digerus menggunakan mortar agate
- dicampurkan dengan gerusan pellet kbr dengan perbandingan 1:50.
- diletakkan campuran pada cell holder
- dilewati berkas sinar infra merah pada rentang bilangan gelombang 4000 – 400 cm^{-1}

Hasil

L.1.4 Penentuan Rendemen Produk

Produk Hasil Sintesis

- ditimbang produk sintesis
- dilakukan perhitungan dengan menggunakan persamaan :

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

$$\%\ rendemen = \frac{kemurnian\ GC\ (\%) \times massa\ produk\ sintesis}{massa\ teoritis}$$

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin 5 mmol

Rumus Molekul = $C_8H_8O_3$

BM Senyawa = 152,151116 g/mol

Mol Senyawa = 0,005 mol

Massa Senyawa = mol x BM senyawa

= 0,0005 mol x 152,15116 g/mol

= 0,7607 gram

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.2.2 Perhitungan Pengambilan Massa p-Aminoasetofenon 5 mmol

Rumus molekul = C_8H_9ON

BM Senyawa = 145,16703 g/mol

Mol Senyawa = 0,005 mol

Massa Senyawa = mol x BM Senyawa

= 0,005 mol x 135,16703 g/ mol

= 0,6758 gram

L.2.3 Perhitungan Stoikiometri

Vanilin (I) + p-Aminoasetofenon (II) → 1{4[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena) amino]fenil}etanon (III) + air

Reaksi	**Senyawa I +**	**Senyawa II →**	**Senyawa III**
Mula-mula	0,005 mol	0,005 mol	
Bereaksi	0,005 mol	0,005 mol	0,005 mol
Setimbang	-	-	0,005 mol

