

GREEN SYNTHESIS SENYAWA BASA SCHIFF 2-METOKSI-6(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL DARI *O*-VANILIN DAN *P*-ANISIDINA DENGAN PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGERUSAN PADA VARIASI WAKTU 30, 45, DAN 60 MENIT

SKRIPSI

Oleh :

HABIBATUN NADHIFAH

NIM. 15630116



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

GREEN SYNTHESIS SENYAWA BASA SCHIFF 2-METOKSI-6(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL DARI *O*-VANILIN DAN *P*-ANISIDINA DENGAN PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGERUSAN PADA VARIASI WAKTU 30, 45, DAN 60 MENIT

SKRIPSI

Oleh :

HABIBATUN NADHIFAH

NIM. 15630116

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

GREEN SYNTHESIS SENYAWA BASA SCHIFF 2-METOKSI-6(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL DARI *O*-VANILIN DAN *P*-ANISIDINA DENGAN PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGERUSAN PADA VARIASI WAKTU 30, 45, DAN 60 MENIT

SKRIPSI

Oleh :

**HABIBATUN NADHIFAH
NIM. 15630116**

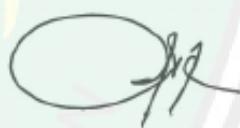
Telah Diperiksa dan Disetujui Untuk Diuji:
Tanggal: 2 Desember 2020

Pembimbing I



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

Pembimbing II



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

Mengetahui,
Ketua Jurusan



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

GREEN SYNTHESIS SENYAWA BASA SCHIFF 2-METOKSI-6(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL DARI *O*-VANILIN DAN *P*-ANISIDINA DENGAN PELARUT AIR MENGGUNAKAN METODE PENGERUSAN PADA VARIASI WAKTU 30, 45, DAN 60 MENIT

SKRIPSI

Oleh :
HABIBATUN NADHIFAH
NIM. 15630116

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Pengaji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

Tanggal: 2 Desember 2020

Pengaji Utama	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
Ketua Pengaji	: A. Ghnaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	(.....)
Sekretaris Pengaji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	(.....)
Anggota Pengaji	: Lulu`atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Habibatun Nadhifah
NIM : 15630116
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : "Green Synthesis Senyawa Basa Schiff 2-Metoksi-6(((4-Metoksifenil)Imino)Metil)Fenol dari *o*-Vanilin dan *p*-Anisidina dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan pada Variasi Waktu 30, 45, dan 60 Menit"

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

Malang, 2 Desember 2020
Yang membuat Pernyataan,



Habibatun Nadhifah
NIM. 15630116

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Alhamdulillah, segala puja dan puji syukur bagi Allah Swt. atas limpahan rahmat, taufik, hidayah, dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan dengan baik penyusunan proposal yang berjudul “**Green Synthesis Senyawa Basa Schiff 2-Metoksi-6(((4-Metoksifenil)Imino)Metil)Fenol dari o-Vanilin dan p-Anisidina dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan pada Variasi Waktu 30, 45, dan 60 Menit**”. Shalawat serta salam semoga tetap terlimpahkan kepada Nabi besar Muhammad SAW., yang telah menuntun umatnya dari zaman yang gelap ke zaman yang terang benderang yakni agama islam.

Penyusunan laporan hasil penelitian ini dapat disusun dan diselesaikan atas kontribusi, dukungan, motivasi, dan bimbingan dari berbagai pihak sebagai akibat keterbatasan pengetahuan yang penulis miliki. Untuk itu ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Kedua orang tua yang selalu memberikan do`a, motivasi, dan semangat agar terus belajar dan berusaha, sehingga dapat menyelesaikan laporan hasil penelitian ini.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M. Si selaku ketua Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen pembimbing I, ibu Eny Yulianti, M.Si selaku penguji utama, bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku ketua penguji serta ibu Lulu`atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing

arah dan motivasi, sehingga penulisan laporan hasil penelitian ini dapat terselesaikan.

4. Seluruh dosen Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan pengetahuan sebagai dasar atau pedoman bagi penulis untuk menyelesaikan laporan hasil penelitian ini.
5. Teman-teman yang selalu memberikan masukan, semangat, dan motivasi, sehingga laporan hasil penelitian ini dapat terselesaikan.
6. Seluruh pihak yang berkontribusi dalam penulisan laporan hasil penelitian ini yang penulis tidak mampu menyebutkan satu per satu.

Wassalamu 'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Malang, 06 Agustus 2020

Penulis

HALAMAN PERSEMPAHAN

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

1. Kedua orang tua saya Muhammad Tamim dan Aliyah Alfit yang senantiasa memberikan do`a, motivasi dan dukungan baik secara moral maupun material
2. Teman-teman penelitian Squad organik 2015, squad basa Schiff 2015 serta Laylatul Ma`rufah dan Safira Nidhar yang telah banyak membantu saya dalam proses penelitian sampai terselesaikannya skripsi ini. Terimakasih saya ucapan, semoga Allah SWT membalas kebaikan kalian.
3. Seluruh teman-teman kelas C kimia 2015 yang selalu kompak dalam hal apapun serta teman teman kimia angkatan 2015 tetap solid. Terimakasih atas pengalaman dan ilmunya selama ini.
4. Sahabat seperjuangan dalam suka maupun duka, Fitrotul Jannah, Khawiyatur Riv`ah, Annazmil Fayroz, Laila Sukria, Nende Widya D.K dan Nurul Qomariyah yang selalu memberikan motivasi dan semangat sehingga dapat terselesaikannya penelitian ini.
5. Seluruh pihak yang telah memberikan arahan serta semangat penulisan skripsi.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
DAFTAR ISI..	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR PERSAMAAN.....	xiv
ABSTRAK.....	xv
ABSTRACT	xvi
لمسنخص	xvii

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	6

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 <i>o</i> -Vanilin	7
2.2 <i>p</i> -Anisidina	8
2.3 Reaksi Pembentukan Basa Schiff	9
2.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Pelarut Air dengan Metode Penggerusan	11
2.6 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff	13
2.6.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR	13
2.6.2 Karakterisasi Menggunakan <i>Gas Chromatography-Mass Spectroscopy</i> (GCMS)	15
2.7 Manfaat Senyawa Organik Dalam Perspektif Islam	17

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	20
3.2 Alat dan Bahan	20
3.2.1 Alat	20
3.2.2 Bahan	20
3.3 Rancangan Penelitian	20
3.4 Tahapan Penelitian	21
3.5 Cara Kerja	21
3.5.1 Sintesis Basa Schiff Menggunakan Pelarut Air (Priatama, 2016).....	21
3.5.2 Uji Titik Leleh Menggunakan (<i>Melting Point Apparatus</i>)/MPA (Priatama, 2016)	22
3.5.3 Uji Kimia dengan Larutan Basa	22
3.5.4 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis	22

3.5.4.1 Karakerisasi Produk dengan FTIR (Priatama, 2016)	23
3.5.4.2 Karaterisasi Produk dengan GC-MS	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil) fenol dengan Variasi Waktu Penggerusan	24
4.2 Karakterisasi Produk Sintesis	26
4.2.1 Uji Kimia dengan Larutan Basa	26
4.2.2 Karaterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR	28
4.2.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan GC-MS	31
4.3 Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil) fenol dalam Perspektif Islam	36
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40
LAMPIRAN	43

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian	43
Lampiran 2. Skema Kerja	44
L.2.1 Sintesis senyawa basa Schiff dari <i>o</i> -vanilin dan <i>p</i> -anisidina	44
L.2.2 Karakterisasi senyawa hasil sintesis	45
L.2.2.1 Karakterisasi sifat fisik	45
L.2.2.2 Uji titik lebur senyawa hasil sintesis	45
L.2.2.3 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan FTIR	46
L.2.2.4 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan GC-MS	47
Lampiran 3. Perhitungan	48
L.3.1 Perhitungan Pengambilan Massa <i>o</i> -Vanilin 5 mmol (1)	48
L.3.2 Perhitungan Pengambilan Massa <i>p</i> -Anisidina 5 mmol (2)	48
L.3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 2- metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metyl)fenol (3) yang diharapkan terbentuk	48
L.3.4 Penentuan % Kemurnian Produk Sintesis Berdasarkan GCMS	49
L.3.5 Pengamatan Titik Lebur Produk Sintesis	50
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi	51
L.4.1 Hasil Karakterisasi Senyawa Sintesis Menggunakan FTIR	51
L.4.1.1 Hasil Karakterisasi P1 (Produk Variasi 30 menit)	51
L.4.1.2 Hasil Karakterisasi P2 (Produk Variasi 45 menit)	51
L.4.1.3 Hasil Karakterisasi P3 (Produk Variasi 60 menit)	51
L.4.1.4 Hasil Karakterisasi Senyawa <i>o</i> -Vanilin	52
L.4.1.5 Hasil Karakterisasi Senyawa <i>p</i> -Anisidina.....	52
L.4.2 Hasil Karakterisasi Senyawa Sintesis Menggunakan GC-MS	53
L.4.2.1 Hasil Karakterisasi Kromatografi Gas P1 (Produk Variasi 30 menit)	53
L.4.2.2 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P1 (Produk Variasi 30 menit)	54
L.4.2.3 Hasil Karakterisasi Kromatogram P2 (Produk Variasi 45 menit)	55
L.4.2.4 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P2 (Produk Variasi 45 menit)	56
L.4.2.4.5 Hasil Karakterisasi Kromatogram P3 (Produk Variasi 60 menit)	57

L.2.4.6 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P3 (Produk Variasi 60 menit)	58
Lampiran 5. Dokumentasi	60
L.5.1 Sintesis Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4- metoksifenil)imino)metil)fenol	60
L.5.2 Monitoring Produk Sintesis dengan Uji Titik Lebur	60
L.5.3 Uji Kimia dengan Larutan Basa	61



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Struktur <i>o</i> -vanilin	2
Gambar 2.2 Struktur <i>p</i> -anisidina	8
Gambar 2.3 Reaksi penentuan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)—metil)fenol tanpa menggunakan pelarut dan katalis (Singh, dkk., 2008)	10
Gambar 2.5.1 Spektra FTIR senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol (Adawiyah, 2017)	15
Gambar 4.1 Hasil uji kelarutan produk sintesis (a) sebelum penambahan NaOH dan (b) setelah penambahan NaOH	27
Gambar 4.2 Reaksi asam basa Bronsted-Lowry	27
Gambar 4.3 Hasil spektra FTIR dari ketiga produk sintesis dan reaktan	28
Gambar 4.4 Reaksi pembentukan senyawa 2metoksi-6(((4metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan pelarut air	31
Gambar 4.5 Kromatogram produk sintesis variasi 60 menit.....	32
Gambar 4.6 Spektra massa variasi 60 menit	32
Gambar 4.7 Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	33
Gambar 4.8 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	33

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan ketiga produk sintesis	25
Tabel 4.2 Gugus fungsi dari spektra FTIR ketiga produk sintesis	29
Tabel 4.3 Perbandingan serapan gugus fungsi antara reaktan dengan produk sintesis.....	30



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Menentukan rendemen dari hasil sintesis	22
---	----



ABSTRAK

Nadhifah, Habibatun. 2020. *Green Synthesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dari o-Vanilin dan p-Anisidina dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan pada Variasi Waktu 30, 45, dan 60 Menit.* Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Pembimbing II: Lulu`atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Konsultan: A.Ghanaim Fasya, M.Si

Kata Kunci: Basa Schiff, *o*-vanilin, *p*-anisidina, pelarut air.

Senyawa basa Schiff merupakan senyawa organik dengan struktur $-C=N-$ (gugus azometin/imina), yang diperoleh dari hasil kondensasi amina primer ($R-NH_2$) dengan senyawa karbonil ($C=O$). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui waktu penggerusan terbaik dengan pelarut air pada sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan untuk mengetahui hasil karakterisasi produk sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol tersebut.

Pada penelitian ini, metode penggerusan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol disintesis dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan. Perbandingan mol antara *o*-vanilin dan *p*-anisidina yang digunakan adalah 1:1 dengan variasi penggerusan selama 30, 45, dan 60 menit. Hasil proses penggerusan dikeringkan dalam desikator sampai beratnya konstan. Produk sintesis ditentukan warna, wujud, titik leleh, serta uji kimia dengan larutan basa NaOH 2M. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *Gas Cromatography and Mass Spectroscopy* (GCMS).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi lama waktu penggerusan 60 menit menghasilkan % hasil tertinggi yaitu 96,88%. Produk sintesis yang dihasilkan berupa padatan, berwarna coklat kekuningan dan mempunyai titik leleh berkisar antara 98-101°C. Produk sintesis jika dilarutkan dalam air akan mengendap. Setelah penambahan basa NaOH 2M menyebabkan endapan larut sempurna dan warna menjadi kuning. Karakterisasi spektra FTIR menunjukkan adanya serapan khas gugus amina ($-C=N-$) di daerah bilangan gelombang 1616-1615 cm⁻¹ dan karakterisasi menggunakan GCMS menghasilkan puncak pada waktu retensi 44,181 menit dengan m/z ion molekular 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target yaitu 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.

ABSTRACT

Nadhifah, Habibatun. 2020. *Green Synthesis of Schiff Base 2-methoxy-6 (((4-methoxyphenyl) imino) methyl) phenol from o-vanillin and p-anisidine using water using the grinding method at 30, 45, and 60 minutes.* Undergraduate Thesis. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Supervisor II: Lulu`atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

Keywords: Schiff bases, *o*-vanillin, *p*-anisidine, water solvent

The basic Schiff compound is an organic compound with the structure -C = N-(azometine / imine group), which is obtained from the condensation of primary amines (R-NH₂) with carbonyl compounds (C = O). This study aims to determine the best grinding time with water solvent in the synthesis of the basic compound Schiff 2-methoxy-6 (((4-methoxyphenyl) imino) methyl) phenol and to determine the characterization results of the synthesis of the Schiff 2-methoxy-6 (((4-methoxyphenyl) imino) methyl) the phenol.

In this research, the method of grinding Schiff 2-methoxy-6 (((4-methoxyphenyl) imino) methyl) phenol base compound was synthesized from *o*-vanillin and *p*-anisidine with water using the grinding method. The mole ratio between *o*-vanillin and *p*-anisidine used was 1: 1 with grinding variations for 30, 45, and 60 minutes. The result of the grinding process is dried in a desiccator until its weight is constant. Synthesis products were determined by color, shape, melting point, and chemical tests with 2M NaOH base solution. Furthermore, it was characterized using Fourier Transform Infra Red (FTIR) and Gas Cromatography and Mass Spectroscopy (GCMS).

The results showed that the variation of 60 minutes grinding time produced the highest% yield, namely 96.88%. The resulting synthetic product is a solid, yellowish brown in color and has a melting point ranging from 98-101 ° C. Synthetic products dissolved in water will settle. After the addition of 2M NaOH base causes the precipitate to dissolve completely and the color turns yellow. FTIR spectra characterization showed a typical absorption of amine groups (-C = N-) in the region of wave number 1616-1615 cm⁻¹ and characterization using GCMS resulted in peaks at 44.181 minutes retention time with m / z 257 molecular ions which correspond to the molecular weight of the compound. the target is 2-methoxy-6 (((4-methoxyphenyl) imino) methyl) phenol.

المستلخص

نظيفة، حبيبة. 2020. توليف مركبات قاعدة شيف 2-ميثوكسي 6 (((4-ميثوكسيفينيل) إيمينو) ميثيل) الفينول من 0-فانيلين و ب-أنيسيدين باستخدام مذيب الماء بطريقة الطحن في 30 و 45 و 60 دقيقة. تقرير نتائج البحث. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول : أحمد حنفي، الماجستير؛ المشرفة الثانية: لولوة الحميدة علي، الماجستير؛ المستشار: أحمد غنائم فشا، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: قاعدة شيف ، O-فانيلين ، ب-أنيسيدين ، مذيب الماء.

قاعدة شيف الأساسية هو قاعدة عضوية له بتركيب- $C = N$ - (مجموعة أزوميتين / إيمين)، والتي حصل عليها من تكثيف الأمينات الأولية ($R-NH_2$) مع مركبات الكربونيل ($O = C$). في هذا البحث، صنعت قاعدة شيف الأساسية (4-methoxyphenyl imino) methyl) Schiff 2-methoxy-6 ((4-فانيلين و ب-أنيسيدين باستخدام مذيب الماء بطريقة الطحن. كانت نسبة الخلد بين O-فانيلين و O-فانيلين المستخدمة 1: 1 مع اختلافات طحن لمدة 30 و 45 و 60 دقيقة. يهدف هذا البحث إلى تحديد أفضل وقت طحن باستخدام مذيب الماء في تخلق القاعدة الأساسية (Schiff 2-methoxy-6 ((4-methoxyphenyl imino) methyl) Schiff 2-methoxy-6 (((4-methoxyphenyl imino) methyl) لتخليق-4)).

تجفيف عملية التكسير في مجفف حتى يصبح وزنا ثابتاً. تحديد المنتجات التخليقية عن طريق النقاء واللون والشكل ونقطة الانصهار والاختبارات الكيميائية باستخدام محلول قاعدي $M NaOH_2$. اعتمادا على ذلك، وتميزه باستخدام Cromatography Fourier Transform Infra Red (FTIR) وتحليل الطيفي الشامل (GCMS).

وذلك النتائج على أن التباين في زمن الطحن 60 دقيقة نتج عنه أعلى حصول بنسبة 96.88%. المنتج الاصطناعي الناتج يكون صلباً ولونهبني مصفر وله نقطة انصهار تتراوح من 98-101 درجة مئوية. سوف تستقر المنتجات الاصطناعية المذابة في الماء. بعد إضافة $2M$ قاعدة هيدروكسيد الصوديوم يتسبب في إذابة الراسب تماماً ويتحول اللون إلى اللون الأصفر. أظهر توصيف أطیاف FTIR امتصاصاً موجيّاً لمجموعات الأمين ($-C = N-$) في منطقة الموجة رقم 1615-1616 سم⁻¹ والتوصيف باستخدام GCMS نتج عنه قمم في زمن الاحتفاظ 44.181 دقيقة مع z / m 257 أيونات جزيئية تتوافق مع الوزن الجزيئي للمركب. الهدف هو 2-ميثوكسي-6 (((4-ميثوكسيفينيل) إيمينو) ميثيل) الفينول.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Manusia merupakan makhluk ciptaan Allah SWT yang sempurna. Akan tetapi manusia memulai perjalanan hidupnya dengan kekurangan akan pengetahuan. Hal tersebut telah difirmankan oleh Allah SWT dalam Q.S Ta Ha ayat 50:

قَالَ رَبُّنَا الَّذِي أَعْطَى كُلَّ شَيْءٍ خَلْقَهُ ثُمَّ هَدَىٰ

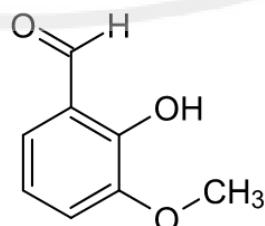
Artinya: "*Tuhan kami ialah (Tuhan) yang telah memberikan kepada tiap-tiap sesuatu bentuk kejadiannya, kemudian memberinya petunjuk*". (Q.S Ta Ha ayat 50).

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

Senyawa basa Schiff merupakan produk reaksi kondensasi adisi-eliminasi senyawa organik dari amina primer dengan senyawa karbonil aldehida atau keton. Senyawa basa Schiff memiliki karakteristik struktur dengan adanya gugus imina ($C=N$). Penggunaan senyawa basa Schiff antara lain sebagai inhibitor korosi, yang mana akan membentuk suatu lapisan pada permukaan bahan logam sehingga

permukaan bahan tersebut terlindungi dari korosi (Ashraf, dkk., 2011). Selain itu senyawa basa Schiff juga menunjukkan berbagai aktivitas biologis seperti antijamur, antibakteri (Ashraf, dkk., 2011), antikanker, antijamur, antitumor (Anand, dkk., 2012), antimalaria, antikanker, (Brodowska, dkk., 2014) dan antikorosi, antimikroba (Eissa, 2015).

Salah satu senyawa aldehida yang banyak dikenal adalah *o*-vanilin. *o*-Vanilin adalah zat padat organik dalam ekstrak dan minyak esensial dari banyak tanaman. Gugus fungsionalnya meliputi aldehida, eter dan fenol. *o*-Vanilin merupakan suatu senyawa dengan formula C₈H₈O₃ yang jelas berbeda dari isomernya yang lebih umum, yaitu vanilin (Abou, 2002). Gugus aldehida merupakan gugus fungsi yang reaktif terhadap reaksi adisi, misalnya gugus tersebut dapat bereaksi dengan amina primer aromatik seperti anilina (Purwono, dkk., 2013 dan Al Hakimi, dkk., 2017), toluidin (Hasanah, 2017), dan anisidin (Adawiyah, 2017) membentuk ikatan C=N (imina). Hal ini dikarenakan atom oksigen pada karbonil lebih elektronegatif dibandingkan dengan atom karbon, sehingga kerapatan elektron dari atom karbon akan tertarik ke arah atom oksigen dan menyebabkan atom karbon memiliki kerapatan elektron yang rendah. Oleh karena itu, karbonil pada aldehida mudah diserang oleh nukleofil (Kumar, dkk., 2013). Adapun struktur dari *o*-vanilin adalah seperti pada gambar 1.1.



Gambar 1.1 Struktur *o*-vanilin

Penelitian terdahulu dalam sintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode konvensional yaitu menggunakan pelarut dan katalis senyawa kimia yang berbahaya, bersifat toksik serta dapat menghasilkan limbah kimia. Penelitian yang dilakukan oleh Koteswara et al., (2010) menyatakan bahwa metode konvensional menghasilkan 52 % sedangkan metode *Green Synthesis* menghasilkan 97 %. Adapun kekurangan metode konvensional salah satunya yaitu tidak dapat terbebas dari bahaya yang dapat ditimbulkan oleh penggunaan bahan-bahan kimia. Sebagaimana kita sebagai manusia tidak diperbolehkan berbuat kerusakan atau tidak bermanfaat dalam bentuk apapun seperti merusak, mencemari sungai dan lain-lain. Oleh karena itu diperlukan metode sintesis senyawa basa Schiff yang lebih efektif dan ramah lingkungan yaitu metode *Green Synthesis*.

Metode *Green Synthesis* ini telah banyak dilakukan oleh ilmuwan kimia yang mana merupakan sintesis senyawa organik yang ekonomis, mudah, ramah lingkungan, dan hasil produk yang melimpah. Aspek *Green Synthesis* meliputi senyawa basa Schiff menggunakan katalis alami maupun pelarut air, serta sintesis tanpa pelarut dengan metode penggerusan. Pada tahun sebelumnya Naqvi *et al.*, (2009) telah melakukan sintesis senyawa imina dalam pelarut air pada suhu ruang tanpa menggunakan katalis dan memperoleh rendemen hingga 90 %. Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan memiliki % hasil yang relatif tinggi, seperti penelitian yang dilakukan oleh Bendale, dkk., (2011), menunjukkan bahwa untuk sintesis senyawa basa Schiff dari senyawa *p*-toluidin dan *o*-vanilin menggunakan metode penggerusan memiliki % hasil lebih tinggi dibandingkan dengan sintesis senyawa basa Schiff menggunakan konvensional yakni sebesar 95,80 % dan 72 %.

Hanapi (2016) mensintesis senyawa basa Schiff dari anilina dan vanilin tanpa katalis dan pelarut menggunakan variasi waktu penggerusan 10, 20, 30 dan 40 menit. Persentase hasil tertinggi diperoleh pada waktu penggerusan selama 20 menit yaitu 94,8 %. Penelitian Bendale, dkk., (2011) mensintesis senyawa basa Schiff dari reaksi *p*-toluidin dan *o*-vanilin dengan penggerusan selama 10 menit menghasilkan % hasil sebesar 98,30 %. Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan juga dilakukan oleh Patil, dkk., (2012) yang berasal dari *o*-vanilin dan *p*-anisidin dengan katalis *calcined eggshells* (CES) selama 10-15 menit menghasilkan % hasil lebih tinggi yakni 96 %. Variasi waktu penggerusan digunakan dalam penelitian ini karena berpengaruh terhadap % hasil senyawa basa Schiff yang disintesis sehingga akan diketahui waktu penggerusan optimum dengan % hasil yang terbaik.

Berdasarkan latar belakang yang telah disertakan pada penelitian-penelitian terdahulu upaya para peneliti yang memberikan kesan sekaligus alasan yang mendasar untuk melakukan sintesis senyawa *p*-anisidin dan *o*-vanilin yang ramah lingkungan. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan dengan mensintesis senyawa basa Schiff dari *p*-anisidina dan *o*-vanilin menggunakan pelarut air dengan variasi waktu penggerusan. Metode yang digunakan yaitu penggerusan dengan berbagai variasi waktu yaitu 15, 30, dan 45 menit dengan pelarut air. Hasil sintesis dikarakterisasi secara fisik dan kimia untuk mengetahui keberhasilan penelitian ini, serta ditentukan strukturnya menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS).

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Berapa waktu penggerusan terbaik pada sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan pelarut air?
2. Bagaimana hasil karakterisasi produk sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina tersebut?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui waktu penggerusan terbaik pada sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan pelarut air.
2. Mengetahui hasil karakterisasi produk sintesis senyawa basa schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina tersebut.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Metode *Green Chemistry* yang digunakan adalah metode penggerusan dengan menggunakan pelarut air.
2. Variasi waktu penggerusan yang digunakan adalah 30, 45, dan 60 menit.
3. Identifikasi senyawa hasil sintesis dengan menggunakan FTIR dan GC-MS.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina menggunakan metode penggerusan dan pelarut air dengan variasi waktu penggerusan 30, 45, dan 60 menit, serta memberikan informasi mengenai karakterisasi senyawa basa Schiff hasil sintesis.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

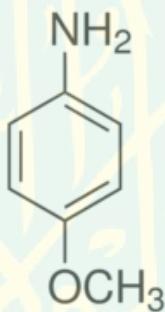
2.1 *o*-Vanilin

o-Vanilin adalah zat padat organik dalam ekstrak dan minyak esensial dari banyak tanaman. Gugus fungsionalnya meliputi aldehida, eter dan fenol. *o*-Vanilin merupakan suatu senyawa dengan rumus molekul C₈H₈O₃ yang tentunya berbeda dengan isomernya, yaitu vanilin. *o*-Vanilin adalah padatan berserat, berwarna kuning muda, dan kristalin. Senyawa tersebut terdapat dalam berbagai produk makanan, namun jarang ditemukan, karena itu merupakan aditif makanan yang jarang diproduksi dan dijumpai. *o*-Vanilin memiliki massa molar 152,15 g/mol. Berat jenis 1,231 g/mL, titik lebur 80 °C dan titik didih 265 sampai 266 °C. Kelarutan dalam air 1 g/100 mL pada 25° C, sangat larut dalam etanol, dietil eter, aseton, kloroform serta larut dalam benzena (Abou, 2002).

o-Vanilin pertama kali diisolasi, pada tahun 1876 oleh ahli kimia Jerman terkenal Ferdinand Tiemann. Pada tahun 1910, metode untuk pemurniannya telah dikembangkan oleh Francis Noelting, yang juga menunjukkan keserbagunaannya sebagai prekursor sintetis umum untuk beragam senyawa, seperti coumarin. Pada 1920, senyawa tersebut mulai digunakan sebagai pewarna untuk kulit. *o*-Vanilin berbahaya jika dicerna, mengiritasi mata, kulit dan sistem pernapasan, tetapi memiliki LD₅₀ tinggi yaitu 1.330 mg/kg pada tikus. *o*-Vanilin memiliki sifat antijamur dan antibakteri sedang. Saat ini, sebagian besar *o*-vanilin digunakan dalam studi mutagenesis dan sebagai prekursor sintetis untuk obat-obatan, misalnya benafentrine dan senyawa antiandrogen yang disebut Pentomone (Abou, 2002).

2.2 *p*-Anisidina

p-Anisidina memiliki rumus molekul $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OCH}_3$. *p*-Anisidina merupakan senyawa arilamina ($\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$) yang tersubstitusi pada posisi para oleh gugus metoksi (OCH_3). *p*-Anisidina merupakan senyawa turunan amina siklik. *p*-Anisidina berbentuk padatan yang mengkilap dan berwarna hitam. Memiliki titik didih sebesar 246°C pada 760 mmHg , dan titik lebur 57°C . *p*-Anisidina memiliki rumus molekul $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OCH}_3$. Kelarutan dalam air $2,1 \text{ g/L}$ pada 20°C (Verschueren, 2011). Larut dalam aseton, benzena, sangat larut dalam eter, serta etanol. Kelarutan dalam air $2,1 \text{ g/L}$ pada 20°C (Verschueren, 2011). Larut dalam aseton, benzena, sangat larut dalam eter, serta etanol.



Gambar 2.2 Struktur *p*-anisidina

Gugus amina primer ($\text{R}-\text{NH}_2$) pada senyawa *p*-anisidina dapat digunakan sebagai nukleofil dalam sintesis senyawa basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982). Gugus metoksi merupakan gugus pendonor elektron yang dapat meningkatkan kereaktifan dari cincin aromatik (gugus pengaktif cincin), serta dapat meningkatkan kebasaan dari arilamina tersebut (McMurry, 2007).

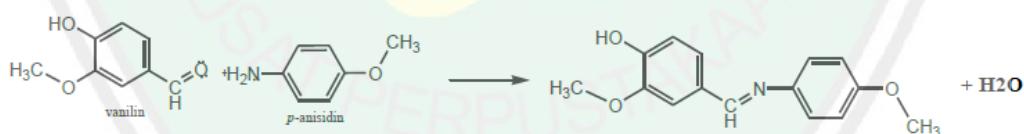
2.3 Reaksi Pembentukan Basa Schiff

Senyawa basa Schiff pertama kali ditemukan oleh seorang kimiawan Jerman bernama Hugo Schiff pada tahun 1864 (Brodowska, 2014) yang mana merupakan produk kondensasi senyawa organik dari amina primer dengan senyawa karbonil. Senyawa basa Schiff dapat disintesis melalui reaksi adisi-eliminasi antara senyawa aldehida dengan suatu amina primer serta memiliki karakteristik struktur dengan adanya gugus imina ($\text{C}=\text{N}$). Aldehida aromatik seperti benzaldehida atau arilamina (seperti anilina) dapat bereaksi dan menghasilkan senyawa basa Schiff yang terstabilkan (Fessenden, 1982). Adapun rumus umum dari basa Schiff adalah $\text{RHC}=\text{N}-\text{R}_1$, yang mana R dan R_1 dapat berupa alkil, aril, atau heterosiklik (Ashraf, 2011).

Adapun sintesis senyawa basa Schiff dapat dilakukan dengan dua metode, yaitu metode konvensional dan metode *Green Chemistry*. Metode konvensional meliputi sintesis yang menggunakan pelarut dan katalis organik yang relatif berbahaya, sedangkan metode *Green Chemistry* meliputi sintesis yang menggunakan pelarut air dan katalis alami seperti jeruk nipis, apel, belimbing dan sebagainya (Rao, 2016). Hasil % dari metode konvensional ini relatif rendah, membutuhkan waktu yang lama dan pelarut yang digunakan dapat menjadi polusi pada lingkungannya, inilah salah satu kekurangan dari metode konvensional (Patil, dkk., 2012). Hal ini dikarenakan mayoritas pelarut organik adalah berbahaya, mudah menguap (volatil), serta dapat mengganggu kesehatan manusia (Zarei dan Jarrahpour, 2011). Metode *Green Chemistry* ini telah banyak dilakukan oleh ilmuwan kimia yang mana merupakan sintesis senyawa organik yang ekonomis, mudah, ramah lingkungan, dan hasil produk yang melimpah. Salah satu

dari hasil penelitian yang dilakukan oleh Naqvi *et al.*, (2009) telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff dalam pelarut air pada suhu ruang tanpa menggunakan katalis dan memperoleh rendemen hingga 90 %.

Mekanisme pembentukan basa Schiff pada dasarnya terdiri dari dua tahapan, yaitu tahap pertama merupakan adisi amina nukleofilik pada atom C karbonil yang bermuatan parsial positif, kemudian diikuti dengan lepasnya proton dari N dan proton tersebut akan berikatan dengan O karbonil membentuk gugus hidroksil (Fessenden dan Fessenden, 1982). Produk adisi biasanya bersifat tidak stabil, sehingga terjadi pelepasan molekul air. Selanjutnya tahap kedua merupakan pelepasan molekul air dan terbentuk produk dengan ikatan rangkap karbon-nitrogen untuk mencapai kestabilannya. Proses tersebut tidak memerlukan katalis karena produk yang dihasilkan bersifat lebih stabil. Reaksi tanpa katalis dan pelarut tidak mengalami reaksi bolak-balik (*reversible*) karena katalis asam tidak digunakan pada reaksi ini. Persamaan dan mekanisme reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Singh, dkk., 2008):



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

Beberapa penelitian yang melakukan sintesis basa Schiff dari berbagai aldehyda dan suatu amina primer dalam pelarut air pada suhu ruang telah dilaporkan oleh Rao, *et al.*, (2010) telah melakukan sintesis basa Schiff dari

aldehida aromatik dan 1,2-diamino benzene dengan menggunakan metode pelarut air yang memperoleh rendemen berkisar antara 94-98% dalam waktu reaksi 5-22 menit dan Naqvi, *et al.*, (2009) telah mensintesis basa Schiff menggunakan metode *green synthesis* dengan menggunakan reaktan 3-kloro-4-fluoro anilina dan beberapa benzaldehida. Metode yang digunakan adalah pelarut air, *microwave*, dan penggerusan. Rendemen yang dihasilkan pada masing-masing metode adalah 80-90%, 73-86%, dan 53-70%. Selain itu, Zarei dan Jarrahpour (2011) telah melakukan penelitian sintesis azo basa Schiff dari berbagai aldehida dan *p*-amino azo benzena menggunakan metode pelarut air. Rendemen yang dihasilkan adalah 90-99% dalam waktu 30-45 menit.

2.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Pelarut Air dengan Metode Penggerusan

Sintesis senyawa basa schiff dapat dilakukan dengan dua metode, yakni metode konvensional dan metode *green chemistry*. Metode konvensional umumnya menggunakan pelarut dengan penambahan katalis asam kimia, sedangkan metode *green chemistry* dapat dilakukan tanpa pelarut atau menggunakan pelarut air yang ramah lingkungan. Sebagian besar pelarut dan katalis kimia yang digunakan dalam sintesis merupakan bahan-bahan berbahaya dan dapat menyebabkan pencemaran lingkungan (Patil, 2012).

Terdapat 12 prinsip dasar *green chemistry* untuk mencapai kemajuan dalam penelitian yang ramah lingkungan (Anastas, *et al.*, (2002):

- a) Pencegahan, artinya lebih baik mencegah limbah yang terbentuk daripada menanganinya.

- b) Penghematan atom, artinya metode sintesis sebaiknya didesain untuk memaksimalkan penggabungan seluruh senyawa yang digunakan dalam proses reaksi untuk menghasilkan produk akhir.
- c) Sedikit senyawa kimia berbahaya yang dihasilkan, metode sintesis didesain untuk menggunakan dan menghasilkan senyawa kimia yang memiliki toksisitas rendah atau tidak beracun untuk makhluk hidup dan lingkungannya.
- d) Pembuatan senyawa kimia yang lebih aman, artinya produk kimia sebaiknya didesain untuk meningkatkan fungsi mengurangi toksisitas.
- e) Pelarut dan senyawa tambahan yang lebih aman.
- f) Didesain untuk efisiensi energi, artinya energi yang diperlukan untuk proses kimia sebaiknya diminimalkan. Metode sintesis sebaiknya dibawah kondisi tekanan dan temperatur kamar.
- g) Penggunaan sumber daya yang dapat diperbarui, artinya bahan dasar dari sumber sebaiknya dapat diperbarui agar teknik dan proses lebih ekonomis.
- h) Derivatisasi yang tidak perlu sebaiknya diminimalkan atau dihindari jika memungkinkan, karena membutuhkan banyak reagen tambahan (pemborosan).
- i) Reagen katalis merupakan reagen stoikiometri.
- j) Didesain untuk dapat terdegradasi, artinya produk kimia yang dihasilkan sebaiknya didesain sebaik mungkin, sehingga tidak berbahaya bagi lingkungan dan mudah terdegradasi.
- k) Metode analisis perlu dikembangkan lebih lanjut untuk memberikan waktu yang tepat dalam pengamatan dan pengaturan proses, sehingga produk samping yang toksik dapat dihindari.

- 1) Senyawa yang digunakan dalam proses kimia sebaiknya dipilih untuk meminimalkan resiko kecelakaan, seperti senyawa yang mudah terbakar dan meledak.

Salah satu aspek *green chemistry* adalah mengganti pelarut kimia yang volatil dengan pelarut air. Simon, *et al.*, (2012) melaporkan bahwa pada beberapa kasus, air dapat meningkatkan persen rendemen produk. Peningkatan rendemen (%) produk tidak hanya melalui percepatan reaksi, tetapi juga karena menghilangkan atau mengurangi reaksi samping yang mungkin terjadi. Menurut Kouznetsov, dkk., (2016) menyatakan bahwa energi aktivasi yang diperlukan untuk memulai suatu reaksi kimia secara langsung berkaitan dengan jumlah energi dalam sistem, dan energi tersebut dapat diberikan dengan metode penggerusan yang mana terjadi transfer energi berupa panas dengan jumlah yang sedikit melalui gesekan yang diberikan. Beberapa penelitian tentang sintesis senyawa basa Schiff yang telah dilakukan diantaranya adalah Adawiyah (2017), berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan p-anisidin menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu 10, 15, dan 20 menit. Hasil yang diperoleh secara berturut-turut sebesar 93,93%; 93,71%; dan 94,86%. Hasanah (2017) berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan p-toluidin dengan metode penggerusan tanpa katalis. Hasil yang diperoleh pada variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit sebesar 95,1315%; 95,5570%; dan 96,0820%.

2.5 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff

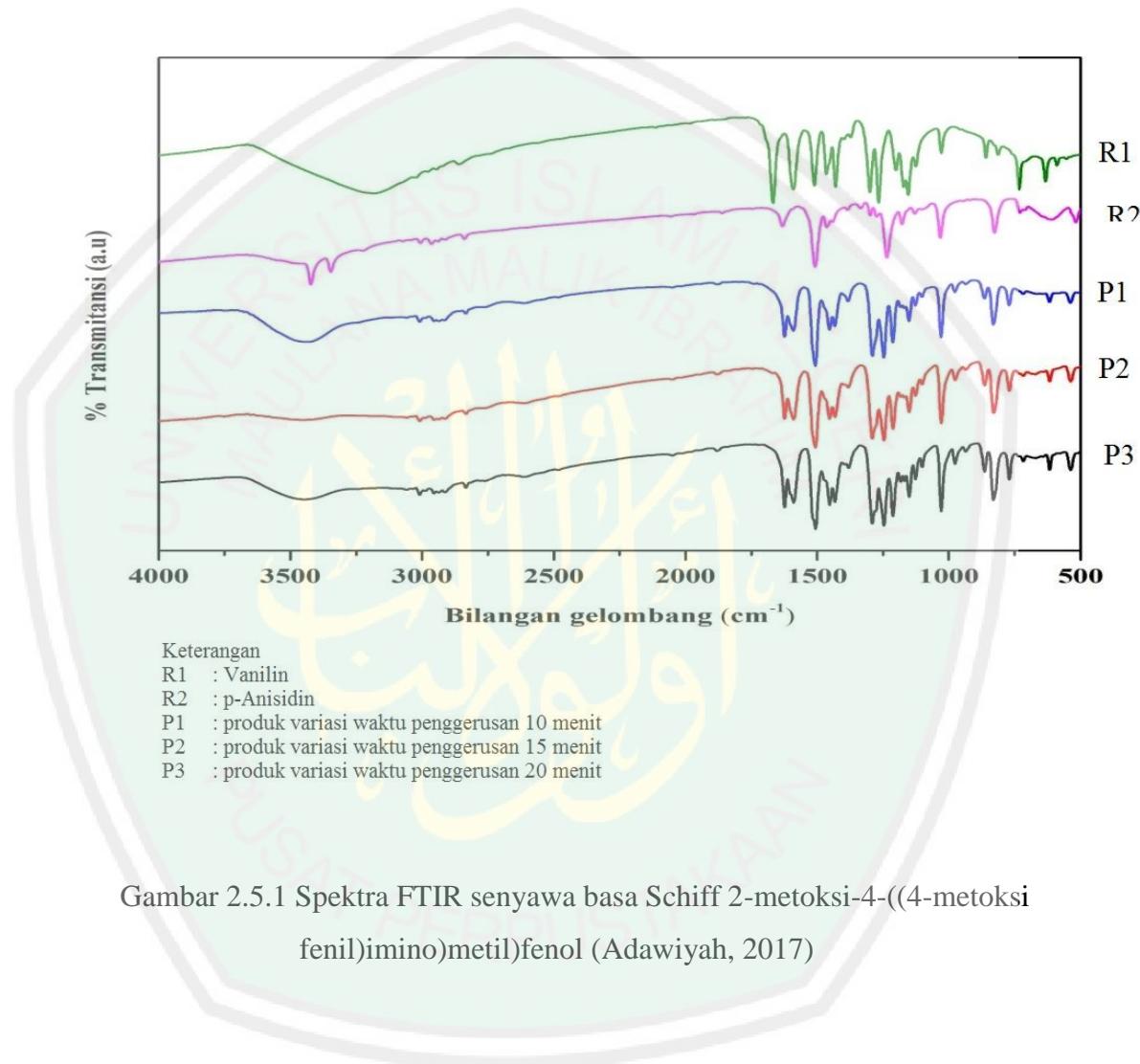
2.5.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometri Fourier Transform Infrared (FTIR) merupakan metode spektroskopi yang sangat sering digunakan dalam laboratorium untuk penentuan

informasi struktur molekul pada sintesis kimia salah satunya dalam mensintesis senyawa organik. FTIR adalah suatu teknik yang berdasarkan pada interaksi antara radiasi IR dan sampel berupa padatan, cairan maupun gas. Prinsip kerjanya yaitu ketika radiasi IR dilewatkan melalui sampel, beberapa radiasi inframerah diserap oleh sampel. Gugus fungsional kimia yang berbeda memiliki penyerapan radiasi pada frekuensi yang berbeda pula. Intensitas penyerapan akan menetukan konsentrasi dari senyawa tersebut. Hasil dari penyerapan molekul tersebut disebut spektrum, dan menciptakan sidik jari molekul sampel, tidak ada dua struktur molekul akan menghasilkan spektrum inframerah yang sama. Molekul-molekul organik yang fungsional mempunyai frekuensi vibrasi yang khusus (Chakraborty, 2016). Menurut Fessenden *et al.*, 1997 menyatakan bahwa absorpsi sinar ultraviolet dan cahaya tampak akan mengakibatkan tereksitasinya elektron. Sedangkan absorpsi radiasi inframerah, energinya tidak cukup untuk mengeksitasi elektron, namun dapat menyebabkan peningkatan amplitudo getaran (vibrasi) atom-atom pada suatu molekul.

Analisis FTIR dilakukan menggunakan metode pelet KBr pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} , karena semua serapan vibrasi gugus fungsi berada pada rentang daerah tersebut (Gandjar dan Rohman, 2007). Pada daerah 1550-1600 cm^{-1} dengan karakteristik serapan yang kuat merupakan serapan khas pada basa Schiff terletak pada C=N (Ummathur, 2009). Spektra FTIR pada penelitian Adawiyah (2017), senyawa hasil sintesis antara vanillin dan *p*-anisidin memiliki serapan gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang 1590 cm^{-1} , dengan bentuk serapan yang khas, yakni tajam dan kuat. Selain itu, diperoleh serapan melebar dari gugus -OH *stretching* pada daerah 3441-3451 cm^{-1} , serapan gugus C-O fenol

stretching pada daerah $1212\text{-}1213\text{ cm}^{-1}$, $\text{C}_{\text{sp}}^2\text{-H stretching}$ aromatik pada $2051\text{-}1878\text{ cm}^{-1}$ dan serapan gugus $\text{C}=\text{C}$ aromatik pada 1623 dan 1507 cm^{-1} . Berikut merupakan spektra FTIR dari senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol yang ditunjukkan pada Gambar 2.5.1



Gambar 2.5.1 Spektra FTIR senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol (Adawiyah, 2017)

2.5.2 Karakterisasi Menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS)

Kromatografi gas merupakan suatu teknik pemisahan senyawa berdasarkan distribusinya terhadap fasa diam dan fasa gerak. Komponen yang volatil (mudah menguap) dan stabil terhadap panas akan bermigrasi melalui

kolom yang berisi fase diam dengan suatu kecepatan yang tergantung pada rasio distribusinya (Gandjar dan Rohman, 2012). Senyawa yang lebih terdistribusi pada fase diam akan tertahan dan keluar dari kolom dengan waktu lebih lama daripada senyawa yang terdistribusi pada fase gerak. Analisis kromatografi gas ini dapat secara kualitatif dan kuantitatif, yang mana analisis kualitatif menunjukkan jumlah senyawa dalam sampel, sedangkan analisis kuantitatif menunjukkan kadar senyawa dalam sampel tersebut. Kadar suatu senyawa dalam sampel dapat diketahui dengan membandingkan antara luas senyawa dengan jumlah luas sampel (Gandjar dan Rohman, 2012). Spektrometri massa merupakan metode analisis kualitatif yang berbeda dengan jenis spektroskopi yang lain karena prinsip kerjanya adalah mengkonversi suatu senyawa menjadi ion dan memilahnya berdasarkan rasio massa terhadap muatan (m/z) seperti halnya dengan waktu retensi (rt), pola fragmentasi untuk komponen tertentu dari sampel merupakan karakterisasi dari komponen tersebut (Hussain dan Maqbool, 2014). Spektra massa menunjukkan grafik perbandingan massa fragmen (m/z) dengan kelimpahan relatif pada masing-masing fragmen tersebut berdasarkan kestabilannya. Kestabilan fragmen dipengaruhi oleh kemampuannya untuk beresonansi. Semakin stabil suatu fragmen maka kelimpahan relatifnya akan semakin tinggi (Supratman, 2010).

Penelitian yang dilakukan oleh Maila (2016) menyatakan bahwa mengkarakterisasi senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa senyawa *p*-toluidin muncul pertama kali dengan rt 4,56 menit dan luas area 0,43 %, dilanjutkan dengan senyawa vanilin dengan rt 15,053 menit dan persentase luas area 0,23 % kemudian yang terakhir muncul

adalah produk basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin dengan rt 25,294 menit dan persentase luas area puncak 99,34 %. Senyawa basa Schiff hasil sintesis dari vanilin dan *p*-anisidin mempunyai nilai m/z pada ion molekuler sebesar 257 dengan kelimpahan sebesar 100%, dimana nilai m/z tersebut sesuai dengan berat molekul senyawa target (Adawiyah, 2017).

2.6 Manfaat Senyawa Organik Dalam Perspektif Islam

Green synthesis adalah sebuah paradigma baru untuk rancangan proses dan produk yang dapat memperkecil bahkan menghilangkan penggunaan maupun pembentukan bahan kimia beracun dan berbahaya. Green chemistry lebih mengarah kepada upaya mencari metode proses kimia yang lebih ramah lingkungan, mengurangi, dan mencegah polusi serta sumber polusinya. Beberapa aspek yang masuk dalam kategori Green chemistry adalah reaksi tanpa pelarut, pelarut air, penggunaan katalis heterogen, penggunaan cairan ionik sebagai pengganti pelarut yang mudah menguap, penggunaan ultrasonik dan microwave untuk membantu proses reaksi. Bidang ini sedang berkembang sehingga terbuka peluang yang sangat luas bagi kimiawan sintetik untuk mengembangkannya.

Adapun dalam Q.S Ar Ruum 41:

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

Artinya:

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

Maksud QS A-Rum ayat 41 yakni telah tampak kerusakan alam yang disebabkan oleh aktivitas manusia di darat maupun lautan, seperti pencemaran air, tanah, maupun udara. Upaya dalam meminimalisir terbentuknya limbah maka digunakan metode *green synthesis* yang lebih ramah lingkungan, sehingga dapat mengurangi efek bahaya bagi lingkungan. Metode sintesis basa Schiff dengan pelarut air lebih aman daripada menggunakan pelarut kimia lain yang dapat menjadi polutan jika terjadi interaksi langsung dengan lingkungan.

Begitupun juga orang-orang yang mau menggunakan pikirannya dengan mengambil manfaat dari-Nya serta mengingat hikmah dan keutamaannya dalam segala sikap dan perbuatan manusia. Adapun salah satu contoh bentuk pemikiran yang dilakukan oleh manusia adalah upaya untuk mengurangi atau menghilangkan penggunaan zat berbahaya, sehingga proses kimia yang terjadi akan lebih ramah lingkungan dan produk yang dihasilkan lebih efisien.

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

وَمَا خَلَقْتَ السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ذَلِكَ ظُنُونُ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka” (QS: Sad Ayat 27)

Tafsir Tafheem (Al Maududi): “Allah tidak menciptakan segala sesuatu di dunia hanya untuk kesenangan tanpa kearifan, tujuan, keadilan, dan mungkin ada puncak tanpa hasil dari setiap tindakan baik atau buruk.” Ayat di atas menjelaskan tentang semua yang tercipta pasti memiliki hikmah dan manfaat. Termasuk senyawa organik yang diciptakan oleh para peneliti yang memiliki kegunaan tertentu, baik itu senyawa yang sederhana maupun senyawa kompleks. Kegunaan tersebut merupakan petunjuk dari Allah kepada ciptaan-Nya. Berdasarkan ayat tersebut, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina menggunakan pelarut air dengan metode penggerusan.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September-Desember 2019 di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR dilakukan di UIN Maulana Malik Ibrahim Malang dan karakterisasi GC-MS di Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi gelas arloji, spatula, pipet volume 5 mL, pipet ukur 5 mL, pipet tetes, bola hisap, mortar dan alu, termometer, neraca analitik, cawan porselein, desikator, oven, tabung reaksi, *Melting Point Apparatus* (MPA), bejana pengembang, pipa kapiler, lampu UV (254 nm dan 366 nm), seperangkat instrumen FTIR dan GC-MS.

3.2.2 Bahan

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

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini memiliki beberapa tahapan, yakni sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina menggunakan pelarut air dengan metode penggerusan, uji titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA), uji

kelarutan produk sintesis, karakterisasi produk dengan instrumen FTIR, dan GC-MS. Analisis yang dilakukan yaitu secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif meliputi identifikasi dan karakterisasi produk yang dihasilkan, sedangkan analisis kuantitatif meliputi % rendemen produk yang dihasilkan pada variasi waktu penggerusan.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut :

1. Sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin (0,005 mol) dan *p*-anisidin (0,005 mol) dengan menggunakan pelarut air serta variasi waktu penggerusan selama 30, 45, dan 60 menit.
2. Uji titik leleh menggunakan MPA.
3. Uji kimia dengan larutan basa.
4. Karakterisasi produk sintesis menggunakan FTIR dan GC-MS
5. Analisis data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis Basa Schiff Menggunakan Pelarut Air (Priatama, 2016)

o-Vanilin sebanyak 0,761 g (5 mmol) dan *p*-anisidin sebanyak 0,616 g (5 mmol) dimasukkan dalam mortar. Kemudian, campuran tersebut ditambahkan 2,5 mL akuades. Setelah itu, digerus pada suhu ruang (27°C) selama 30 menit. Selanjutnya, hasil penggerusan tersebut dikeringkan dalam desikator sampai beratnya konstan. Produk yang terbentuk diamati sifat fisiknya berupa wujud dan warnanya. Diulangi langkah yang sama dengan variasi waktu penggerusan 45 dan 60 menit. Ditentukan rendemen dari hasil sintesis menggunakan persamaan 3.1:

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{massa yang didapat}}{\text{massa teoritis}} \times 100 \% \dots \dots \dots \dots \quad (3.1)$$

Produk yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR dan GC-MS

3.5.2 Uji Titik Leleh Menggunakan (*Melting Point Apparatus*)/MPA (Priatama, 2016)

Senyawa hasil sintesis masing-masing dimasukkan ke dalam pipa kapiler dalam jumlah yang sama. Setelah itu, dipasangkan pipa kapiler dan termometer dalam alat MPA. Kemudian, alat MPA dinyalakan dan diatur suhu kenaikannya hingga 20°C per menit. Selanjutnya, diturunkan suhunya menjadi 10°C per menit. Jika suhu yang teramat sudah mendekati perkiraan titik leleh senyawa, maka kenaikan suhu diatur menjadi sebesar 1°C per menit. Proses peleahan produk sintesis diamati hingga berubah menjadi cair. Dilakukan langkah yang sama terhadap reaktan sebagai pembanding.

3.5.3 Uji Kimia dengan Larutan Basa

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

3.5.4 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

3.5.4.1 Karakterisasi Produk dengan FTIR (Priatama, 2016)

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

perbandingan 1:50 lalu digerus dalam *mortar agate*. Selanjutnya, campuran dipress dan dibentuk pelet, lalu pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

3.5.4.2 Karakterisasi Produk dengan GC-MS

Sebanyak 5 µL senyawa hasil sintesis yang telah dilarutkan dengan kloroform konsentrasi 30000 ppm diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam injektor GC-MS QP2010S SHIMADZU dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: Rtx 5
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: GCMS-QP2010
Oven	: Terprogram 70 °C (5 menit) - 300 °C (19 menit)
Temperatur injektor	: 300 °C
Tekanan gas	: 13,7 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,5 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi 6(((4metoksifenil)imino)metil)

fenol dengan Variasi Waktu Penggerusan

Sintesis senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dilakukan dengan metode penggerusan. Pada proses penggerusan terjadi proses konversi energi mekanik menjadi energi panas yang akan menyebabkan terjadinya gaya pendorong aktivasi molekul (Sana dkk, 2012), sehingga senyawa *o*-vanilin dan *p*-anisidina akan bereaksi dan membentuk senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. Adanya energi kinetik tersebut dapat menyebabkan molekul *o*-vanilin dan *p*-anisidina saling bertumbukan, sehingga gugus fungsi –C=O pada *o*-vanilin akan bereaksi dengan gugus fungsi –NH₂ pada *p*-anisidina dan akan membentuk ikatan –C=N (Singh dkk., 2008). Gugus karbonil yang bermuatan parsial positif akan mengakibatkan adanya atom O yang memiliki keelektronegatifan tinggi sehingga atom C mudah diserang oleh nukleofil –NH₂ (Kumar, dkk., 2013).

Sintesis senyawa basa Schiff umumnya memerlukan katalis dalam prosesnya (Fessenden, 1986) akan tetapi, tanpa penggunaan katalis pun juga dapat dilakukan (Purwono et al., 2013). Sehingga dalam penelitian ini, dilakukan sintesis senyawa basa Schiff tanpa menggunakan katalis dan pada akhirnya lebih sedikit senyawa kimia yang diperlukan (Anastas dan Warner, 1998). Produk yang dihasilkan kemudian dihilangkan kandungan airnya menggunakan desikator. Adapun karakter fisik dari produk hasil sintesis jika dibandingkan dengan reaktan ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan ketiga produk sintesis

Pengamatan	R1	R2	P1	P2	P3
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Putih	Hitam	Coklat muda	Coklat muda	Coklat muda
Massa (gram)	0,761	0,616	1,2248	1,2401	1,2462
% Hasil	-	-	95,21 %	96,40 %	96,88 %
Titik lebur (°C)	80 °C	57 °C	98-100 °C	98-100 °C	99-101 °C

Keterangan :

- R1 : Reaktan *o*-vanilin
- R2 : Reaktan *p*-anisidina
- P1 : Produk variasi waktu penggerusan 30 menit
- P2 : Produk variasi waktu penggerusan 45 menit
- P3 : Produk variasi waktu penggerusan 60 menit

Berdasarkan pada Tabel 4.1 produk sintesis hasil pencucian dikarakterisasi secara fisik meliputi bentuk, warna, % hasil dan titik lebur. Produk sintesis yang diperoleh memiliki karakter fisik yang sama, yaitu berupa padatan berwarna coklat muda. Karakter fisik dari ketiga produk sintesis berbeda dengan reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina. *o*-Vanilin merupakan padatan berwarna putih dan *p*-anisidina padatan berwarna hitam, sedangkan ketiga produk sintesis berbentuk padatan berwarna coklat muda. Berdasarkan perbedaan karakter fisik tersebut, diduga bahwa telah terbentuk senyawa baru dalam produk sintesis.

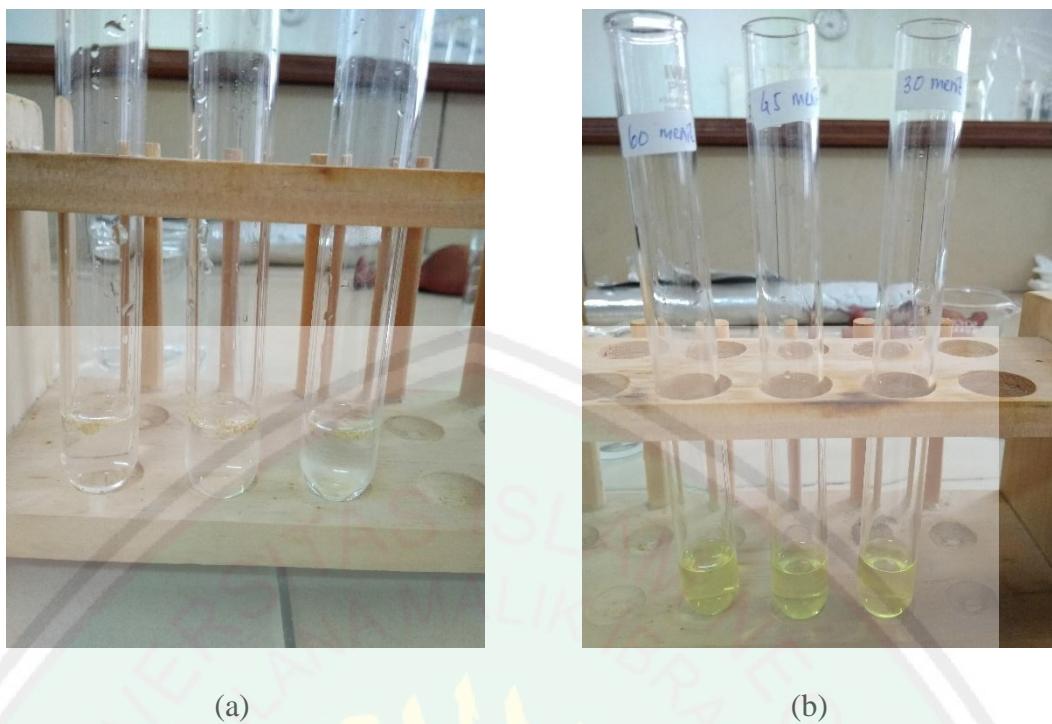
Hasil uji titik lebur dari ketiga produk sintesis menunjukkan sedikit perbedaan. Hal ini disebabkan oleh perbedaan kemurnian dari masing-masing produk sintesis. Keberadaan *impurities* dalam senyawa kimia meskipun dalam jumlah sedikit dapat menyebabkan berubahnya rentang nilai titik lebur yang dimiliki (Reddy, dkk., 2016). Selain itu, titik lebur dari ketiga produk sintesis

tersebut juga berbeda dengan titik lebur *o*-vanilin dan *p*-anisidina. *o*-Vanilin memiliki titik lebur 80 °C dan *p*-anisidina 57 °C, sedangkan titik lebur dari ketiga produk sintesis berkisar antara 98-101 °C. Perbedaan rentang titik lebur antara produk sintesis dengan *o*-vanilin ataupun *p*-anisidina mengindikasikan dugaan terbentuknya senyawa baru. Berdasarkan Tabel 4.1 menunjukkan bahwa % hasil ketiga produk sintesis tidak memiliki perbedaan yang signifikan dan produk sintesis paling tinggi diperoleh pada waktu penggerusan 60 menit yaitu 96,88 %. Suatu reaksi kimia yang terjadi ketika partikel-partikel dari dua reaktan saling bertumbukan melalui proses penggerusan. Semakin lama penggerusan maka akan memberikan waktu bagi reaktan untuk saling bereaksi. Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak partikel yang saling bertumbukan akan menghasilkan rendemen produk yang tinggi. Menurut Al Hakimi (2016) menyatakan bahwa keberhasilan suatu reaksi dapat dilihat dari besarnya rendemen yang didapat.

4.2 Karakterisasi Produk Sintesis

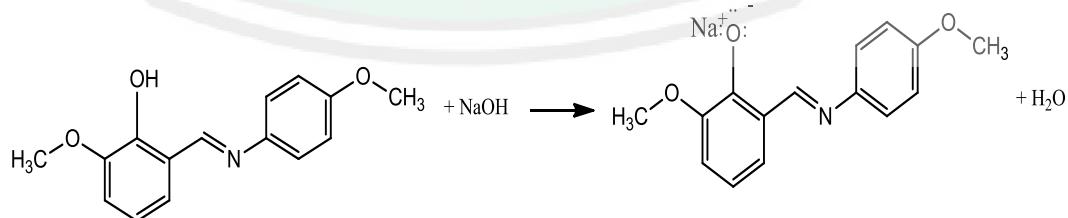
4.2.1 Uji Kimia dengan Larutan Basa

Pengujian kimia produk sintesis dilakukan dengan menggunakan larutan basa dikarenakan produk sintesis merupakan senyawa fenolat. Dimana senyawa fenolat itu bersifat asam sehingga jika direaksikan dengan basa maka akan membentuk suatu garam yang larut dalam air.



Gambar 4.1 Hasil uji kelarutan produk sintesis (a) sebelum penambahan NaOH dan (b) setelah penambahan NaOH

Warna larutan akan berubah menjadi kekuningan dan terdapat endapan ketika produk sintesis dilarutkan dalam air. Hal ini menunjukkan bahwa produk sintesis sedikit larut dalam air. Penambahan basa NaOH 2M menyebabkan endapan larut sempurna dan warna menjadi kuning yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Adapun reaksi antara senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan NaOH ditunjukkan pada Gambar 4.2.

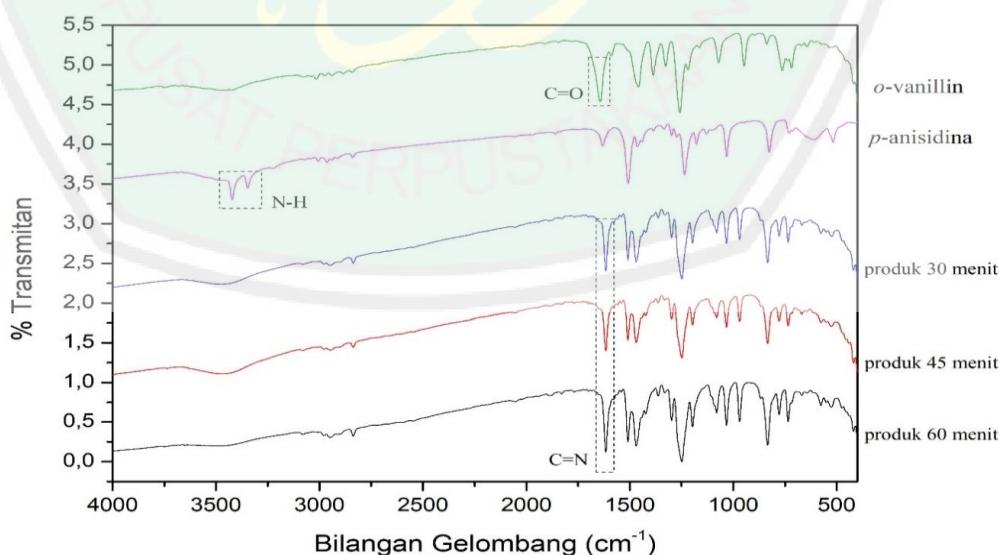


Gambar 4.2 Reaksi asam basa Bronsted-Lowry

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol termasuk dalam golongan senyawa fenolat. Senyawa fenolat memiliki sifat cenderung asam, artinya dapat melepaskan ion H^+ dari gugus hidroksil yang dimiliki. Anion basa Schiff dapat mendelokalisasi elektronnya melalui cincin aromatik dan menstabilkan strukturnya. Reaksi dengan basa kuat NaOH dapat menyebabkan ion H^+ pada senyawa basa Schiff digantikan oleh ion Na^+ membentuk suatu garam natrium fenolat yang dapat larut sempurna dalam air.

4.2.2 Karaterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi produk sintesis menggunakan spektrofotometer FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam ketiga produk sintesis. Pembacaan pita serapan dilakukan pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} karena pada daerah tersebut merupakan daerah yang sering kali terjadi serapan vibrasi gugus fungsi. Gambar 4.3 merupakan spektra FTIR dari ketiga produk sintesis.



Gambar 4.3 Hasil spektra FTIR dari ketiga produk sintesis dan reaktan

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa ketiga spektra FTIR dari ketiga produk memiliki serapan gugus fungsi yang hampir sama, yaitu adanya serapan yang tajam dan kuat dari gugus fungsi imina ($C=N$) dimana merupakan serapan khas senyawa target pada bilangan gelombang 1616 cm^{-1} untuk variasi lama penggerusan 30 menit dan 45 menit dan pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} untuk variasi lama penggerusan 60 menit. Menurut Adawiyah (2017), sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menggunakan metode penggerusan menghasilkan produk sintesis dengan serapan khas gugus fungsi $C=N$ pada 1623 cm^{-1} . Serapan gugus fungsi lain dari senyawa produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Gugus fungsi dari spektra FTIR ketiga produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		
	P1	P2	P3
C-O-C <i>streich asymmetric</i>	1248	1248	1248
C-O-C <i>streich symmetric</i>	1080	1080	1080
C=C <i>streich</i>	1509	1508	1509
C=N <i>streich</i>	1616	1616	1615
-OH <i>streich</i>	3470	3468	3502
Overtone aromatic	2000-1700	2000-1700	2000-1700
Csp^2 -H	3070	3070	3079
Csp^3 -H	2947 dan 2836	2947 dan 2836	2946 dan 2836

Keterangan:

P1 : Produk variasi waktu penggerusan 30 menit

P2 : Produk variasi waktu penggerusan 45 menit

P3 : Produk variasi waktu penggerusan 60 menit

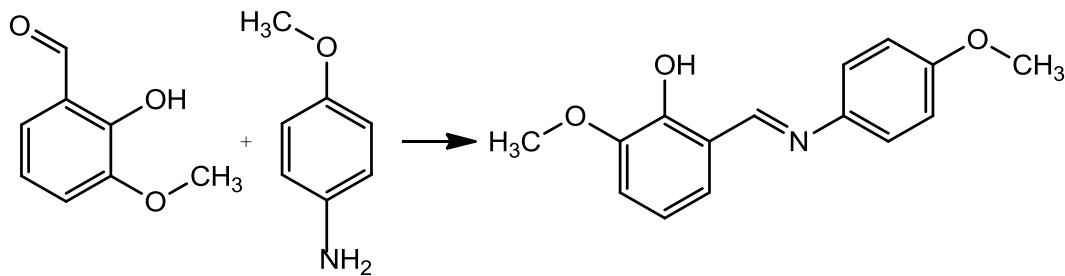
Data spektra FTIR produk sintesis pada Tabel 4.2 menunjukkan serapan gugus C-O-C *streich asymmetric* yang muncul pada bilangan gelombang 1248 cm^{-1} dan C-O-C *streich symmetric* muncul pada bilangan gelombang 1080 cm^{-1}

dengan intensitas kuat dan tajam. Selanjutnya serapan gugus C=C *streich* muncul pada bilangan gelombang 1509-1508 cm⁻¹. Gugus -OH *streich* memiliki bentuk serapan yang melebar dan tajam dengan intensitas medium pada daerah 3502-3470 cm⁻¹. Dalam spektra produk sintesis juga muncul serapan lemah *overtone aromatic* di daerah 2000-1700 cm⁻¹. Serapan lemah gugus Csp²-H aromatik muncul pada bilangan gelombang 3079-3070 cm⁻¹. Sedangkan serapan lemah Csp³-H muncul pada bilangan gelombang 2947 dan 2836 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus metoksi pada produk sintesis tersebut. Sehingga dapat diduga bahwa senyawa target telah terbentuk dalam ketiga produk sintesis.

Tabel 4.3 Perbandingan serapan gugus fungsi antara reaktan dengan produk sintesis.

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)		
	<i>o</i> -Vanilin	<i>p</i> -Anisidina	Produk
-OH	3181	-	3468-3502
-C=N	-	-	1615-1616
-N-H	-	3423-3347	-
-C=O	1665	-	-

Spektra FTIR dari ketiga produk sintesis tersebut jika dibandingkan dengan spektra dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina akan diketahui keberhasilan dari sintesis ini. Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan ditunjukkan pada Gambar 4.4.



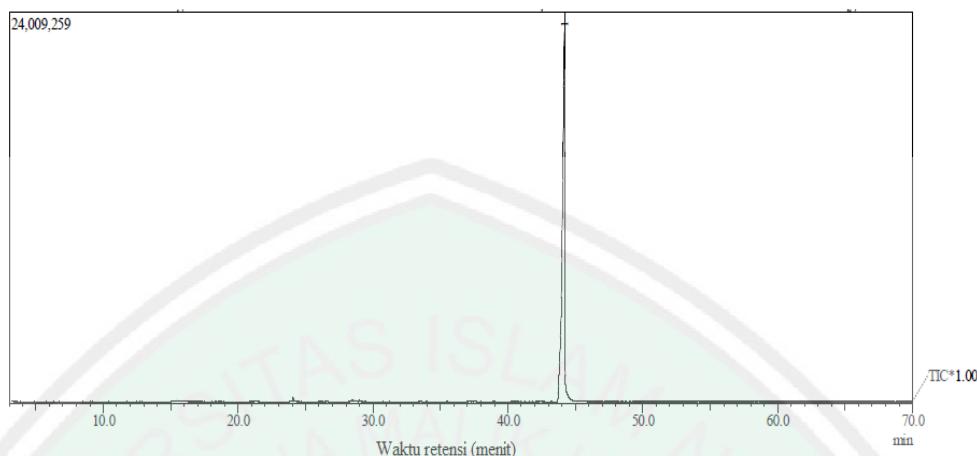
Gambar 4.4 Reaksi pembentukan senyawa 2metoksi-6(((4metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan pelarut air

Tabel 4.3 menunjukkan bahwa serapan gugus fungsi pada produk sintesis berbeda dengan reaktan. Serapan tajam dari $\text{C}=\text{O}$ merupakan serapan khas pada senyawa *o*-vanilin, sedangkan produk sintesis tidak memiliki serapan gugus fungsi karbonil ($\text{C}=\text{O}$). Terjadi pergeseran bilangan gelombang antara gugus fungsi OH pada *o*-vanilin dan produk sintesis. Serapan gugus fungsi N-H merupakan serapan khas untuk *p*-anisidina dan tidak terdapat dalam produk sintesis. Hal ini disebabkan ikatan N-H pada *p*-anisidina telah putus dan berikatan dengan karbonil dari *o*-vanilin membentuk ikatan $\text{C}=\text{N}$ (produk sintesis). Sehingga diduga bahwa hasil analisis spektra FTIR diperoleh senyawa target telah terbentuk dalam ketiga produk sintesis.

4.2.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan GC-MS

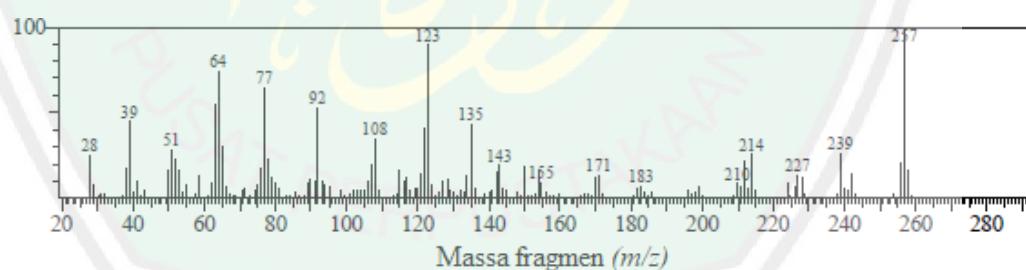
Analisis menggunakan GC-MS dilakukan untuk mengetahui jumlah senyawa serta struktur dari masing-masing senyawa yang terdapat dalam produk. Dari data GC dapat dihitung kemurnian senyawa target, sedangkan dari data MS dapat diketahui massa molekular dari senyawa target. Karakterisasi produk sintesis dilakukan pada variasi waktu lama penggerusan 30 menit, 45 menit, dan 60 menit karena untuk mengetahui kemurnian dari setiap produk sintesis. Gambar

4.5 merupakan hasil kromatogram dari produk sintesis variasi waktu lama penggerusan 60 menit memiliki nilai kemurnian tertinggi.

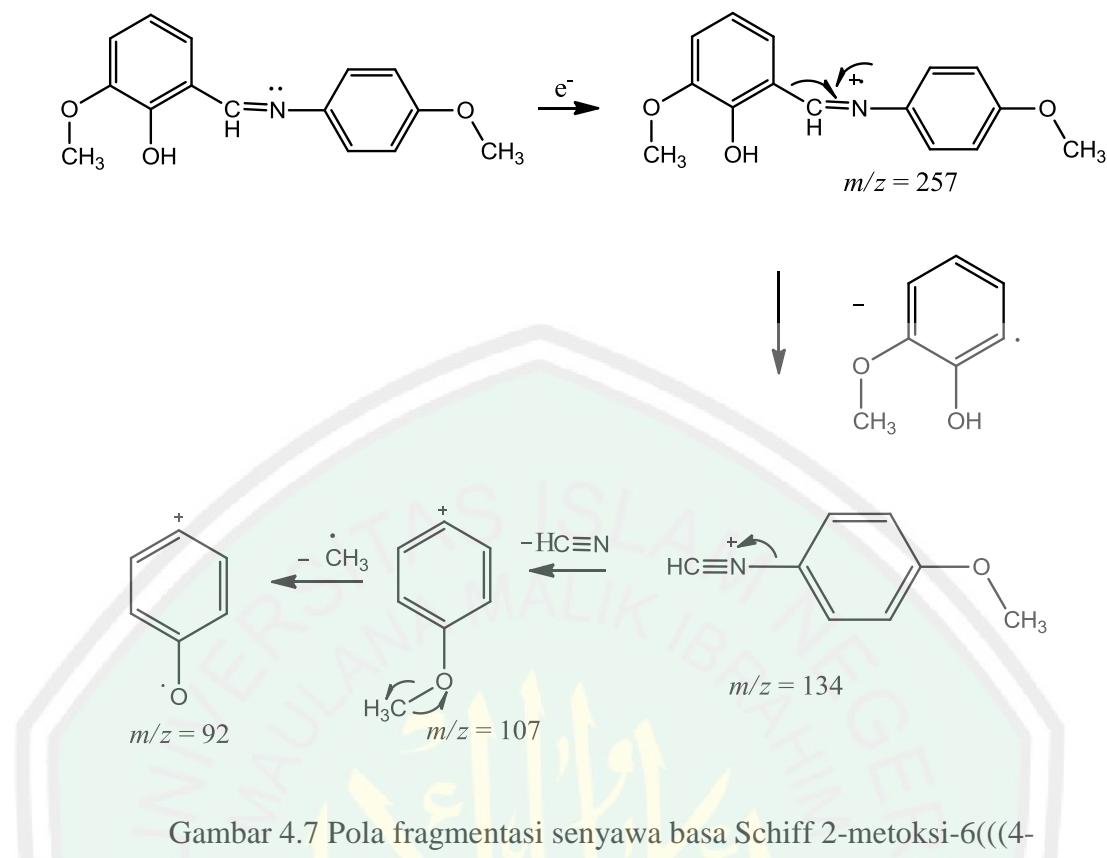


Gambar 4.5 Kromatogram produk sintesis variasi 60 menit

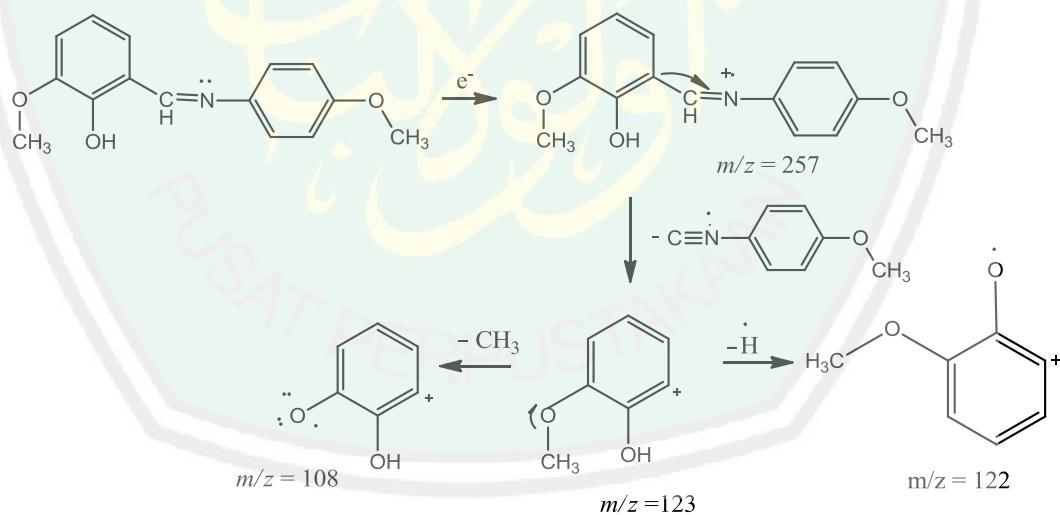
Gambar 4.5 menunjukkan bahwa produk sintesis variasi 60 menit memiliki 1 puncak yang diduga sebagai senyawa target pada waktu retensi 44,181 menit dengan % luas area sebesar 100%. Hasil analisis dengan spektrometer massa ditunjukkan pada Gambar 4.7.



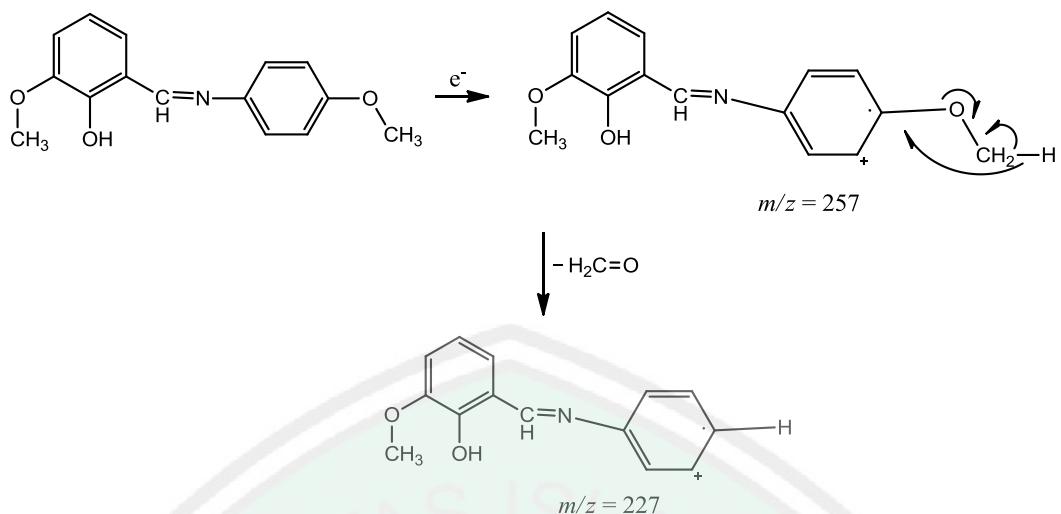
Gambar 4.6 Spektra massa variasi 60 menit



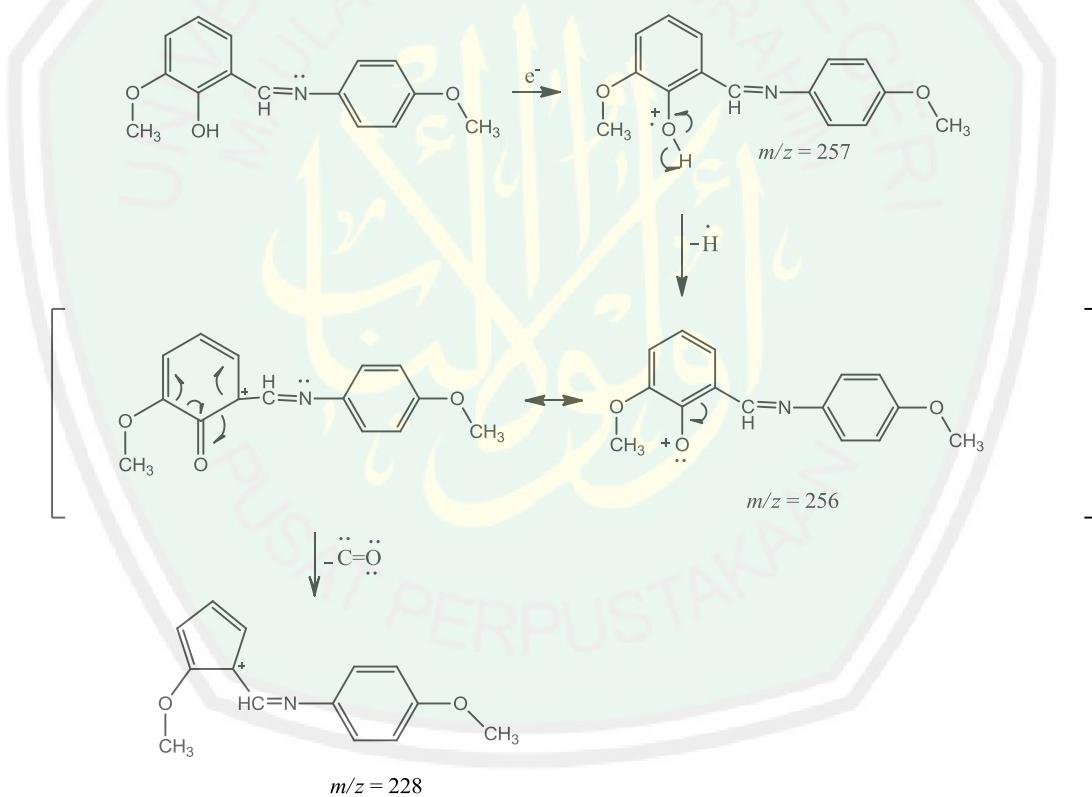
Gambar 4.7 Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol



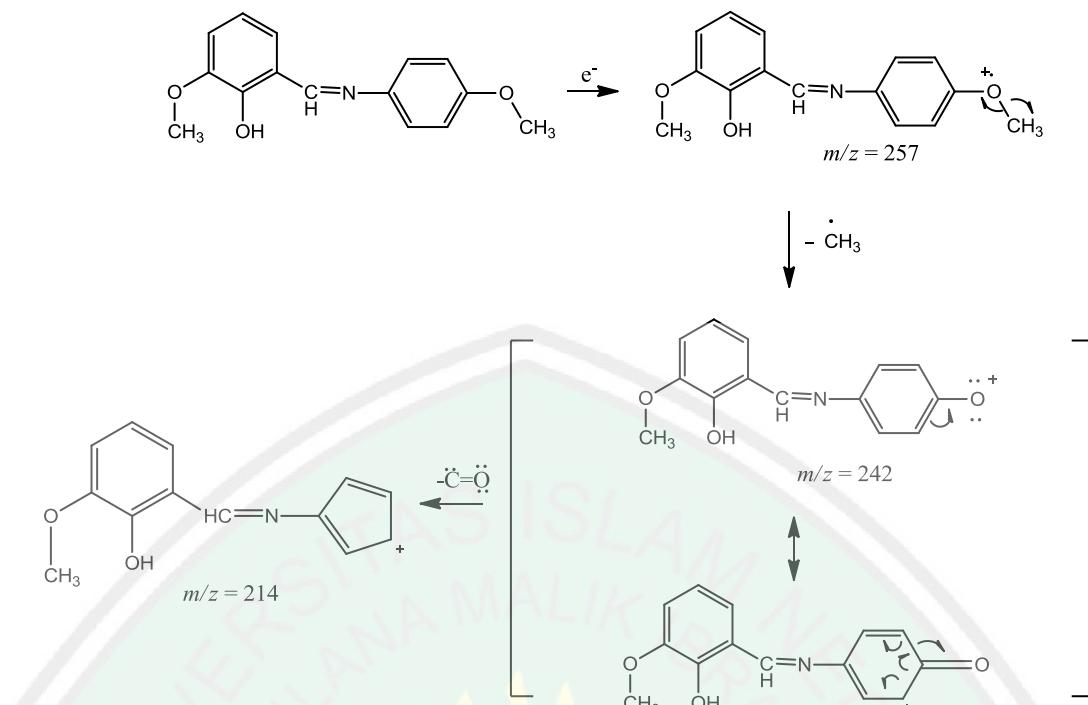
Gambar 4.8 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol



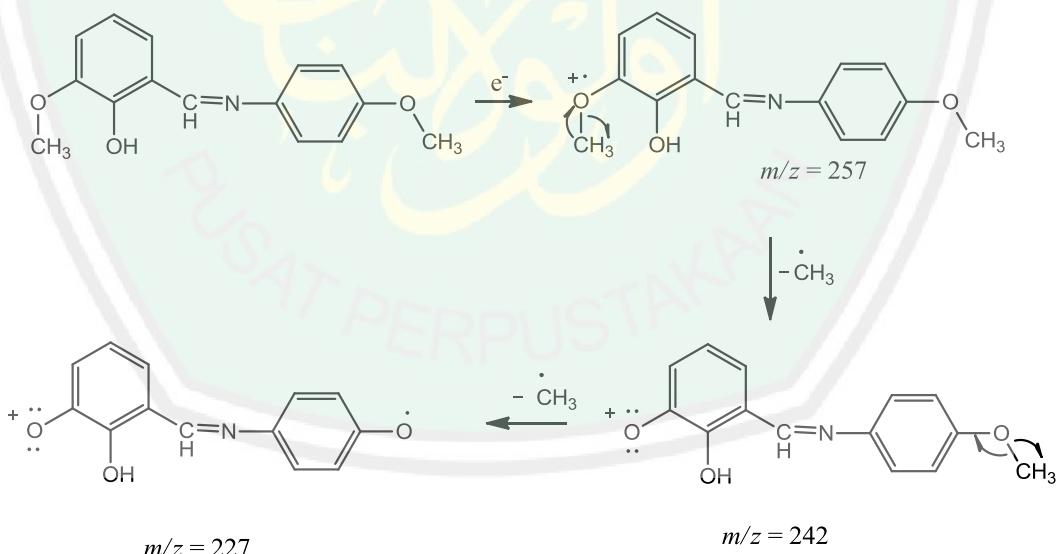
Gambar 4.9 Pola fragmentasi



Gambar 4.10 Pola fragmentasi



Gambar 4.11 Pola fragmentasi



Gambar 4.12 Pola fragmentasi lain

Data spektra massa pada Gambar 4.7 menampilkan bahwa 1 puncak yang ada pada GC itu memiliki ion molekular dengan m/z 257. Hal tersebut

menunjukkan bahwa senyawa tersebut adalah senyawa target karena sesuai dengan massa relatif 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. Adapun *m/z* 257 itu juga merupakan puncak dasar atau *base peak* karena memiliki kelimpahan 100%. Selanjutnya hasil dari produk sintesis variasi 30 dan 45 menit menghasilkan data GC yang sama yaitu memiliki 1 puncak dengan luas area yang sama yaitu 100%, akan tetapi dari segi berat hasilnya lebih kecil dibandingkan variasi 60 menit, sehingga dapat diduga bahwa senyawa tersebut merupakan senyawa target. Adapun waktu retensinya yaitu 43,989 menit dan 44,186 menit. Fragmen-fragmen yang mempunyai nilai kelimpahan tinggi pada spektra massa menunjukkan bahwa, kestabilannya lebih tinggi daripada fragmen lain. Hal ini disebabkan adanya resonansi pada fragmen tersebut.

4.3 Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dalam Perspektif Islam

Sintesis kimia merupakan unit bidang kimia yang mempunyai potensi besar untuk mencemari lingkungan, sebab keberadaan limbah merupakan hal wajar dalam proses produksi. Limbah-limbah tersebut merupakan zat-zat kimia berbahaya yang dapat merusak lingkungan apabila dibuang langsung tanpa melalui proses pengolahan terlebih dahulu. Sehingga, adanya metode sintesis ramah lingkungan merupakan solusi sintesis yang baik dalam kaitannya menjaga lingkungan. Oleh karena itu, dilakukan penelitian sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan pelarut air dengan menggunakan metode penggerusan.

Senyawa basa Schiff merupakan salah satu hasil dari pemikiran ilmiah yang dianugerahkan oleh Allah Swt. Manusia diciptakan oleh Allah Swt. dalam

keadaan tidak mengetahui segala sesuatu di dunia ini. Namun, Allah Swt. menganugerahkan akal pikiran, pendengaran dan penglihatan, sehingga manusia mampu mempelajari ciptaan-Nya. Proses belajar dilakukan secara bertahap yang pada akhirnya menghasilkan sebuah pemikiran yaitu ilmu pengetahuan. Salah satunya adalah sintesis basa Schiff dari amina primer dan senyawa karbonil (aldehida atau keton). Basa Schiff memiliki banyak manfaat dalam berbagai bidang. Basa Schiff merupakan salah satu golongan senyawa aktif yang memiliki aktivitas biologi sebagai antioksidan, antikorosi, antikanker, antibakteri, dan antijamur. Oleh karena itu, dilakukan penelitian sintesis senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan metode penggerusan agar selalu menjaga lingkungan dengan menggunakan metode yang ramah lingkungan seperti pelarut air. Allah Swt. dengan tegas melarang umat manusia untuk berbuat kerusakan lingkungan. Firman Allah Swt. dalam surah Al A`raf ayat 56:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَأَذْعُوهُ خَوْفًا وَطَمْعًا إِنَّ رَحْمَةَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ

Artinya: “*Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik*” (Q.S Al A`raf ayat 56).

Manusia tidak dapat hidup tanpa adanya alam semesta. Allah Swt. memperkenankan kita untuk memanfaatkan alam untuk memenuhi kebutuhan hidup kita, seperti makan, minum, atau mencari nafkah, tetapi kita dilarang untuk merusaknya. Larangan ini mengandung makna dalam tentang betapa besarnya kasih sayang Allah Swt. kepada umat manusia. Larangan bertujuan agar manusia dapat menjaga keseimbangan alam dengan baik, sehingga manusia dapat bertahan hidup dengan baik. *Green chemistry* adalah suatu upaya untuk menciptakan

kegiatan kimia yang ramah lingkungan. Aspek *green chemistry* adalah meminimalisasi zat berbahaya, optimalisasi penggunaan katalis, penggunaan reagen yang tidak beracun, penggunaan sumber daya yang dapat diperbarui, serta penggunaan pelarut yang ramah lingkungan.

Allah Swt berfirman dalam surah Al Kahfi ayat 30:

إِنَّ الَّذِينَ ءَامَنُوا وَعَمِلُوا الصَّلِحَاتِ إِنَّا لَا نُضِيعُ أَجْرَ مَنْ أَحْسَنَ عَمَلًا

Artinya: “Sesungguhnya mereka yang beriman dan beramal sholeh, tentulah kami tidak akan menyia-nyiakan pahala orang-orang yang mengerjakan amalan(nya) dengan yang baik” (Q.S Al Kahfi ayat 30).

Ayat tersebut menjelaskan bahwa orang yang beriman kepada Allah Swt. dan membuktikan keimanannya dengan mengerjakan kebajikan sesuai tuntunan, maka Allah Swt. akan memberikan pahala yang setimpal. Pemilihan metode ramah lingkungan merupakan salah satu amal sholeh yang berasal dari pemikiran Ulul-Albab untuk menjaga ciptaan Allah Swt. *Green chemistry* adalah pemikiran mengenai kimia untuk menyelamatkan lingkungan dari pencemaran. Sehingga, pada penelitian ini telah dilakukan sintesis senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yang ramah lingkungan. Harapannya metode *green chemistry* ini dapat berperan aktif dalam menjaga lingkungan dengan cara meminimalisir limbah proses sintesis seperti pelarut serta katalis yang berbahaya. Menjaga lingkungan adalah suatu kewajiban, maka upaya mengembangkan *green chemistry* juga merupakan suatu kewajiban bagi segenap kimiawan, terutama kimiawan muslim.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Ketiga produk sintesis tidak memiliki perbedaan yang signifikan dan hasil % semuanya baik. Waktu penggerusan terbaik pada sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol diantara variasi 30, 45 dan 60 menit adalah 60 menit dengan % hasil tertinggi sebesar 96,88%.
2. Produk sintesis yang dihasilkan memiliki karakter fisik antara lain: padatan, berwarna coklat kekuningan, sedikit larut dalam air dan memiliki titik lebur berkisar 98-101°C. Hasil spektra FTIR menunjukkan adanya serapan khas dari senyawa target yaitu gugus $-C=N$ pada bilangan gelombang $1616-1615\text{ cm}^{-1}$. Hasil GCMS menunjukkan munculnya 1 puncak pada waktu retensi 44,181 menit dengan luas area sebesar 100%, memiliki ion molekular pada m/z 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

5.2 Saran

1. Perlu adanya karakterisasi produk sintesis menggunakan $^1\text{H-NMR}$ untuk memperkuat dugaan terbentuknya senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol
2. Perlu dilakukan adanya pengujian aktivitas senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol sebagai senyawa antioksidan, antikorosi, antibakteri, dan antijamur.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Hakimi, N. S. 2016. Sintesis Senyawa Imina dari Vanilin dan Anilina dengan Variasi Jumlah Katalis Air Jeruk Nipis. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Al-Kahraman, Y. M. S. A., Madkour, H., M. F., Ali, D., and Yasinzai, M. 2010. *Antileishmanial, Antimicrobial and Antifungal Activities of Some New Aryl Azomethines. Molecules*, 15:660-671.
- Anand, P., Patil, V. M. Sharma1, V. K Khosal, R. L., and Masand N. 2012. Schiff bases: A Review on Biological Insights. *International Journal of Drug Design and Discovery*, 3(3): 851-868
- Ashraf, M. A, Mahmoud K, and Wajid A. 2011. *Syntesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases*. IPCBEE, 10: 1-7.
- Bendale, A. R., Nagar, A., Jadhav, A. G., and Vidyasagar, G. 2011. Shciff Base Syntesis By Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*, 3(2): 34-38.
- Bhai, D., Girija, C. R., and Reddy, R. 2014. Green Syntesis of Novel Schiff Bases Derived from 2,6 Diamino Pyridine Characterization and Biological Activity, *Journal of Advances in Chemistry*, 10(5): 2705-2710.
- Brodowska, K., and Lodgya, E. 2014. Schiff Bases-Interesting Range of Application in Various Fields of Science. *CHEMIK*, 68(2): 129-134.
- Chakraborty, D. S. 2016. Instrumentation of FTIR and Its Herbal Applications. *Wourld Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science*, 5(3): 498-505.
- Chaluvaraju dan Zaranappa. 2011. Syntesis and Biological Evaluation of some Isatin derivatives for Antimicribial Properties. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Science*, 2(1): 541-546.
- Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga.
- Gandjar., I. Dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gandjar, I. G., dan Rohman, A. 2012. *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

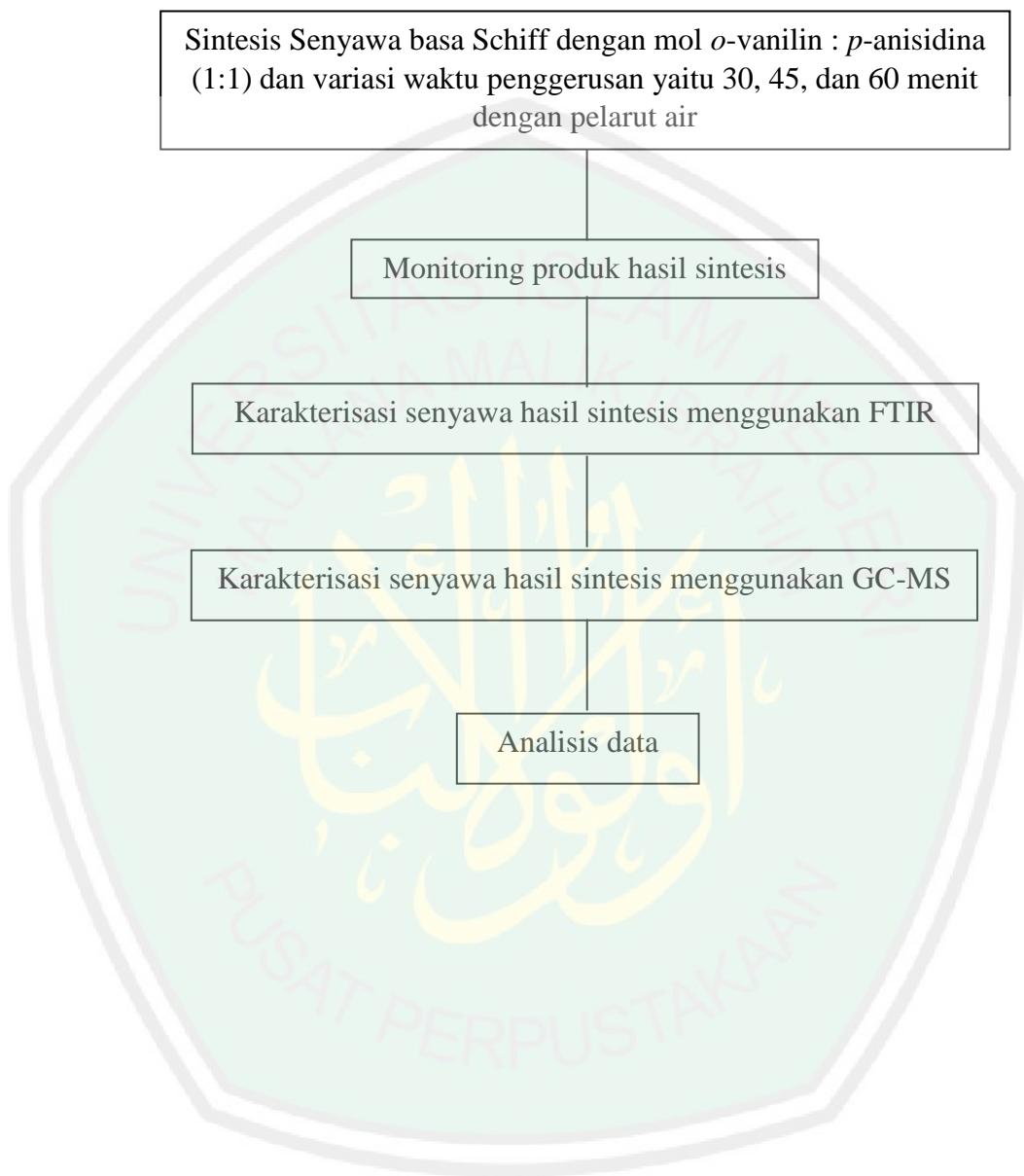
- Hanapi, A. 2016. Variasi Waktu Penggerusan pada Sintesis Senyaawa Basa Schiff Turunan Vanilin Tanpa Pelarut. *Laporan Penelitian*. Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Handayani, S., Arianingrum, R., and Haryadi, W. 2011. Vanilin Structure Modification of Isolated Vanilla Fruit (*Vanilla Planifolia Andrews*) to form Vanillinacetone. *Proceedings at 14 Asian Chemical Congress 2011*, 252-257.
- Hussain, S. Z., and Maqbool, K. 2014. GC-MS: Principle, Technique and Its Application in Food Science. *INT J CURR SCI*, 13(E): 116-126.
- Naqvi, A., Shahnawaaz, M., Rao, A.V., Seth, D.S., & Sharma, N.K. (2009). Synthesis of Schiff bases via environmentally Benign and energy-efficient greener methodologies. *E-Journal of Chemistry*, 6(S1), S75-S78.
- Otutu, J O., Ukoror D. and Ossay, E K. 2008. Preparation of Dis-Azo Dyes Derived from p Aminophenol and Their Fastness Properties for Synthetic Polimer-Fibres. *Journal of Applied Sciences*. 8 (2): 334-339.
- Patil, S., Jadhav, S.D., & Deshmukh, M.B. (2011a). Natural acid catalyzed multi-component reactions as a green approach. *Archives of Applied Science Research*, 3(1), 203-208.
- Patil, S.; Jadhav, S.D., & Mane, S.Y. (2011b). Pineapple juice as a natural catalyst: an excellent catalyst for Biginelli reaction. *International Journal of Organic Chemistry*, 1(3), 125-131.
- Patil, S., Jadhav, S.D., & Patil, U.P. (2012). Natural acid catalyzed synthesis of Schiff base under solvent-free condition: as a green approach. *Archives of Applied Science Research*, 4(2), 1074-1078.
- Purwono, B., Anwar, C., & Hanapi, A. (2013). Syntheses of azo-imine derivatives from vanillin as an acid base indicator. *Indonesian Journal of Chemistry*, 13(1), 1-6.
- Rahman, A.F.M.M, Ali, R., Jahng, Y., & Kadi, A.A. (2012) A facile solvent free Claisen-Schmidt reaction: synthesis of α,α' -bis-(substituted-benzylidene)cycloalkanones and α,α' -bis (substituted-alkylidene)cycloalkanones. *Molecules*, 17(1), 517-583.
- Rao, V. K., Reddy S. S., Krishna B. S., Naidu, K. R. M., Raju, N., and Ghosh, S. K. (2010). Synthesis of Schiff's bases in aqueous medium: A Green alternative approach with effective mass yield and high reaction rates. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 3 (3), 217-223
- Singh, N. B., Das, S.S., Gupta, N. B., Gupta, A., and Frohlich, R. 2008. Vanillin-*p*-Anisidine System: Solid-State Reaction and Density Functional Theory Studies. *Molecular Crystal Liquid Crystal*, 490: 106-123

- Vibhute, A.Y., Zangade, S.B., Chavan, S.B., & Vibhute, Y.B. (2011). A one pot synthesis of 1,3-benzoxazines from Schiff's bases. *Der Pharmacia Sinica*, 2(5), 2017-222.
- Yadav, G dan Mani, J.V. (2015). Green synthesis of Schiff bases by using natural acid catalysts. *International Journal of Science and Research*, 4(2), 121-127.
- Zarei, M., and Jarrahpour, A. (2011). Green dan efficient synthesis of Azo Schiff bases. *Iranian Journal of Science and Technology (IJST)*, A3, 2



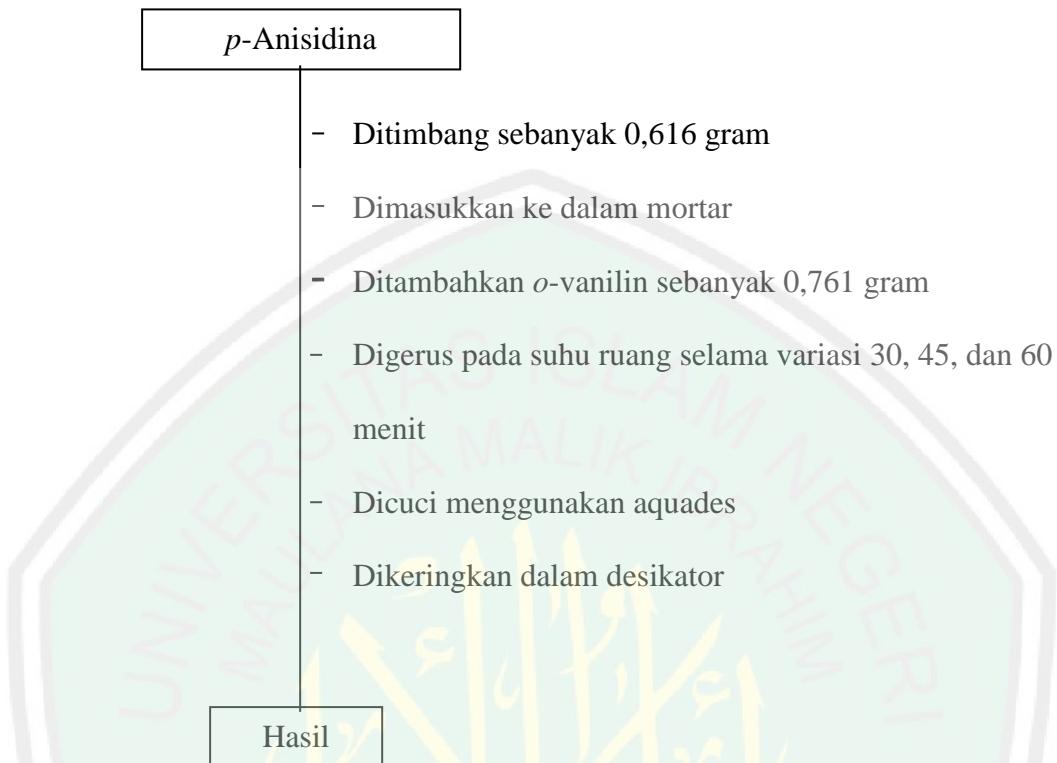
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian



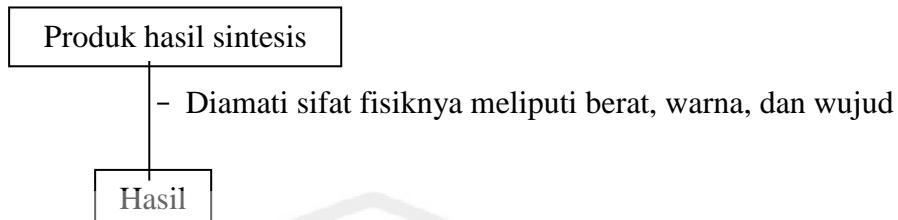
Lampiran 2. Skema Kerja

L.2.1 Sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina

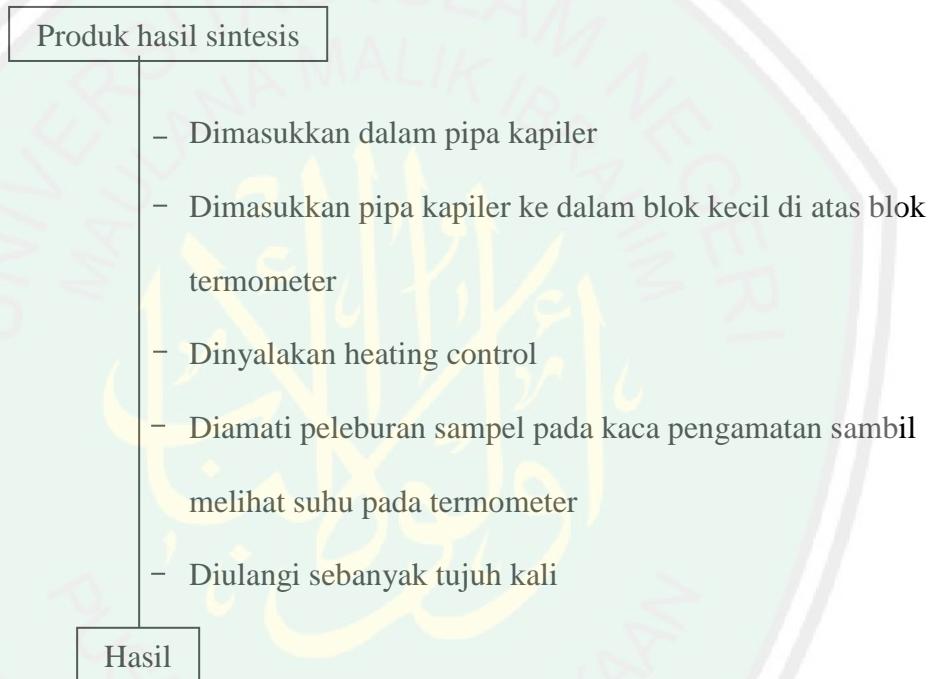


L.2.2 Karakterisasi senyawa hasil sintesis

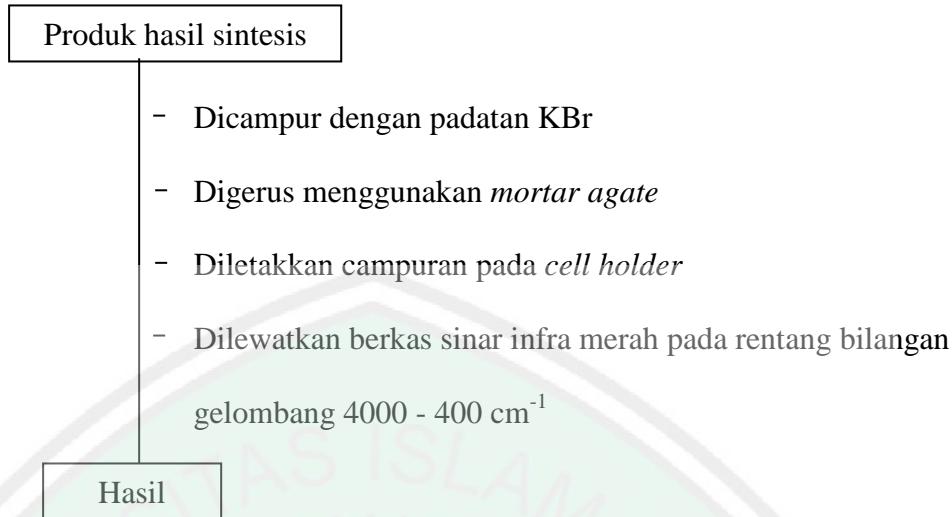
L.2.2.1 karakterisasi sifat fisik



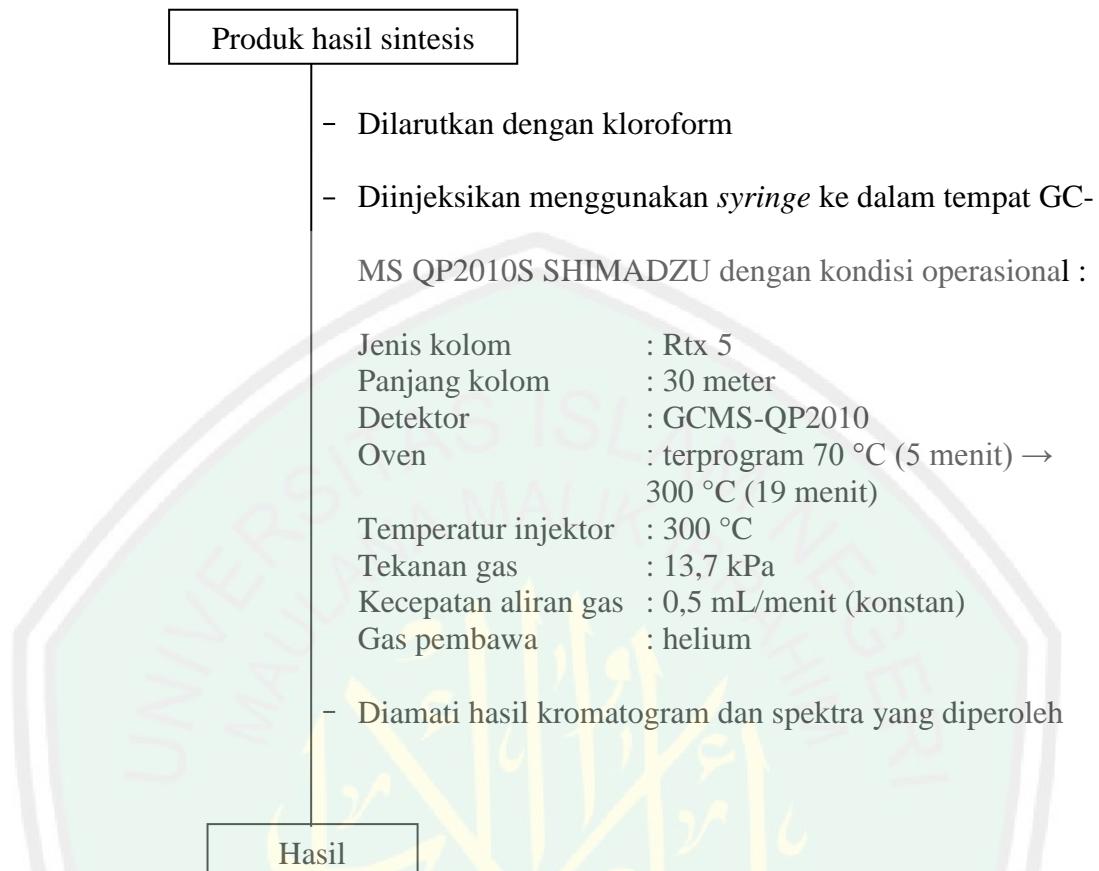
L.2.2.2 uji titik lebur senyawa hasil sintesis



L.2.2.3 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan FTIR



L.2.2.4 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan GC-MS



Lampiran 3. Perhitungan

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

Rumus molekul senyawa (1) = C₈H₈O₃

$$\text{BM senyawa (1)} = 152,15 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol senyawa (1)} = 0,005 \text{ mol}$$

$$\text{Massa senyawa (1)} = \text{mol} \times \text{BM}$$

$$= 0,005 \text{ mol} \times 152,15 \text{ g/mol}$$

$$= 0,761 \text{ g}$$

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

Rumus molekul senyawa (2) = C₇H₉NO

$$\text{BM senyawa (2)} = 123,15 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol senyawa (2)} = 0,005 \text{ mol}$$

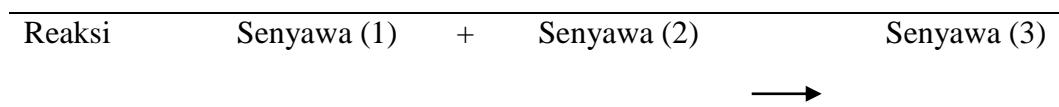
$$\text{Massa senyawa (2)} = \text{mol} \times \text{BM}$$

$$= 0,005 \text{ mol} \times 123,15 \text{ g/mol}$$

$$= 0,616 \text{ g}$$

L.3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa (*E*-2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol (3) yang diharapkan terbentuk

Reaksi = *o*-vanilin (1) + *p*-anisidina (2) → (*E*-2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol (3) + air



Mula-mula	0,005 mol	0,005 mol	-
Bereaksi	0,005 mol	0,005 mol	0,005 mol
Setimbang	-	-	0,005 mol

Rumus molekul senyawa (3) = $C_{15}H_{15}NO_3$

$$BM \text{ senyawa (3)} = 257,28 \text{ g/mol}$$

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

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

$$= 0,005 \text{ mol} \times 257,28 \text{ g/mol}$$

$$= 1,286 \text{ g}$$

L.3.4 Penentuan % Kemurnian Produk Sintesis Berdasarkan GC-MS

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

- Variasi lama penggerusan 30 menit

$$\% \text{ Hasil} = \frac{1,2248}{1,2864} \times 100 \% = 95,21\%$$

- Variasi lama penggerusan 45 menit

$$\% \text{ Hasil} = \frac{1,2401}{1,2864} \times 100 \% = 96,40\%$$

- Variasi lama penggerusan 60 menit

$$\% \text{ Hasil} = \frac{1,2462}{1,2864} \times 100 \% = 96,88\%$$

L.3.5 Pengamatan Titik Lebur Produk Sintesis

Tabel L.3.5 Hasil pengamatan titik lebur produk sintesis

Ulangan	Titik Lebur		
	P1	P2	P3
1	99-100 °C	98-99 °C	98-100 °C
2	98-99 °C	99-100 °C	99-100 °C
3	98-100 °C	98-100 °C	98-100 °C

Keterangan:

P1 = Produk sintesis variasi 30 menit

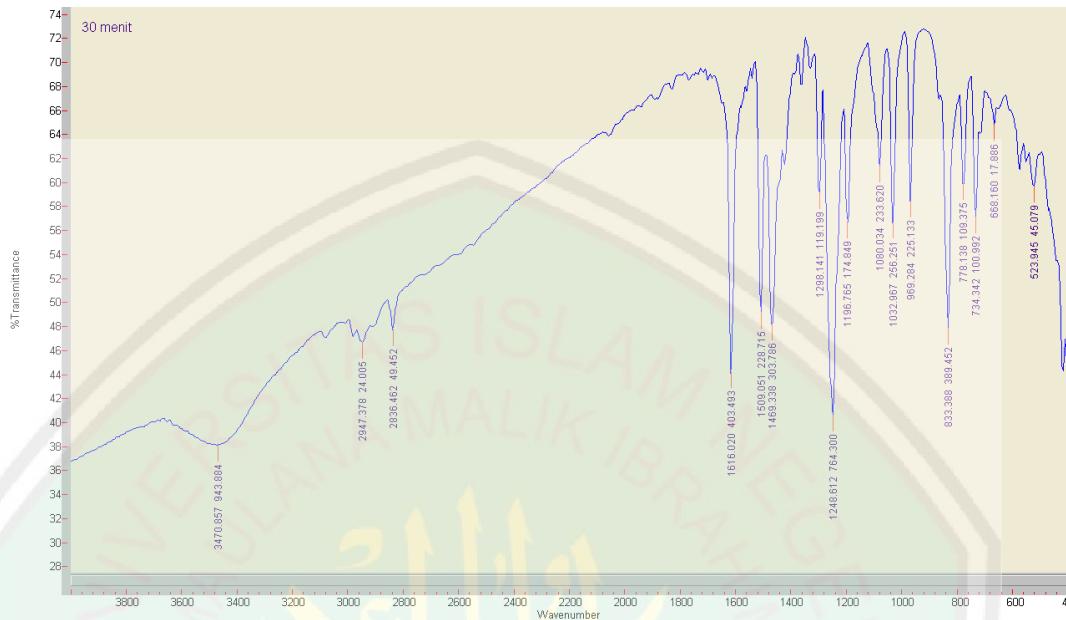
P2 = Produk sintesis variasi 45 menit

P3 = Produk sintesis variasi 60 menit

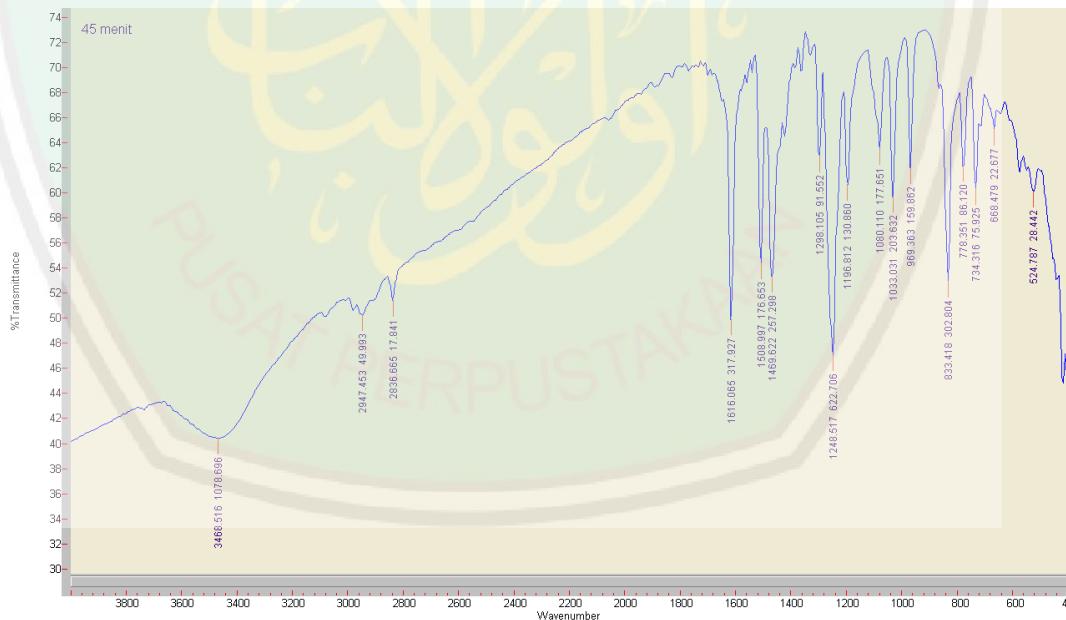
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi Senyawa Sintesis Menggunakan FTIR

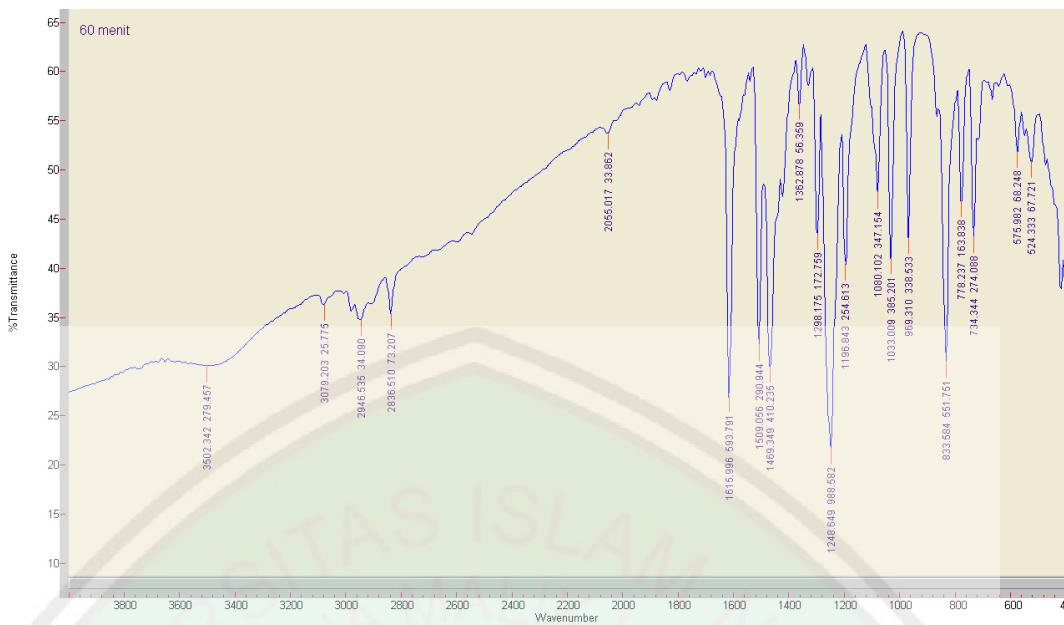
L.4.1.1 Hasil Karakterisasi P1 (Produk Variasi 30 menit)



L.4.1.2 Hasil Karakterisasi P2 (Produk Variasi 45 menit)



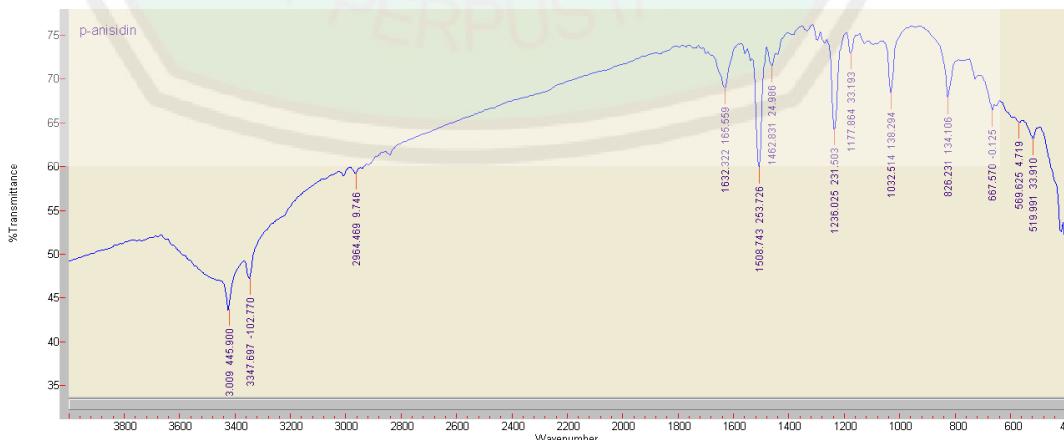
L.4.1.3 Hasil Karakterisasi P3 (Produk Variasi 60 menit)



L.4.1.4 Hasil Karakterisasi Senyawa *o*-Vanilin

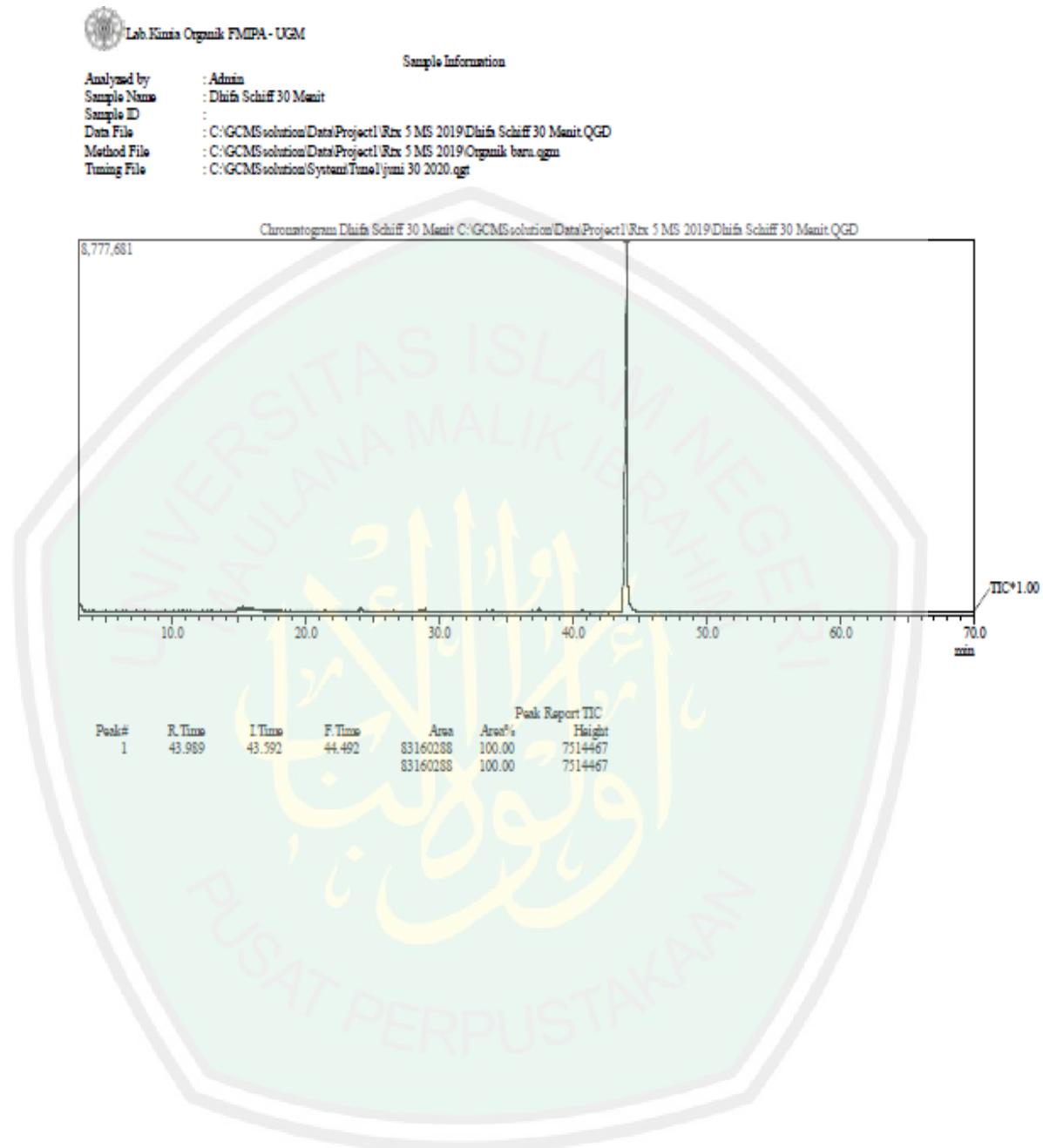


L.4.1.5 Hasil Karakterisasi Senyawa *p*-Anisidina

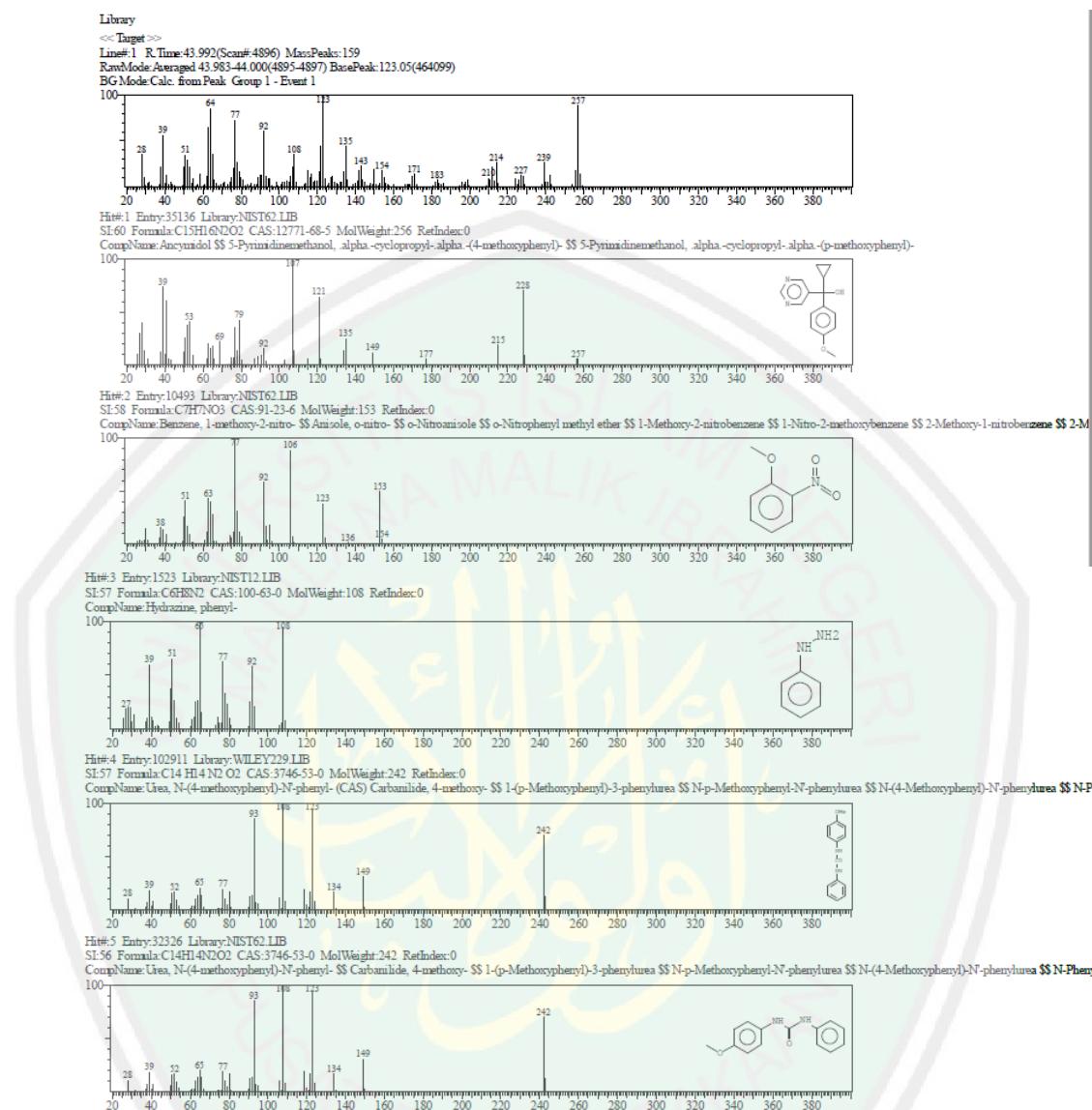


L.4.2 Hasil Karakterisasi Senyawa Sintesis Menggunakan GC-MS

L.4.2.1 Hasil Karakterisasi Kromatogram P1 (Produk Variasi 30 menit)



L.4.2.2 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P1 (Produk Variasi 30 menit)



L.4.2.3 Hasil Karakterisasi Kromatogram P2 (Produk Variasi 45 menit)

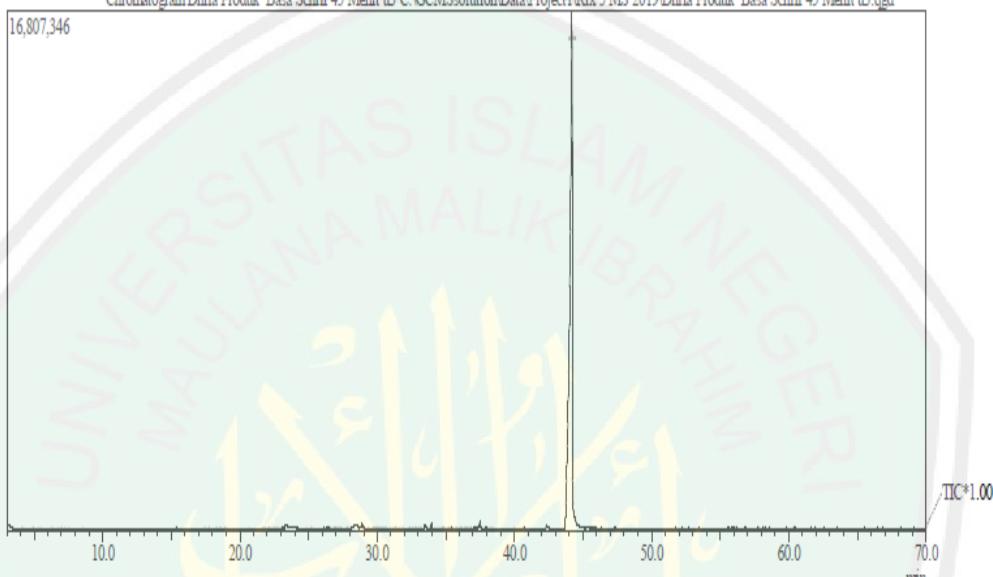


Lab Kimia Organik FMIPA - UGM

Sample Information

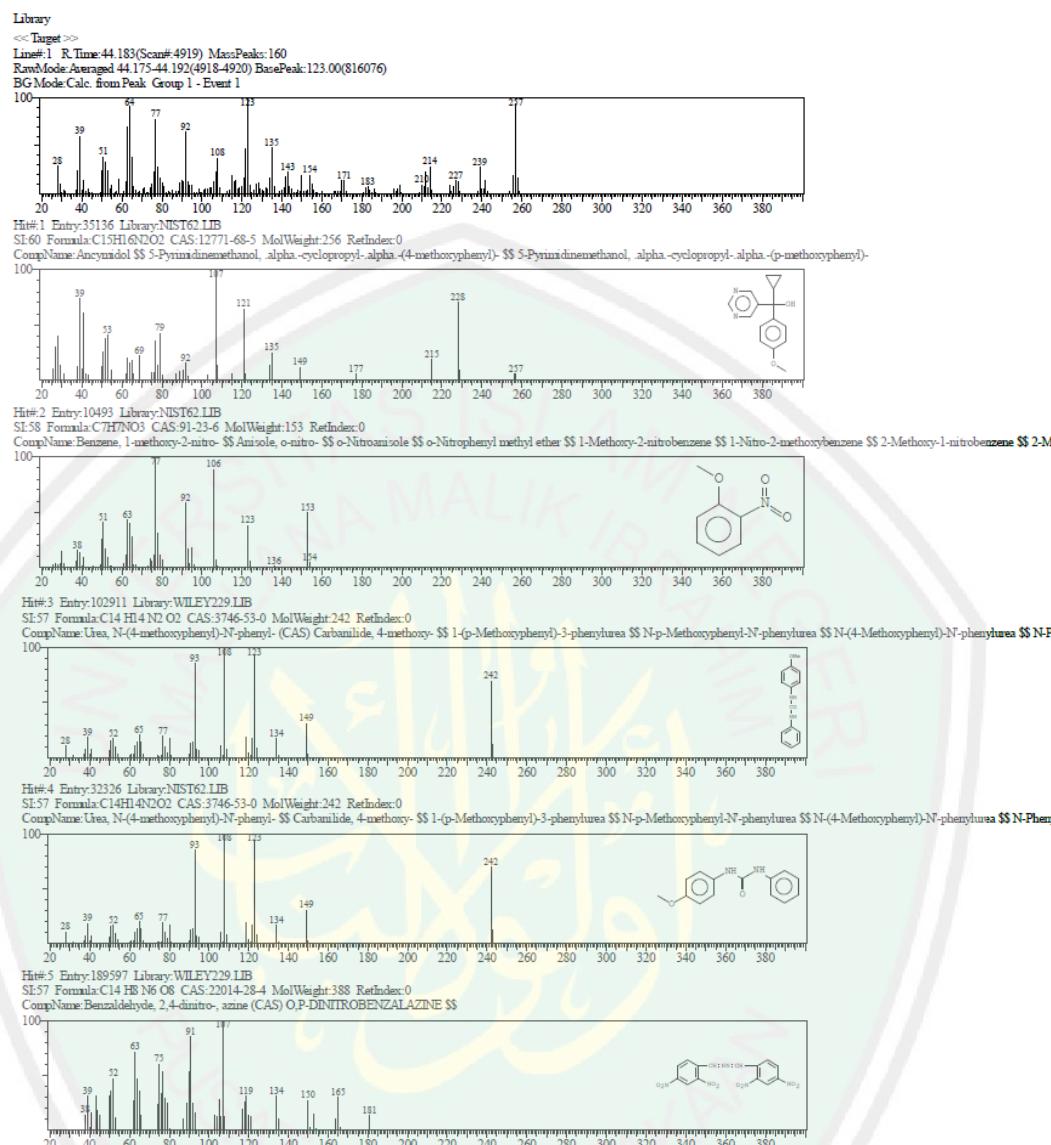
Analyzed by : Admin
 Sample Name : Dhifa Produk Basa Schiff 45 Menit u3
 Sample ID :
 Data File : C:\GCMSolution\Project\Rtx 5 MS 2019\Rhifa Produk Basa Schiff 45 Menit u3.qgd
 Method File : C:\GCMSolution\Project\Rtx 5 MS 2019\Organik baru.qgn
 Tuning File : C:\GCMSolution\System\Tune1\juni 30 2020.qgt

Chromatogram Dhifa Produk Basa Schiff 45 Menit u3 C:\GCMSolution\Project\Rtx 5 MS 2019\Rhifa Produk Basa Schiff 45 Menit u3.qgd

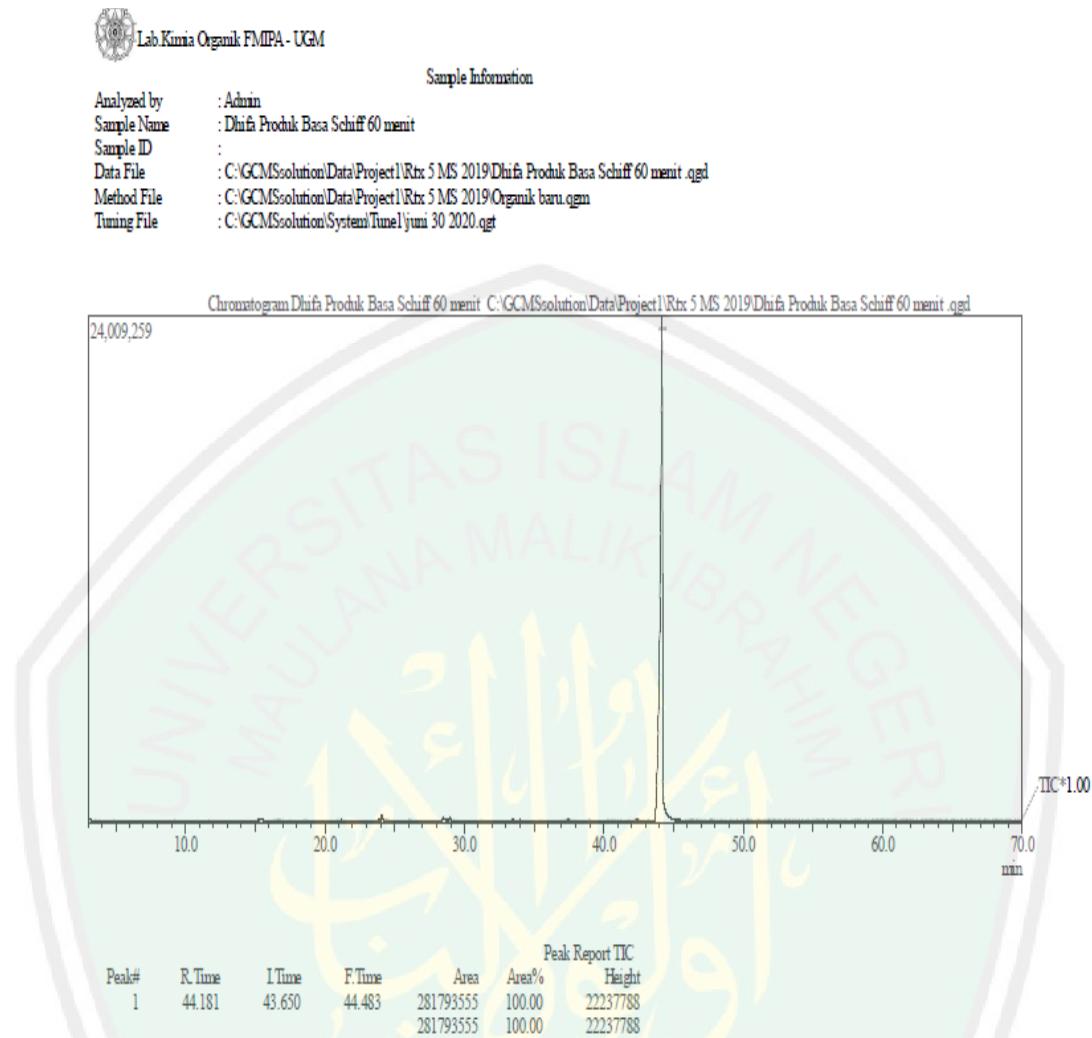


Peak#	Peak Report TIC					
	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	44.186	43.650	44.525	208949037	100.00	15253136
				208949037	100.00	15253136

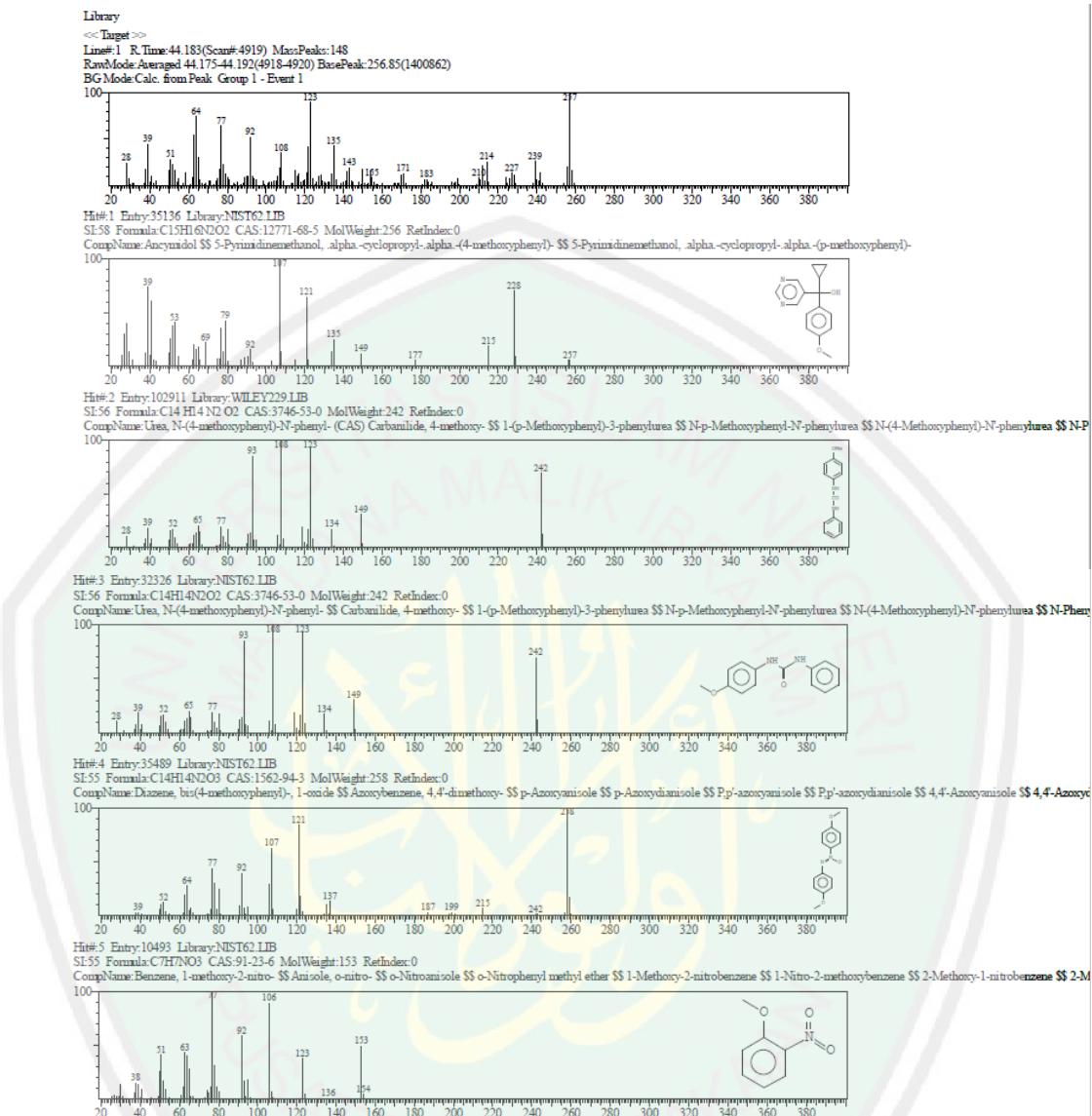
L.4.2.4 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P2 (Produk Variasi 45 menit)



L.2.4.5 Hasil Karakterisasi Kromatogram P3 (Produk Variasi 60 menit)



L.2.4.6 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P3 (Produk Variasi 60 menit)





GCMS-QP2010S SHIMADZU

Kolom : Rtx 5

Panjang : 30 meter

ID : 0,25 mm

Film : 0,25 um

Gas pembawa : Helium

Pengionan : EI 70 Ev

Method

[Comment]

===== Analytical Line 1 =====

[GC-2010]

Column Oven Temp. : 70.0 °C

Injection Temp. : 300.00 °C

Injection Mode : Split

Flow Control Mode : Pressure

Pressure : 13.7 kPa

Total Flow : 28.0 mL/min

Column Flow : 0.50 mL/min

Linear Velocity : 25.9 cm/sec

Purge Flow : 3.0 mL/min

Split Ratio : 49.0

High Pressure Injection : OFF

Carrier Gas Saver : OFF

Splitter Hold : OFF

Oven Temp. Program : OFF

Rate	Temperature(°C)	Hold Time(min)
-	70.0	5.00
5.00	300.0	19.00

< Ready Check Heat Unit >

Column Oven : Yes

SPL1 : Yes

MS : Yes

< Ready Check Detector(FID) >

< Ready Check Baseline Drift >

< Ready Check Injection Flow >

SPL1 Camer : Yes

SPL1 Purge : Yes

< Ready Check APC Flow >

< Ready Check Detector APC Flow >

External Wait : No

Equilibrium Time : 3.0 min

[GC Program]

[GCMS-QP2010]

IonSourceTemp : 250.00 °C

Interface Temp. : 305.00 °C

Solvent Cut Time : 3.00 min

Detector Gain Mode : Relative

Detector Gain : +0.00 kV

Threshold : 0

[MS Table]

-Group 1 - Event 1-

Start Time : 3.20min

End Time : 70.00min

ACQ Mode : Scan

Event Time : 0.50sec

Scan Speed : 1250

Start m/z : 28.00

End m/z : 600.00

Sample Inlet Unit : GC

[MS Program]

Use MS Program : OFF

Lampiran 5. Dokumentasi

L.5.1 Sintesis Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol



Pencampuran kedua reaktan



Sintesis basa Schiff dengan penggerusan



Pencucian produk dengan akuades



Produk setelah pengeringan dalam desikator

L.5.2 Monitoring Produk Sintesis dengan Uji Titik Lebur

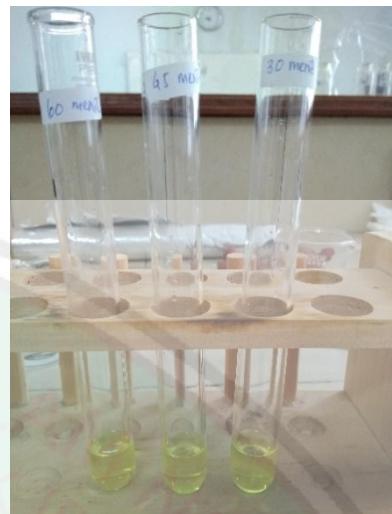


Uji titik lebur produk sintesis

L.5.3 Uji Kimia dengan Larutan Basa



Uji kelarutan dalam akuades



Uji kimia dengan larutan basa NaOH