Rumus Molekul = C16H15O3N

BM Senyawa = 269,303 g/mol

Mol Senyawa = 0,005 mol

Massa Senyawa = mol x BM senyawa

= 0,005 mol x 269,303 g/mol

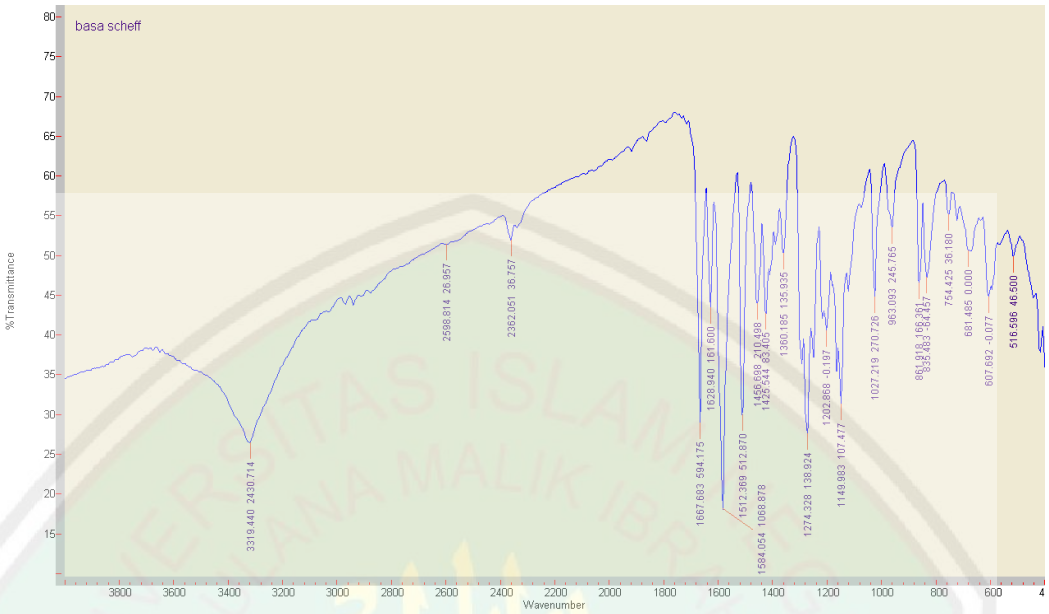
=1,3465 gram

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

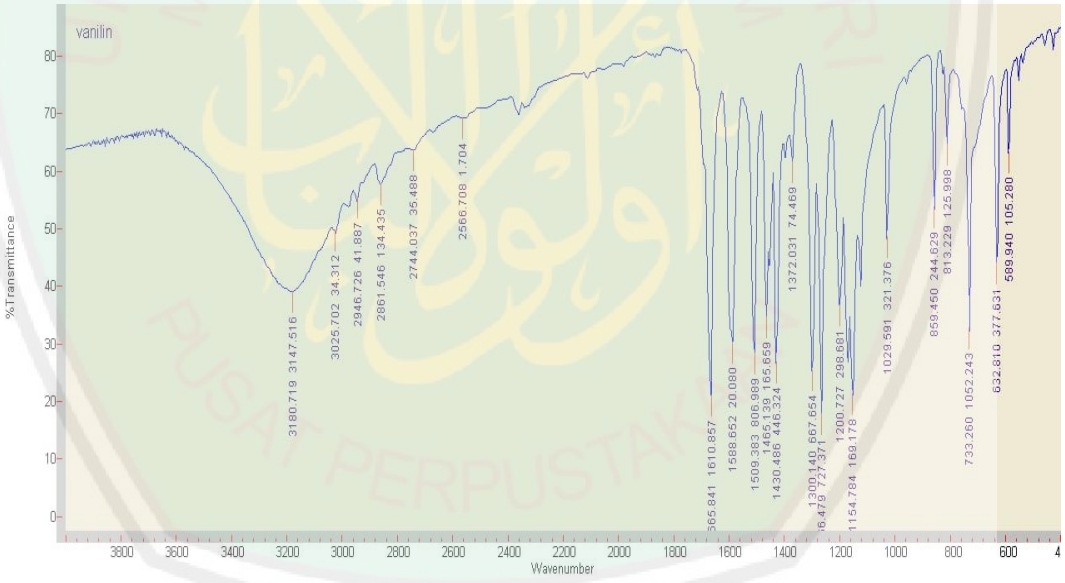
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi

L.3.1 Hasil Karakterisasi menggunakan FTIR

L.3.1.1 Hasil Karakterisasi Produk

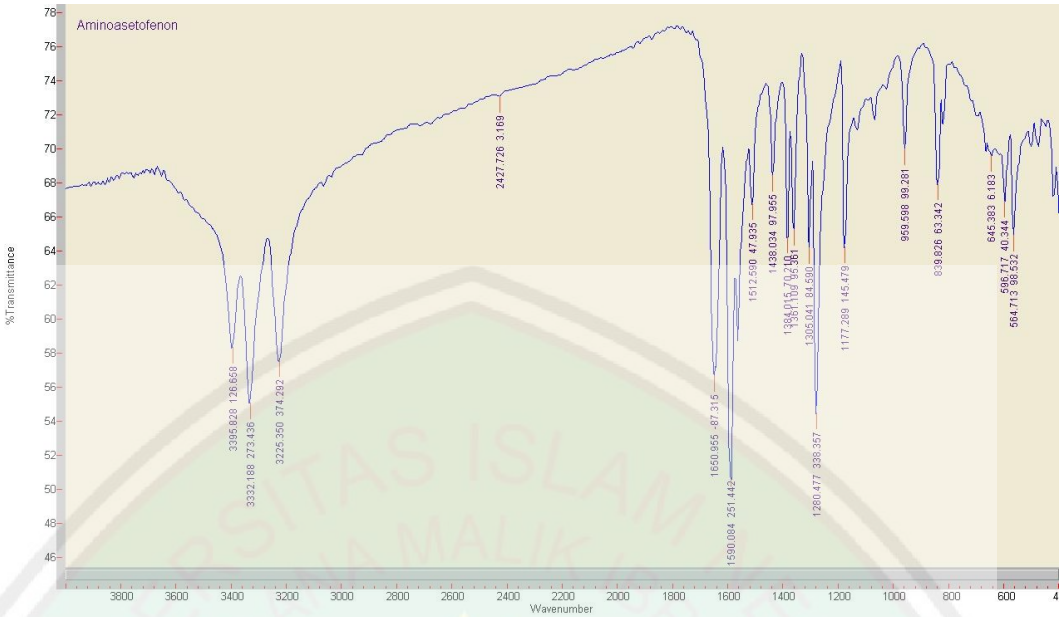


L.3.1.2 Hasil Karakterisasi Vanilin



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.3.1.3 Hasil Karakterisasi p-Aminoasetofenon



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 4. Dokumentasi

L.4.1 Sintesis senyawa basa Schiff



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG