

**PERBANDINGAN METODE REFLUKS, PENGGERUSAN,
PENGADUKAN DAN SONIKASI PADA SINTESIS BASA SCHIFF DARI
O-VANILIN DAN P-TOLUIDINA**

SKRIPSI

oleh:
NEAS LISTARINA FITRI
NIM. 16630019



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

**PERBANDINGAN METODE REFLUKS, PENGGERUSAN,
PENGADUKAN DAN SONIKASI PADA SINTESIS BASA SCHIFF DARI
O-VANILIN DAN P-TOLUIDINA**

SKRIPSI

Oleh:
NEAS LISTARINA FITRI
NIM. 16630019

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**

**PERBANDINGAN METODE REFLUKS, PENGGERUSAN,
PENGADUKAN DAN SONIKASI PADA SINTESIS BASA SCHIFF DARI
O-VANILIN DAN P-TOLUIDINA**

SKRIPSI

Oleh:
NEAS LISTARINA FITRI
NIM. 16630019

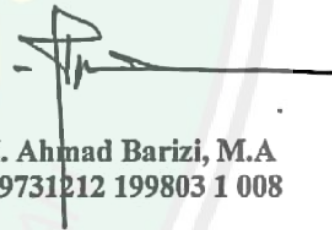
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 26 Desember 2020

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Dr. H. Ahmad Barizi, M.A
NIP. 19731212 199803 1 008

Mengesahkan,
Ketua Jurusan



Elok Kamliyah Hayati, M.Si
NIR. 19790620 200604 2 002

**PERBANDINGAN METODE REFLUKS, PENGGERUSAN,
PENGADUKAN DAN SONIKASI PADA SINTESIS BASA SCHIFF DARI
O-VANILIN DAN P-TOLUIDINA**

SKRIPSI

Oleh:
NEAS LISTARINA FITRI
NIM. 16630019

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

Penguji Utama : A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

Ketua Penguji : Vina Nurul Istighfarini, M.Si
LB. 63025

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

Anggota Penguji : Dr. H. Ahmad Barizi, M.A
NIP. 19731212 199803 1 008


(.....)


(.....)


(.....)


(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Neas Listarina Fitri

NIM : 16630019

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Perbandingan Metode Refluks, Penggerusan, Pengadukan dan Sonikasi pada Sintesis Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Toluidina

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar 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 cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 27 Desember 2020

Yang membuat pernyataan



Neas Listarina Fitri
NIM. 16630019

MOTTO

Nouman Ali Khan:

Every Single Success you experience is a combination of two things: your effort
and Allah's help



HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamin...

Puji syukur saya panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat, karunia dan ridlao-Nya, sehingga penulisan skripsi ini dapat terselesaikan, dan tak lupa sholawat serta salam tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW.

Karya tulis ini saya persembahkan kepada:

1. Kedua orang tua saya, Bapak Netro dan Ibu Sri Astutik. Terimakasih telah memberikan do'a, nasehat, serta dukungan moral dan material sehingga saya dapat menyelesaikan setiap tahap dalam menempuh studi S1.
2. Saudara dan seluruh keluarga besar saya, terutama kakak saya Rendi Eko Wibowo dan Iklima Salmaha, terimakasih untuk segala bantuan, dukungan dan semangatnya.
3. Untuk teman-teman Kimia 2016 (Ova, Atika, Hilya, Pipit, Hanif, Zahra) terimakasih telah memberikan semangat sejak awal semester hingga menyelesaikan tugas akhir.
4. Untuk teman-teman penelitian (Vivi, Ani, Ainun, Ismi, Vera, Andrean, Furqon, Zulfa, Umi, Yuni) terimakasih telah memberikan banyak bantuan selama proses penelitian.
5. Untuk semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, tidak dapat saya sebutkan satu persatu.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat serta karunia-Nya kepada penulis sehingga penulis berhasil menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Perbandingan Metode Refluks, Penggerusan, Pengadukan dan Sonikasi pada Sintesis Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Toluidina”**.

Selama penyusunan skripsi ini, penulis mendapat bantuan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan proposal ini.
5. Bapak Dr. H. Ahmad Barizi, M.A selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan arahan dan bimbingan.
6. Seluruh bapak ibu dosen Jurusan Kimia dan segenap Laboran serta staf administrasi Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
7. Kedua orang tua dan saudara-saudara penulis yang telah memberikan semangat dan do'a sehingga penyusunan skripsi dapat terselesaikan.

Terlepas dari segala hal, penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih banyak kekurangan baik dalam penulisan dan tata bahasa. Oleh karena itu, penulis sangat terbuka dalam menerima kritik dan saran. Akhir kata penulis mengucapkan mohon maaf atas kekurangan yang ada dan semoga proposal skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi seluruh pihak.

Malang, 27 Desember 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
مستخلص البحث	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan	6
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 <i>o</i> -Vanilin	8
2.2 <i>p</i> -Toluidina	9
2.3 Reaksi Pembentukan Basa Schiff	10
2.4 Metode Sintesis Basa Schiff	11
2.4.1 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Penggerusan	13
2.4.2 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Pengadukan	14
2.4.3 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Sonikasi	15
2.5 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff	17
2.5.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR	17
2.5.2 Karakterisasi Menggunakan KG-SM.....	19
2.6 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menurut Perspektif Islam	21
BAB III METODOLGI PENELITIAN	24
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	24
3.2 Alat dan Bahan	24
3.2.1 Alat	24
3.2.2 Bahan	24
3.3 Rancangan Penelitian	25
3.4 Tahapan Penelitian	25
3.5 Cara Kerja	26
3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Refluks	26
3.5.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Penggerusan	26
3.5.3 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Pengadukan	26

3.5.4	Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Sonikasi	27
3.5.5	Uji Titik Leleh Menggunakan <i>Melting Point Apparatus</i> (MPA) ...	27
3.5.6	Uji Sifat Kimia dengan Larutan NaOH	27
3.5.7	Karakterisasi Produk dengan Spektrofotometer FTIR	28
3.5.8	Karakterisasi Produk dengan KG-SM	28
3.5.9	Analisis Data	28
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		30
4.1	Sintesis Basa Schiff 2-metoksi-6-((<i>p</i> -tolilimino)metil)fenol dengan Variasi Metode Sintesis	30
4.2	Uji Sifat Fisiko-Kimia Produk Sintesis	32
4.3	Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR	35
4.4	Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM	37
4.5	Sintesis Senyawa Basa Schiff Menurut Perspektif Islam	43
BAB V PENUTUP		46
5.1	Kesimpulan	46
5.2	Saran	47
DAFTAR PUSTAKA		48
LAMPIRAN		51

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisika produk sintesis	32
Tabel 4.2 Gugus fungsi dan bilangan gelombang dari produk sintesis.....	36
Tabel 4.3 Data hasil kromatogram	39



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur <i>o</i> -vanilin.....	8
Gambar 2.2	Struktur <i>p</i> -toluidina.....	9
Gambar 2.3	Mekanisme reaksi sintesis basa Schiff tanpa katalis asam	11
Gambar 2.4.	Spektra FTIR senyawa hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan <i>p</i> -aminoasetofenon dengan variasi waktu penggerusan 20, 30, 40, 50 (Sutanti, 2019)	18
Gambar 2.5	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 1-{4[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}etanon (Sutanti, 2019).....	21
Gambar 4.1	Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari <i>o</i> -vanilin dan <i>p</i> -toluidina	30
Gambar 4.2	Kelarutan produk dalam (a) akuades (b) NaOH	34
Gambar 4.3	Reaksi senyawa produk dan larutan NaOH	35
Gambar 4.4	Spektra FTIR reaktan dan produk	35
Gambar 4.5	Kromatogram produk sintesis metode (a) refluks (b) penggerusan (c) pengadukan (d) sonikasi	37
Gambar 4.6	Spektra massa produk sintesis metode (a) refluks (b) penggerusan (c) pengadukan (d) sonikasi	39
Gambar 4.7	Dugaan pola fragmentasi spektra massa	40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir	53
Lampiran 2 Perhitungan	58
Lampiran 3 Data Hasil Penimbangan	60
Lampiran 4 Data Hasil Karakterisasi	60
Lampiran 5 Dokumentasi	70



ABSTRAK

Fitri, N.L. 2020. **Perbandingan Metode Refluks, Penggerusan, Pengadukan dan Sonikasi pada Sintesis Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Toluidina**. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc; Pembimbing II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A

Kata kunci: Basa Schiff, *o*-vanilin, *p*-toluidina, refluks, penggerusan, pengadukan, sonikasi

Senyawa basa Schiff merupakan suatu produk kondensasi dari amina primer dan karbonil. Metode sintesis basa Schiff telah banyak dilakukan modifikasi yang meliputi perubahan pelarut dan perubahan teknik. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui hasil karakterisasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol yang disintesis dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina serta mengetahui rendemen yang dihasilkan dari metode refluks, pengadukan, sonikasi dan penggerusan. Basa Schiff disintesis dengan metode refluks dengan pelarut air selama 1 jam, pengadukan dalam pelarut air dengan kecepatan 450 rpm, sonikasi selama 14 menit, dan penggerusan yang dilakukan selama 20 menit. Produk hasil sintesis ditentukan rendemen dan sifat fisik yang meliputi warna, bau, titik leleh serta ditentukan sifat kimianya dengan larutan NaOH. Karakterisasi dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan KG-SM (Kromatografi Gas-Spektrometri Massa).

Hasil penelitian menunjukkan rendemen tertinggi dihasilkan dari metode penggerusan, yaitu 98,9%. Sedangkan dari metode refluks, pengadukan dan sonikasi menghasilkan rendemen berturut-turut 93,2%; 98,7%; dan 98,8%. Produk sintesis dari empat metode tersebut mempunyai sifat fisik yaitu, padatan, berwarna oranye, dan rentang titik leleh dari metode refluks; penggerusan; pengadukan; sonikasi berturut-turut 96-97°C; 94-96°C; 96-97°C; dan 95-96°C. Produk tidak larut dalam air dan larut dalam larutan NaOH. Hasil karakterisasi produk sintesis dengan keempat metode menunjukkan terbentuknya senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol. Hasil karakterisasi dengan FTIR diperoleh serapan gugus imina yang merupakan gugus khas dari senyawa basa Schiff. Karakterisasi menggunakan KG-SM pada semua produk menghasilkan satu puncak kromatogram dan ion molekuler sebesar m/z 241.

ABSTRACT

Fitri, N.L. 2020. **Comparison of Reflux, Grinding, Stirring, and Sonication Methods in the Synthesis of Schiff Bases from *o*-Vanillin and *p*-Toluidine**. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University of Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc; Supervisor II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A.

Keywords: Schiff base, *o*-vanillin, *p*-toluidine, reflux, grinding stirring, sonication

Schiff base compound is a condensation product of primary amines and carbonyl. The Schiff base synthesis method has been extensively modified including changes in solvents and techniques. The purpose of this research are to determine the results of the characterization of Schiff base 2-methoxy-6 - ((*p*-tolilimino) methyl) phenol synthesized from *o*-vanillin and *p*-toluidine and to determine the yield produced from the reflux, pengadukan, sonication and grinding methods. Schiff bases were synthesized by reflux method with water solvent for 1 hour, stirring in water solvent at 450 rpm, sonication for 14 minutes, and grinding for 20 minutes. The synthesized product is determined by its yield and physical properties including color, odor, melting point and its chemical properties are determined by NaOH solution. Characterization using FTIR (Fourier Transform Infra Red) spectrophotometer and GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry).

The results showed that the highest yield resulted from the grinding method, which was 98.9%. Meanwhile, the reflux, stirring and sonication methods yielded values of 93.2%; 98.7%; and 98.8%. The synthetic products of the four methods have physical properties including, solid, orange colored, and the melting point range of the reflux method; grinding; stirring; sonication values from 96-97°C; 94-96°C; 96-97°C; and 95-96°C. The product is insoluble in water and soluble in NaOH solution. The results of characterization of synthetic products using the four methods showed the formation of the Schiff base compound 2-methoxy-6 - ((*p*-toylimino) methyl) phenol. The results of characterization by FTIR obtained imine group absorption which is a typical group of the Schiff base compound. Characterization using GC-MS for all products resulted in one chromatogram peak and molecular ion 241.

مستخلص البحث

فطري، ن. ل. ٢٠٢٠. مقارنة بين طرق الارتجاع والتنظيف و التحريك والصوتنة في تركيب قاعدة الشيف من أورثو-فانيلين و بارا-تولويدين. أطروحة. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف ١: أحمد حنفي، الماجستير، المشرف ٢: الدكتور الحاج أحمد باريزي، الماجستير

الكلمات المفتاحية: قاعدة الشيف، أورثو-فانيلين ، بارا-تولويدين ، الارتجاع، التنظيف ، التحريك، الصوتنة

إن مركب شيف القاعدة هو منتج تكثيف للأمينات الأولية والكربونيل. تم تعديل طريقة تخليق قاعدة الشيف كثيرا يحتوي على التغييرات في المذيبات والتغيرات في التقنيات. الهدف من هذا البحث لمعرفة نتائج توصيف المركب الأساسي ٢-ميثوكسي-٦-((بارا- توليليمينو) ميثيل) فينول الذي تم تصنيعه من أورثو-فانيلين و بارا-تولويدين ومعرفة العائد الناتج عن الارتجاع والتحريك والصوتنة والتنظيف. وتم تصنيع قاعدة الشيف بطريقة الارتجاع مع مذيب الماء لمدة ساعة واحدة، مع التحريك في مذيب الماء عند ٤٥٠ دورة في الدقيقة، وصوتنة لمدة ١٤ دقيقة، والتنظيف لمدة ٢٠ دقيقة. تم تحديد المحصول والخصائص الفيزيائية للمنتجات المصنعة يتضمن اللون والرائحة ونقطة الانصهار وتحديد خواصها الكيميائية باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم. وإجراء التوصيف باستخدام مقياس الطيف الضوئي FTIR (تحويل فوريبه للأشعة تحت الحمراء) و GC-MS (مقياس الطيف الكتلي للغاز اللوني للغاز). وأظهرت النتائج أن أعلى إنتاجية نتجت عن طريقة الطحن وهي ٩٨,٩٪ في المائة. من طرق الارتجاع والتحريك والصوتنة يحصل على عائد ٩٣,٢٪ في المائة؛ ٩٨,٧٪ في المائة؛ ٩٨,٨٪ في المائة. المنتجات الاصطناعية من الطرق الأربعة لها خصائص فيزيائية، وهي الصلابة، واللون البرتقالي، ونطاق نقطة الانصهار لطريقة الارتداد؛ والتنظيف؛ والتقليب؛ والصوتنة ٩٧-٩٦ درجة مئوية على التوالي؛ ٩٦-٩٤ درجة مئوية؛ ٩٧-٩٦ درجة مئوية؛ ٩٥-٩٦ درجة مئوية. المنتج غير قابل للذوبان في الماء وقابل للذوبان في محلول هيدروكسيد الصوديوم. نتائج توصيف المنتجات التركيبية باستخدام الطرق الأربع يدل على تكوين مركب قاعدة الشيف ٢-ميثوكسي-٦-((بارا- توليليمينو) ميثيل) فينول. حصلت نتائج التوصيف بواسطة FTIR على امتصاص مجموعة إيمينا وهي مجموعة نموذجية لمركب قاعدة الشيف. أدى التوصيف باستخدام GC-MS لجميع المنتجات إلى ذروة كروماتوجرام واحد وأيون جزيئي قدره أيون جزيئي يبلغ ٢٤١.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Aldehida dan keton dapat bereaksi dengan amina primer untuk membentuk basa Schiff. Basa Schiff pertama kali ditemukan oleh ahli kimia Jerman, Hugo Schiff pada tahun 1864 (Gao, 2013). Basa Schiff merupakan senyawa yang memiliki rumus umum $R_3R_2C=NR_1$. Substitusi R_2 dan R_3 dapat berupa alkil, aril, heteroaril, hidrogen. Substituen pada N-imino ($C=N$) dapat berupa alkil, aril, heteroaril, hidrogen atau logam (Qin, *et al.*, 2013).

Basa Schiff adalah senyawa baru yang diperoleh dari proses sintesis yang memiliki peranan penting dalam berbagai bidang. Hal ini menunjukkan bahwa segala sesuatu dapat diolah melalui cara yang tepat, sehingga menghasilkan produk baru yang dapat diambil manfaatnya. Sebagaimana dalam firman Allah pada QS. Shad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا
فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ (٢٧)

”Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka” (QS. Sad (38): 27).

Tafsir *Al Jalalayn*: (Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya dengan batil) dengan main-main. (Yang demikian itu) yakni penciptaan hal tersebut tanpa hikmah (adalah anggapan orang-orang kafir)

dari penduduk Mekah (maka neraka Waillah) Wail adalah nama sebuah lembah di neraka (bagi orang-orang yang kafir karena mereka akan masuk neraka).

Ayat tersebut menjelaskan bahwa segala sesuatu yang diciptakan pasti memiliki hikmah dan manfaat, termasuk sintesis senyawa basa Schiff. Menurut Yang (2006) basa Schiff penting tidak hanya dalam dunia medis, tetapi juga dalam kimia sintesis organik. Selain itu, basa Schiff juga dilaporkan menunjukkan berbagai aktivitas biologis termasuk antibakteri, antijamur, anti kanker. Pada penelitian Cahyana dan Pratiwi (2015) menyatakan bahwa basa Schiff berperan penting secara biologis sebagai antioksidan. Adanya perkembangan sintesis basa Schiff yang memodifikasi struktur dan membentuk kompleks, memiliki banyak manfaat yaitu sebagai antimikroba, antikanker, antibakteri dan antitumor (Chasanah, *et al.*, 2015).

Sintesis basa Schiff dapat dilakukan dengan beberapa metode. Menurut Umofia *et al* (2016) sintesis basa Schiff dapat dilakukan dengan berbagai metode, mulai dari metode klasik yang digunakan oleh Hugo Schiff hingga metode yang telah dimodifikasi. Modifikasi yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti meliputi perubahan pelarut dan perubahan teknik yang digunakan. Metode sintesis basa Schiff yang telah dikembangkan saat ini, diantaranya yaitu metode refluks (Savalia, *et al.*, 2013; Buulolo, 2018; Goyat, *et al.*, 2016; Sachdeva, *et al.*, 2012), metode pengadukan menggunakan pelarut air (Rao, *et al.*, 2010; Umofia, *et al.*, 2016; Patil, *et al.*, 2012), metode sonikasi (Nagar, *et al.*, 2011; Mohammed, 2015; Thalla, *et al.*, 2012) dan metode penggerusan (Hasanah, *et al.*, 2017; Adawiyah, 2017; Bendale, *et al.*, 2011). Beberapa metode tersebut sering dikenal dengan sebutan

metode *green synthesis*. Kelebihan dari metode ini adalah ekonomis, mudah, ramah lingkungan dan efisien.

Metode sintesis basa Schiff dengan refluks merupakan sintesis basa Schiff secara konvensional, dengan mereaksikan reaktan menggunakan pelarut yang dipanaskan dengan suhu sesuai titik didih pelarutnya. Metode ini telah banyak digunakan oleh peneliti dengan menggunakan etanol sebagai pelarut. Buulolo (2018) yang mensintesis basa Schiff melalui reaksi kondensasi furfural dengan etilendiamin menggunakan metode refluks dalam pelarut etanol selama 5 jam, dihasilkan rendemen sebesar 70,55%. Selain menggunakan etanol, air dapat digunakan juga pada metode ini. Penggunaan air sebagai pelarut dapat mengurangi pencemaran yang disebabkan oleh penggunaan bahan kimia. Penelitian Sachdeva, *et al* (2012) mensintesis basa Schiff dari asam amino alanin dan 2-metoksi benzaldehida menggunakan metode refluks dengan pelarut air selama 1 jam, dihasilkan rendemen sebesar 63%. Berdasarkan beberapa penelitian tersebut, dapat diketahui bahwa adanya perbedaan pelarut dan reaktan dapat mempengaruhi rendemen yang dihasilkan. Metode ini juga memiliki beberapa kekurangan, diantaranya yaitu membutuhkan waktu reaksi yang lama dan suhu tinggi.

Sintesis basa Schiff tidak hanya dapat dilakukan dengan refluks, beberapa peneliti telah mengembangkan metode sintesis basa Schiff untuk menghasilkan rendemen yang lebih tinggi. Menurut Bhagat, *et al* (2013) bahwa sintesis basa Schiff efisien dilakukan dalam media berair. Pada penelitiannya, dilakukan sintesis basa Schiff dari *p*-kloroanilin dan salisilaldehida dengan pelarut air, dihasilkan rendemen sebesar 75%. Cahyana dan Pratiwi (2015) menyatakan bahwa penggunaan strirrer terutama didasarkan pada proses yang sederhana dan murah,

sedangkan penggunaan pelarut air didasarkan bahwa air merupakan senyawa yang digunakan sebagai sumber kehidupan, sehingga mudah diperoleh, siap pakai dan aman digunakan. Selain itu, rendemen yang dihasilkan lebih banyak. Pada penelitian Rao, *et al* (2010) yang mensintesis basa Schiff dari 1,2-diaminobenzena dan salisilaldehida menggunakan metode pengadukan dengan pelarut air, menghasilkan rendemen sebesar 95%. Umofia, *et al* (2016) melakukan sintesis basa Schiff dari *p*-toluidina dan *p*-vanilin dengan metode yang sama, yaitu pengadukan dengan pelarut air, dihasilkan rendemen sebesar 83%.

Metode sintesis basa Schiff lain yang dapat dilakukan tanpa penambahan bahan kimia adalah metode sonikasi. Sonikasi merupakan aplikasi penggunaan energi suara untuk proses pengadukan partikel pada suatu sampel dengan berbagai tujuan. Pada prosesnya, digunakan gelombang ultrasonik pada rentang frekuensi 20 KHz-10 MHz. Sonikasi dapat digunakan untuk mempercepat proses pelarutan suatu materi dengan prinsip pemecahan reaksi intermolekuler, sehingga terbentuk suatu partikel yang berukuran nano (Candani, *et al.*, 2018). Mohammed (2015) menyatakan bahwa teknik ultrasonik (sonikasi) selalu mempercepat laju reaksi, meningkatkan rendemen yang diperoleh, mempersingkat waktu reaksi dan energi yang digunakan rendah. Pada penelitiannya, dilakukan sintesis basa Schiff dari asam antranilat dan vanilin dengan penambahan perasan lemon sebagai katalis. Sonikasi dilakukan selama 10 menit, dan dihasilkan rendemen sebesar 83,71%. Penelitian Nagar, *et al* (2011) mensintesis basa Schiff dari salisilaldehida dan asam antranilat dengan metode sonikasi tanpa katalis, rendemen yang dihasilkan adalah 92%. Thalla, *et al* (2012) melakukan sintesis basa Schiff dari *nicotinohydrazide* dan

3-nitrobenzaldehida dengan metode yang sama tanpa penambahan katalis, dihasilkan rendemen sebesar 92%.

Sintesis basa Schiff juga dapat dengan penggerusan dan penambahan sedikit air sebagai pelarut. Pada penelitian Hasanah, *et al.*, (2017) mensintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidina dengan penggerusan selama 20 menit, diperoleh rendemen sebesar 96,08%. Kemudian, Adawiyah (2017) melakukan sintesis basa Schiff dari vanillin dan *p*-anisidin tanpa pelarut dan katalis dengan metode penggerusan, dihasilkan rendemen sebesar 94,86% dengan lama penggerusan 20 menit. Penelitian lain yang menunjukkan sintesis basa Schiff dengan metode penggerusan adalah penelitian Sachdeva, *et al* (2012) yang mensintesis basa Schiff dari asam amino alanin dan 3,4-dimetoksi benzaldehida, dengan hasil rendemen sebesar 78%.

Berdasarkan keempat metode tersebut, dihasilkan rendemen yang berbeda-beda, dan terdapat beberapa kekurangan serta kelebihan. Sehingga pada penelitian ini akan dilakukan perbandingan metode sintesis basa Schiff dari *p*-toluidina dan *o*-vanilin untuk mengetahui metode yang sesuai dengan rendemen yang terbaik. Penggunaan *o*-vanilin sebagai reaktan sintesis basa Schiff memiliki beberapa kelebihan, salah satunya yaitu dapat membentuk senyawa kompleks yang stabil (Yernale, *et al.*, 2015). Hal ini dapat terjadi karena basa Schiff yang dihasilkan dari *o*-vanilin, memiliki gugus -OH yang dekat dengan gugus *azomethine*. Menurut Malik, *et al* (2018) ligan basa Schiff dikenal sebagai agen pengkelat yang baik sebagai ligan bidentat, tridentat atau polidentat, ketika gugus -OH/ -SH berada dekat dengan gugus *azomethine*, menghasilkan pembentukan lima atau enam cincin kompleks. Metode yang dibandingkan pada penelitian ini adalah metode refluks,

pengadukan, sonikasi dan penggerusan. Pada penelitian ini, digunakan pelarut air serta tanpa penambahan katalis untuk semua metode. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan KG-SM (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*) dan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*). Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui keberhasilan penelitian ini. Dengan adanya penelitian ini, diharapkan dapat memberikan informasi untuk penelitian selanjutnya agar dapat menggunakan metode yang terbaik untuk sintesis basa Schiff.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil karakterisasi sifat fisiko-kimia basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan variasi metode sintesis?
2. Bagaimana hasil karakterisasi struktur basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan variasi metode sintesis?
3. Berapa rendemen basa Schiff yang dihasilkan dari variasi metode sintesis?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui hasil karakterisasi sifat fisiko-kimia basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan variasi metode sintesis.
2. Untuk mengetahui hasil karakterisasi struktur basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan variasi metode sintesis.
3. Untuk mengetahui rendemen basa Schiff yang dihasilkan dari variasi metode sintesis.

1.4 Batasan Masalah

1. Metode sintesis yang digunakan yaitu refluks, penggerusan, pengadukan dan sonikasi.
2. Refluks dilakukan selama 1 jam dengan pelarut air.
3. Pengadukan menggunakan *stirrer* dengan kecepatan 450 rpm dengan pelarut air selama 20 menit.
4. Sonikasi dilakukan selama 14 menit menggunakan *Vibra Cell Sonicator* dengan frekuensi 20 kHz.
5. Penggerusan dilakukan selama 20 menit.
6. Karakterisasi senyawa hasil menggunakan spektrofotometer FTIR dan KG-SM

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat untuk penelitian selanjutnya, dengan memberikan informasi metode sintesis basa Schiff yang menghasilkan rendemen paling tinggi.

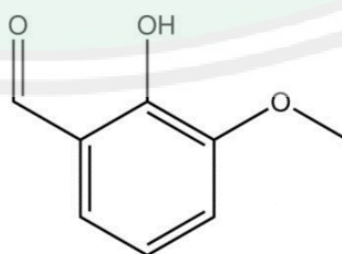
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *o*-Vanilin

o-Vanilin adalah padatan organik berserat berwarna kuning muda dengan gugus fungsi aldehida, fenolik dan eter. Senyawa ini ditemukan dalam minyak esensial dari banyak tanaman dan memiliki sifat antijamur dan antibakteri (Shahid, *et al.*, 2018). *o*-Vanilin dan vanilin merupakan isomer posisi. Pada *o*-vanilin, terdapat ikatan hidrogen intramolekul gugus OH dengan gugus aldehida, sedangkan pada vanilin tidak terdapat ikatan hidrogen intramolekul (Barik, *et al.*, 2004).

o-Vanilin atau 2-hidroksi-3-metoksibenzaldehida dengan rumus molekul $C_8H_8O_3$ memiliki berat molekul 152,150 gram/mol dan densitas 1,2143 gram/cm³. Titik lelehnya adalah 317,65 K (44,5⁰C) dan memiliki titik didih sebesar 538,65 K (265,5⁰C) (Yaws, 2015). Senyawa ini dapat larut dalam etanol, eter dan hidrokarbon ringan (Stephenson and Malanowski, 1987). Struktur *o*-vanilin ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Shin and Muller, 2012):

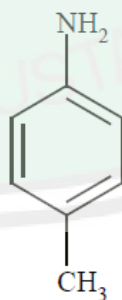


Gambar 2.1 Struktur *o*-vanilin

o-Vanilin memiliki kemampuan untuk mengikat ion logam transisi melalui fenolik, atom oksigen pada gugus aldehida dan metoksi. Relativitas atom donor yang kuat pada *o*-vanilin menyebabkannya dapat berkoordinasi dengan ion lantanida (Kirpik, *et al.*, 2018).

2.2 *p*-Toluidina

p-Toluidina merupakan padatan berwarna putih berkilau dengan aroma yang khas. Kegunaan utamanya adalah sebagai pewarna; reagen dalam sintesis organik; reagen untuk lignin, nitrit, dan floroglusinol; dan digunakan untuk persiapan resin penukar ion (Kaiser, 2014). *p*-Toluidin atau *p*-amino metilbenzena memiliki berat molekul 107, 150 g/mol dan densitas 0,9619 g/ml. Sedangkan titik leleh dan titik didihnya adalah 43,7°C dan 200,55°C. *p*-Toluidina dapat larut dalam aseton, benzene, eter, n-heptana, etanol dan air (Pepinsky, 1995). Rumus empiris untuk *p*-toluidina adalah C₇H₉N, dan struktur molekul *p*-toluidina ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Kaiser, 2014):



Gambar 2.2 Struktur *p*-toluidina

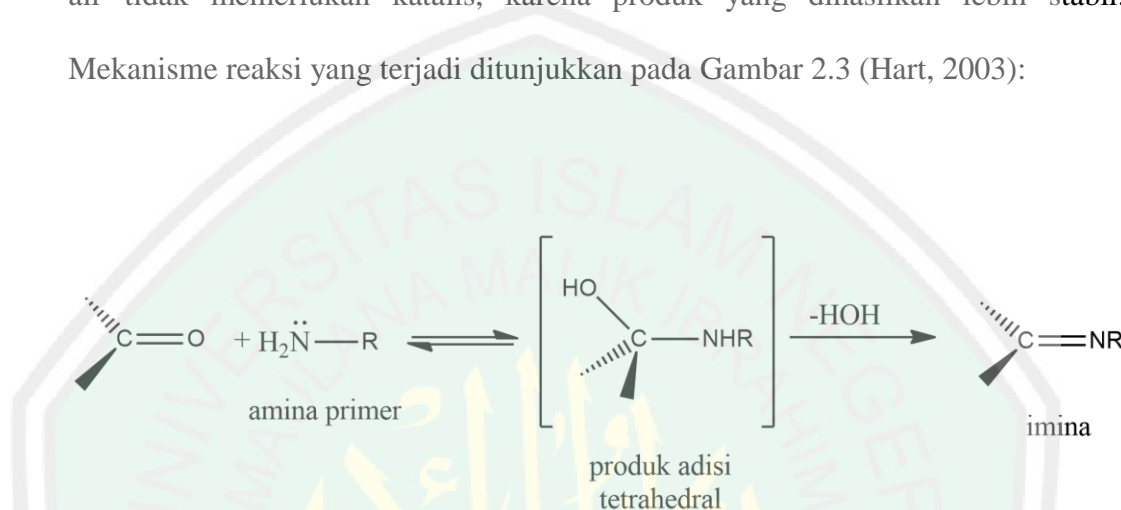
2.3 Reaksi Pembentukan Basa Schiff

Senyawa basa Schiff merupakan suatu produk kondensasi dari amina primer dan karbonil yang pertama kali ditemukan oleh Hugo Schiff pada tahun 1864. Struktur umum dari basa Schiff adalah kelompok azometin dengan rumus umum $RHC=N-R^1$, di mana R dan R^1 adalah alkil, aril, siklo alkil atau kelompok heterosiklik. Senyawa ini juga dikenal sebagai anil, imina atau azometin (Abirami dan Nadaraj, 2014).

Umumnya, dalam reaksi kondensasi, aldehida bereaksi lebih cepat daripada keton yang dapat menghasilkan basa Schiff. Hal ini terjadi karena pusat reaksi pada keton lebih sterik daripada aldehida. Selain itu, adanya atom karbon tambahan pada keton berpengaruh terhadap densitas elektron ke atom karbon karbonil, sehingga menyebabkan keton kurang elektrofilik daripada aldehida (Hossain, *et al.*, 2017). Senyawa basa Schiff dari aldehida alifatik relatif tidak stabil dan berpolimerisasi. Jika digunakan aldehida dan amina primer aromatik, maka senyawa basa Schiff yang terbentuk lebih stabil karena memiliki sistem konjugasi yang panjang (Hassan, 2014).

Metode yang paling umum digunakan untuk sintesis basa Schiff adalah reaksi yang pertama kali ditemukan oleh Hugo Schiff. Pada dasarnya, metode ini terdiri dari reaksi aldehida atau keton dengan amina primer dan penghilangan satu molekul air. Reaksi ini dapat dipercepat oleh katalis asam dan umumnya dilakukan dengan merefluks campuran sanyawa karbonil dan amina dalam alat destilasi untuk menghilangkan air. Penghilangan air ini penting untuk membuat reaksi reversibel amina menjadi imina (Qin, *et al.*, 2013).

Basa Schiff juga dapat disintesis tanpa penambahan katalis asam. Perbedaannya dengan reaksi sintesis basa Schiff dengan katalis asam terletak pada pelepasan molekul air pada karbinolamin, sehingga terbentuk produk dengan ikatan rangkap karbon-nitrogen untuk mencapai kestabilannya. Proses pelepasan molekul air tidak memerlukan katalis, karena produk yang dihasilkan lebih stabil. Mekanisme reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Hart, 2003):



Gambar 2.3 Mekanisme reaksi sintesis basa Schiff tanpa katalis asam

2.4 Metode Sintesis Basa Schiff

Berbagai metode dan teknik telah dikembangkan untuk sintesis basa Schiff. Metode yang digunakan berbeda atau telah dimodifikasi dari metode klasik yang digunakan oleh Hugo Schiff. Modifikasi yang pernah dilakukan dalam sintesis basa Schiff dari amina primer dan senyawa karbonil meliputi perubahan pelarut dan perubahan teknik. Berbagai pelarut yang pernah digunakan dalam sintesis basa Schiff, diantaranya yaitu benzene, dimetilformamida, diklorometana, dan metanol. Sedangkan teknik yang digunakan untuk sintesis basa Schiff adalah radiasi UV, microwave, metode bebas pelarut, sonikasi, refluks dan pengadukan pada suhu ruang (Umofia, *et al.*, 2016).

Secara konvensional, basa Schiff dapat disintesis dengan refluks dalam pelarut organik, misalnya etanol atau metanol. Selain itu, perlu diperhatikan keseimbangan reaksi dengan menghilangkan molekul air yang dapat dilakukan dengan destilasi azeotropik atau dengan zat pengering yang sesuai (Rao, *et al.*, 2010). Pelarut berbeda dapat digunakan untuk sintesis basa Schiff dengan kondisi reaksi yang berbeda pula. Adanya perubahan ini mengarah pada sintesis basa Schiff yang ramah lingkungan dengan hasil yang baik (Savalia, *et al.*, 2013).

Sintesis yang ramah lingkungan disebut juga dengan istilah *Green chemistry*. Istilah tersebut diciptakan hampir sepuluh tahun lalu oleh Badan Perlindungan Lingkungan Amerika Serikat dan didefinisikan sebagai pemanfaatan seperangkat prinsip yang mengurangi atau menghilangkan penggunaan zat berbahaya dalam metode, pembuatan dan penerapan produk kimia (Clark, 2002). *Green chemistry* memiliki 12 prinsip sebagai pendekatan fundamental untuk mencapai kemajuan dalam penelitian yang ramah lingkungan. Berikut prinsip-prinsip *Green chemistry* (Anastas, *et al.*, 2000):

- 1) Pencegahan, artinya lebih baik mencegah limbah yang terbentuk daripada menanganinya.
- 2) Penghematan atom, artinya metode sintesis sebaiknya didesain untuk memaksimalkan penggabungan seluruh senyawa yang digunakan dalam proses reaksi untuk menghasilkan produk akhir.
- 3) 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 lingkungan.

- 4) Pembuatan senyawa kimia yang lebih aman, artinya produk kimia sebaiknya didesain untuk meningkatkan fungsi mengurangi toksisitas.
- 5) Pelarut dan senyawa tambahan yang lebih aman.
- 6) Didesain untuk efisiensi energi, artinya energi yang diperlukan untuk proses kimia sebaiknya diminimalkan. Metode sintesis sebaiknya dibawah kondisi tekanan dan temperature kamar.
- 7) Penggunaan sumber daya dapat diperbarui, artinya bahan dasar dari sumber sebaiknya dapat diperbarui agar teknik dan proses lebih ekonomis.
- 8) Derivatisasi yang tidak perlu sebaiknya diminimalkan atau dihindari jika memungkinkan, karena membutuhkan banyak reagen tambahan (pemborosan).
- 9) Reagen katalis merupakan reagen stoikiometri.
- 10) Didesain untuk dapat terdegradasi, artinya produk kimia yang dihasilkan sebaiknya didesain sebaik mungkin, sehingga tidak berbahaya bagi lingkungan dan mudah terdegradasi.
- 11) Metode analisis perlu dikembangkan lebih lanjut untuk memberikan waktu yang tepat dalam pengamatan dan pengaturan proses, sehingga produk samping yang toksik dapat dihindari.
- 12) Senyawa yang digunakan dalam proses kimia sebaiknya dipilih untuk meminimalkan resiko kecelakaan, seperti senyawa yang mudah terbakar dan meledak.

2.4.1 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Penggerusan

Reaksi sintesis dengan penggerusan terjadi melalui pembangkitan panas lokal oleh penggerusan reaktan dengan mortar dan alu. Pada proses penggerusan ini

transfer energi melalui gesekan (Vibhute, *et al.*, 2009). Menurut Sachdeva, *et al* (2012) banyak reaksi eksotermis dapat menghasilkan rendemen tinggi dengan hanya penggerusan padatan secara bersamaan menggunakan mortar dan alu. Metode ini merupakan salah satu teknik *Green chemistry*, dalam penggunaannya lebih sedikit produk limbah yang dihasilkan. Selain itu, reaksi ini sangat sederhana, mudah dilakukan, dapat mengurangi limbah, relatif lebih murah dan dapat dianggap sebagai prosedur yang lebih ekonomis dan menguntungkan secara ekologis dalam kimia.

Pada metode penggerusan ini, reaksi lebih efisien dalam keadaan padatan daripada larutan (Sachdeva, *et al.*, 2012). Seperti yang dilakukan oleh Adawiyah (2017) mensintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin yang merupakan padatan. Pada proses penggerusannya tidak menggunakan pelarut. Rendemen yang dihasilkan sebesar 94,86%. Pada penelitian lain yang dilakukan oleh Hasanah, *et al* (2017) mensintesis vanilin dan *p*-toluidina tanpa pelarut dengan variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit. Rendemen tertinggi diperoleh pada waktu penggerusan 20 menit, yaitu 96,08%. Dengan demikian, lamanya penggerusan dapat mempengaruhi hasil sintesis basa Schiff.

2.4.2 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Pengadukan

Senyawa basa Schiff telah disintesis menggunakan berbagai metode dan pelarut. Salah satu metode yang menguntungkan adalah metode pengadukan, karena hanya membutuhkan energi dan waktu yang minimal. Metode ini dilakukan dengan mengaduk reaktan dalam air pada suhu ruang (Umofia, *et al.*, 2016). Menurut Rao, *et al* (2010) metode pengadukan ini lebih efisien dan produk yang

dihasilkan cukup tinggi. Pada penelitiannya yang mensintesis basa Schiff dari *p*-klorobenzaldehida dan *o*-fenilendiamina tanpa penggunaan katalis asam, diperoleh rendemen 97%. Selain itu, metode ini menerapkan prinsip *Green chemistry* yaitu prosedur kerja yang dilakukan sederhana, dengan penyaringan sederhana untuk mendapatkan produk, karena produk yang dihasilkan tidak larut dalam air, dan diperoleh produk dengan tingkat kemurnian yang tinggi, sehingga tidak perlu dilakukan pemurnian lebih lanjut.

Penggunaan air sebagai media reaksi memberikan beberapa keuntungan, diantaranya yaitu, murah, tidak mudah terbakar, tidak beracun, sifat fisik dan kimianya yang unik sering meningkatkan reaktivitas atau selektivitas, mengurangi atau menghilangkan pemakaian zat pengering (Bhagat, *et al.*, 2012). Selain itu, pelarut air juga dapat mempercepat reaksi. Hal ini disebabkan oleh beberapa faktor, yaitu adanya efek hidrofobik, ikatan hidrogen yang meningkat dalam keadaan transisi dan densitas air yang tinggi (Rao, *et al.*, 2010).

2.4.3 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Sonikasi

Sonikasi merupakan aplikasi penggunaan energi suara untuk proses pengadukan partikel pada suatu sampel dengan tujuan bermacam-macam. Sonikasi berarti pemberian perlakuan ultrasonik suatu bahan pada kondisi tertentu, sehingga menyebabkan bahan tersebut mengalami reaksi kimia sebagai akibat perlakuan yang diberikan. Prosesnya dengan menggunakan gelombang ultrasonik pada rentang frekuensi 20 KHz-10 MHz (Candani, *et al.*, 2018).

Terdapat beberapa metode yang memiliki keterbatasan yang berkaitan dengan pencemaran lingkungan, efektivitas biaya, hasil rendemen produk. Teknik

ultrasonik dapat mempercepat laju reaksi, meningkatkan hasil, mempersingkat waktu reaksi dan menggunakan input energi yang rendah. Mekanisme yang terlibat dalam reaksi ultrasonik adalah kavitasi (Mohammed, 2015). Kavitasi merupakan fenomena terjadinya pembentukan, pertumbuhan dan hancurnya gelembung mikro dalam cairan. Proses pembentukan gelembung kavitasi dimulai dengan gelombang ultrasonik yang ditransmisikan melewati medium dengan menginduksikan gelombang suara ke dalam medium sehingga molekul akan bergetar. Adanya getaran ini, menyebabkan struktur dari molekul akan meregang dan terkompresi. Selain itu, jarak antar molekul juga berubah akibat adanya getaran molekul pada posisi awal. Jika intensitas gelombang ultrasonik di dalam air terus ditingkatkan, maka akan dicapai kondisi maksimum, yaitu kondisi dimana gaya intramolekul tidak dapat menahan struktur molekul seperti keadaan awalnya. Sehingga, terbentuklah lubang yang disebut dengan gelembung kavitasi yang menyebabkan molekul itu akan pecah (Nurfitriyana, 2012).

Kecepatan dan penyerapan gelombang ultrasonik akan berbeda dalam medium perambatan yang berbeda. Kecepatan perambatan gelombang ultrasonik bergantung pada modulus elastisitas dan densitas medium yang digunakan (Candani, *et al.*, 2018). Thalla, *et al* (2012) mensintesis basa Schiff dari nikotinohidrazid dan *m*-nitro benzaldehida dengan metode sonikasi, menggunakan air sebagai medium. Proses sintesis ini dilakukan selama 14 menit dan diperoleh rendemen yang cukup tinggi, yaitu 92%.

2.5 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff

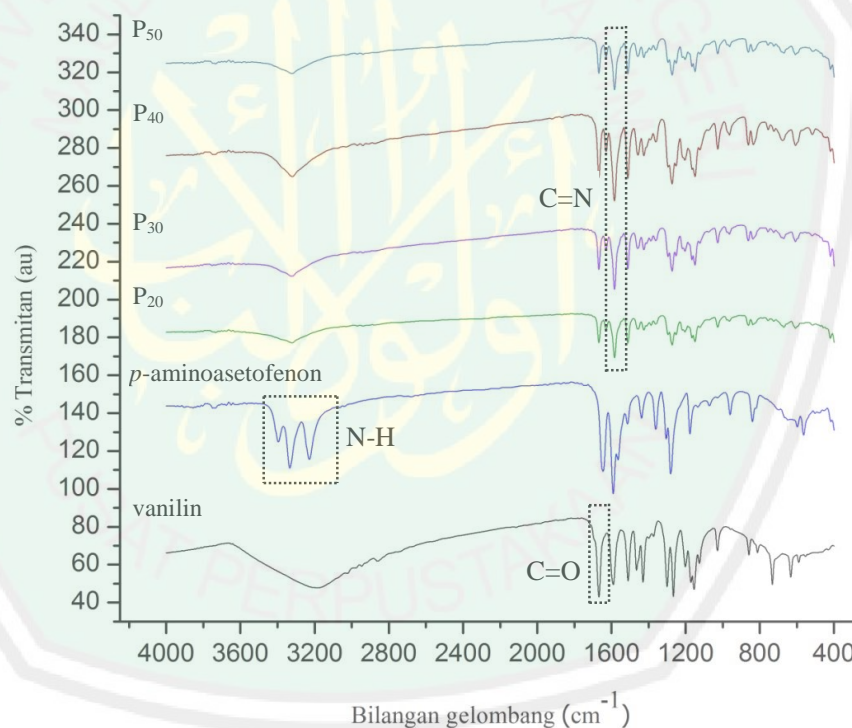
2.5.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer inframerah didasarkan pada fenomena terabsorpsinya radiasi elektromagnetik inframerah oleh vibrasi molekul (Setiabudi, *et al*, 2012). Hampir setiap senyawa yang memiliki ikatan kovalen, akan menyerap berbagai frekuensi radiasi elektromagnetik dalam daerah spektrum inframerah (Sastrohamidjojo, 2018). Terdapat dua jenis instrumen spektrofotometer IR, yaitu spektrofotometer IR dispersif yang menggunakan monokromator berupa prisma dan spektrofotometer IR Fourier Transform (FTIR) yang menggunakan interferogram (Sudjadi dan Rohman, 2018).

Analisis FTIR dilakukan menggunakan metode pelet KBr pada bilangan gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$, karena semua serapan vibrasi gugus fungsi berada pada daerah tersebut (Gandjar dan Rohman, 2007). Menurut Cinarli, *et al* (2011) karakterisasi senyawa basa Schiff dapat dilakukan dengan spektroskopi FTIR. Pada penelitiannya, mensintesis basa Schiff dari 4-kloro-2-aninofenol dan variasi substituen benzaldehida, diperoleh spektra IR dari basa Schiff yang menunjukkan pita penyerapan dengan intensitas yang sedang hingga kuat pada bilangan gelombang $1615-1650 \text{ cm}^{-1}$ untuk serapan C=N. Adanya cincin aromatik ditunjukkan pada bilangan gelombang $1500-1400 \text{ cm}^{-1}$, $1100-1050 \text{ cm}^{-1}$ dan $900-700 \text{ cm}^{-1}$. Tidak adanya serapan C=O dan amina primer ($-\text{NH}_2$) menunjukkan produk sintesis basa Schiff telah terbentuk.

Karakterisasi FTIR pada penelitian yang dilakukan oleh Hasanah, *et al* (2017), mensintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidina dengan variasi waktu penggerusan, diperoleh tiga produk sintesis. Masing-masing produk dikarakterisasi

menggunakan FTIR, dihasilkan serapan C=N pada 1585.532-1590.203 cm^{-1} . Pada produk ini tidak ada serapan C=O dari vanilin pada bilangan gelombang 1665,841 cm^{-1} dan serapan -NH_2 dari *p*-toluidina pada 3470 dan 3388 cm^{-1} . Pada penelitian Sutanti (2019) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon, diperoleh serapan C=N pada bilangan gelombang 1583 cm^{-1} . Serapan lain yang muncul adalah serapan gugus C-H aromatik pada bilangan gelombang 3009 cm^{-1} dan didukung dengan serapan C=C pada bilangan gelombang 1628 cm^{-1} . Spektra FTIR senyawa produk sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon ditunjukkan Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Spektra FTIR senyawa hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon dengan variasi waktu penggerusan 20, 30, 40, 50 (Sutanti, 2019)

2.5.2 Karakterisasi Menggunakan KG-SM

Kromatografi gas (KG) merupakan salah satu metode pemisahan yang didasarkan pada distribusi komponen-komponen senyawa dalam campurannya terhadap fasa diam di dalam kolom (Leba, 2017). Metode kromatografi gas dapat digabungkan dengan spektroskopi massa (KG-SM), secara prinsip akan terjadi proses pemisahan oleh kromatografi gas terlebih dahulu yang dilanjutkan proses identifikasi oleh spektroskopi massa (Rollando, 2019).

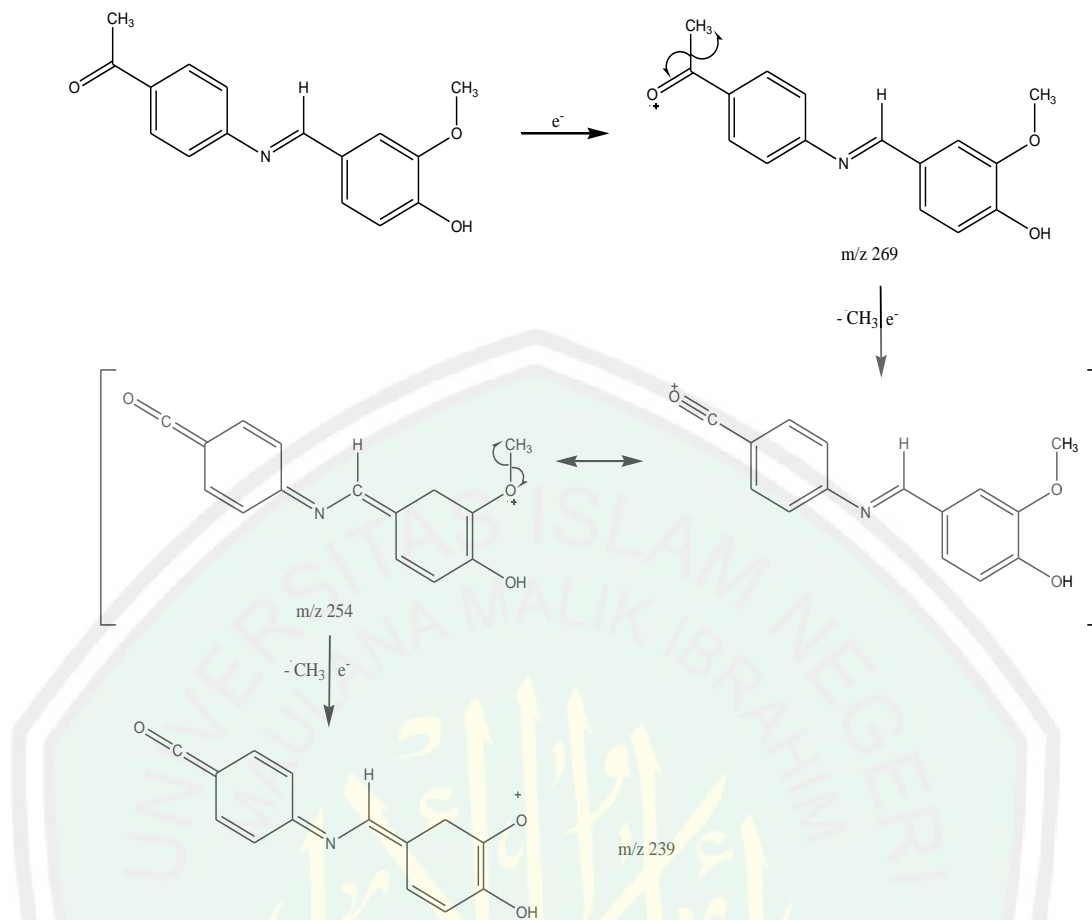
Kromatografi gas dapat digunakan untuk analisis secara kualitatif maupun kuantitatif. Secara kualitatif, menunjukkan jumlah komponen yang terdapat pada sampel dan perkiraan titik didih senyawa. Secara kuantitatif, menunjukkan kadar senyawa dalam sampel (Day, 1999). Kadar suatu senyawa dalam sampel dapat diketahui dengan membandingkan antara luas senyawa dengan jumlah luas sampel, kadar senyawa dapat dihitung berdasarkan persamaan 2.1 (Gandjar dan Rohman, 2012):

$$\text{Persen (\%)} \text{ komponen} = \frac{\text{luas komponen}}{\text{jumlah luas semua sampel}} \times 100\% \dots\dots\dots (2.1)$$

Maila (2016) mensintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidina. Senyawa hasil, diidentifikasi menggunakan KG-SM dan menunjukkan adanya tiga puncak pada kromatogram. Puncak yang muncul pertama kali adalah *p*-toluidina dengan *rt* 4,56 menit dan luas area 0,43 %, kemudian senyawa vanilin dengan *rt* 15,053 menit dan persentase luas area 0,23 %, dan yang terakhir muncul adalah produk basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidina dengan *rt* 25,294 menit dan persentase luas area puncak 99,34%.

Identifikasi dengan KG-SM juga dapat memberikan informasi berat molekul dan jumlah ion fragmen yang jelas sebagai data analisis struktur (Lestari, 2019). Spektra massa menunjukkan grafik perbandingan massa fragmen (m/z). Setiap puncak dalam spektra menyatakan suatu fragmen molekul. Intensitas puncak sebanding dengan kelimpahan relatif fragmen-fragmen, yang tergantung pada stabilitas relatifnya (Fessenden and Fessenden, 1994; Supratman, 2010). Pada penelitian Hasanah, *et al* (2017) yang mensintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidina, menghasilkan ion molekuler dengan m/z 241 yang diduga senyawa target, karena sama dengan berat molekul senyawa target dan *base peak* pada m/z 240.

Penelitian lain yang dilakukan Sutanti (2019) mensintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon. Produk sintesis dikarakterisasi dengan KG-SM, diperoleh tiga puncak pada kromatogram yang menunjukkan pada produk tersebut terdapat tiga komponen. Ketiga komponen tersebut diduga senyawa vanilin dengan nilai m/z dari ion molekulernya 152,8; *p*-aminoasetofenon dengan nilai m/z dari ion molekulernya 134,8; dan senyawa target 1-{4[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}etanon dengan nilai m/z dari ion molekulernya 269,8 dan *base peak* muncul pada m/z 254,0 yang merupakan fragmen dengan kelimpahan paling tinggi atau memiliki kestabilan tinggi, karena strukturnya dapat beresonansi. Pola fragmentasi senyawa target ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 1-[4[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil]etanon (Sutanti, 2019)

2.6 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menurut Prespektif Islam

Melalui penelitian di bidang sintesis, dapat ditemukan berbagai senyawa baru. Senyawa basa Schiff dapat disintesis dari beberapa bahan, pada penelitian ini digunakan *o*-vanilin yang direaksikan dengan *p*-toluidina melalui metode refluks, penggerusan, pengadukan dan sonikasi. Pada proses sintesis ini, akan terjadi reaksi antar molekul bahan yang digunakan. Molekul merupakan kumpulan dari beberapa atom. Dalam Al-Qur'an, atom ini disebut dengan *zarrah* yang merupakan sesuatu yang sangat kecil. Terdapat 6 ayat yang menyebutkan kata *zarrah* dalam Al-Qur'an, diantaranya yaitu Q.S. Yunus ayat 61.

وَمَا تَكُونُ فِي شَأْنٍ وَمَا تَتْلُوا مِنْهُ مِنْ قُرْءَانٍ وَلَا تَعْمَلُونَ مِنْ عَمَلٍ إِلَّا كُنَّا عَلَيْكُمْ شُهُودًا إِذْ تُفِيضُونَ فِيهِ ۚ وَمَا يَعْزُبُ عَنْ رَبِّكَ مِنْ مِثْقَالِ ذَرَّةٍ فِي الْأَرْضِ وَلَا فِي السَّمَاءِ وَلَا أَصْغَرَ مِنْ ذَلِكَ وَلَا أَكْبَرَ إِلَّا فِي كِتَابٍ مُبِينٍ
(٦١)

“Kamu tidak berada daam suatu Keadaan dan tidak membaca suatu ayat dari Al-Qur’an dan kamu tidak mengerjakan suatu pekerjaan, melainkan Kami menjadi saksi atasmu di waktu kamu melakukannya, tidak luput dari pengetahuan Tuhanmu biarpun sebesar Zarrah (atom) di bumi ataupun di langit, tidak ada yang lebih kecil dan tidak (pula) yang lebih besar dari itu, melainkan (semua tercatat) dalam kitab yang nyata (Lauhul Mahfuz).” (Q.S. Yunus (10): 61)

M. Quraish Shihab dalam *Tafsir al-Mishbah* menyatakan bahwa lafaz *Zarrah* digunakan Al-Qur’an untuk menunjuk sesuatu yang sangat kecil. Lafaz tersebut dipahami oleh masyarakat jahiliah sebagai kepala semut atau debu yang terlihat beterbangan di bawah sorotan cahaya matahari atau telur semut. Saat ini, lafaz tersebut dapat memiliki arti atom (Shihab, 2002). Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, atom-atom reaktan akan bereaksi untuk menghasilkan produk. Adanya reaksi kimia ini telah dijelaskan dalam Al-Qur’an surah Thaha ayat 66:

قَالَ بَلْ أَلْفُوا ۖ فَإِذَا حِبَالُهُمْ وَعِصِيُّهُمْ يُخَيَّلُ إِلَيْهِ مِنْ سِحْرِهِمْ أَنَّهَا تَسْعَى
(٦٦)

”Dia (Musa) berkata, ‘Silahkan kamu melemparkan’ Maka tiba-tiba tali-tali dan tongkat-tongkat mereka terbayang kepada Musa seakan-akan ia merayap cepat, lantaran sihir mereka.” (Q.S. Thaha (20): 66)

Ayat di atas menjelaskan tentang Nabi Musa dan tukang sihir Fir’aun. Kebanyakan orang menganggap peristiwa tersebut merupakan rekayasa ilmu sihir. Tetapi, dalam *Tafsir Al-Maraghi* menunjukkan bahwa peristiwa tersebut bukan

ilmu sihir, namun telah terjadi reaksi kimia. Reaksi kimia yang dimaksud adalah reaksi antara raksa dengan tongkat dan tali tukang sihir Fir'aun (Arofah, *et al.*, 2018). Dengan demikian, ayat tersebut menunjukkan bahwa reaksi kimia telah dipelajari sejak dahulu. Sekarang, reaksi kimia dapat dikembangkan untuk menemukan suatu hal yang baru. Melalui proses sintesis ini, dapat ditemukan senyawa baru yang memiliki berbagai manfaat bagi manusia.

Suatu produk penelitian yang saat ini banyak dibutuhkan adalah senyawa yang dapat dimanfaatkan dalam bidang kesehatan, salah satu contohnya yaitu senyawa basa Schiff. Adanya perkembangan metode sintesis basa Schiff yang memodifikasi struktur dengan menggunakan *o*-vanilin dan *p*-toluidina sebagai reaktan, dapat membentuk senyawa kompleks yang stabil. Basa Schiff yang membentuk senyawa kompleks memiliki banyak manfaat, yaitu sebagai antimikroba, antikanker, antibakteri dan antitumor (Yernale, *et al.*, 2015; Chasanah, *et al.*, 2015). Sehingga, senyawa basa Schiff ini dapat dimanfaatkan sebagai obat.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September-Oktober 2020 di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi produk dengan KG-SM dilakukan di Universitas Gadjah Mada (UGM) Yogyakarta.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, bola hisap, mortar dan alu, rak tabung reaksi, botol semprot, neraca analitik, desikator, rotary evaporator, cawan penguap, termometer, oven, *stirrer*, pipa kapiler, seperangkat alat refluks, seperangkat alat sonikasi, *Melting Point Apparatus* STUART tipe SMP 11, FTIR VARIAN tipe FT 1000, GC-MS QP-2010S/Shimadzu.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *o*-vanilin *p.a.*, *p*-toluidina *p.a.*, akuades, metanol *p.a.*, kloroform *p.a.*, NaOH 2M, aluminium foil.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini memiliki beberapa tahapan, yakni sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan beberapa metode, yaitu refluks menggunakan pelarut air, pengadukan menggunakan pelarut air, sonikasi, dan penggerusan dalam media air, uji titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA), dan karakterisasi produk dengan instrumen spektrofotometer FTIR dan KG-SM. Analisis dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif meliputi identifikasi dan karakterisasi produk yang dihasilkan, sedangkan analisis kuantitatif meliputi % rendemen produk yang dihasilkan pada variasi metode sintesis.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan metode refluks menggunakan pelarut air.
2. Sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan metode penggerusan dalam media air.
3. Sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan metode pengadukan menggunakan pelarut air.
4. Sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidin dengan metode sonikasi dengan pelarut air.
5. Uji titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA).
6. Uji sifat kimia dengan larutan NaOH.
7. Karakterisasi produk menggunakan spektrofotometer FTIR dan KG-SM.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Refluks (Sachdeva, *et al.*, 2012)

o-Vanilin sebanyak 1,5369 g (0,01 mol), *p*-toluidina sebanyak 1,0824 g (0,01 mol) dan air sebanyak 10 ml dicampur dalam labu alas bulat dan direfluks selama 1 jam di atas *waterbath*. Selanjutnya, hasil campuran didinginkan. Produk yang dihasilkan disaring untuk memisahkannya dari pelarut. Kemudian dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan.

3.5.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Penggerusan (Sutanti, 2019)

o-Vanilin sebanyak 1,5369 g (0,01 mol) dan *p*-toluidina sebanyak 1,0824 g (0,01 mol) dimasukkan dalam mortar. Kemudian campuran tersebut ditambahkan 0,5 ml akuades. Campuran tersebut digerus pada suhu ruang selama 20 menit. Produk yang dihasilkan dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan.

3.5.3 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Pengadukan (Umofia, *et al.*, 2016)

o-Vanilin sebanyak 1,5369 g (0,01 mol) dan *p*-toluidina sebanyak 1,0824 g (0,01 mol) dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang berisi 20 ml akuades. Kemudian dilakukan pengadukan menggunakan *stirrer* pada suhu ruang selama 20 menit. Endapan yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan.

3.5.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Sonikasi (Mohammed, 2015)

o-Vanilin sebanyak 1,5369 g (0,01 mol), *p*-toluidina sebanyak 1,0824 g (0,01 mol) dan 15 ml air dimasukkan ke dalam *beaker glass* 50 ml dan dikenakan radiasi ultrasonik menggunakan *Vibra Cell Sonicator* selama 14 menit, dengan 5 detik on dan 5 detik off. Produk yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan.

3.5.5 Uji Titik Leleh Menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA)

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

3.5.6 Uji Sifat Kimia dengan Larutan NaOH

Produk hasil sintesis masing-masing sebanyak 0,005 gram dimasukkan ke dalam 8 tabung reaksi yang berbeda. Ditambahkan 10 ml akuades pada 4 tabung reaksi. Ditambahkan NaOH 2M 10 ml pada 4 tabung reaksi lainnya. Dikocok masing-masing campuran dalam setiap tabung. Kemudian diamati perubahan yang terjadi.

3.5.7 Karakterisasi Produk dengan Spektrofotometer FTIR

Identifikasi gugus fungsi senyawa produk dilakukan dengan spektrofotometer FTIR Varian tipe FT 1000. Produk hasil sintesis dicampur dengan KBr dengan perbandingan produk hasil sintesis:KBr (2:98) lalu digerus dengan *mortar agate*. Kemudian campuran dibentuk pelet, lalu diletakkan pada *cell holder* dalam instrument FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

3.5.8 Karakterisasi Produk dengan KG-SM

Sebanyak 1 μL senyawa basa Schiff hasil sintesis yang telah dilarutkan dalam kloroform dengan konsentrasi 30.000 ppm diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam tempat sampel GC-MS-QP2010S SHIMADZU dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: Rtx 5
Panjang kolom	: 30 meter
Oven	: Terprogram 70°C (5 menit) → 300°C (19 menit)
Temperatur injector	: 300°C
Tekanan gas	: 13,7 kPa
Gas pembawa	: Helium
Kecepatan aliran gas	: 1 mL/menit

3.5.9 Analisis Data

Keberhasilan sintesis dilihat dari karakter produk sintesis, dimana produk hasil sintesis tidak larut dalam air dan larut sempurna dalam NaOH 2M.

Karakterisasi dengan FTIR menghasilkan serapan khas C=N yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang sekitar 1500-1600 cm^{-1} . Karakterisasi dengan KG-SM, dugaan komponen dalam produk sintesis diketahui berdasarkan pola fragmentasi dan berat molekul pada spektra massa. Senyawa target memiliki ion molekuler dengan m/z 241.

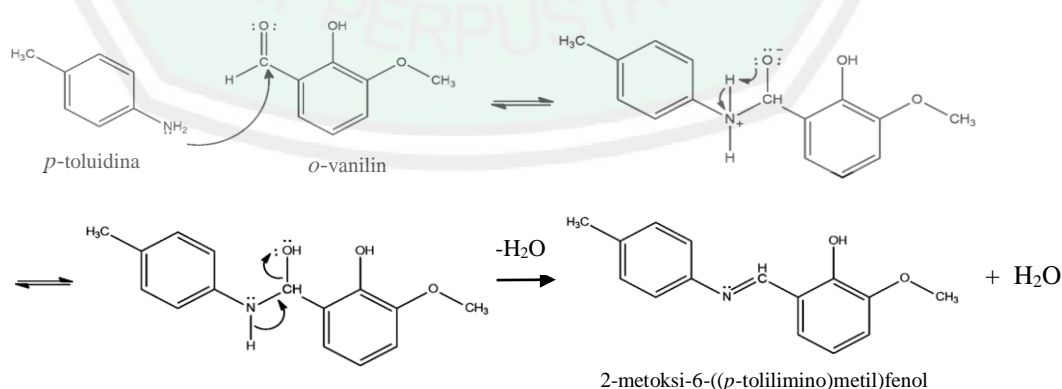


BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dengan Variasi Metode Sintesis

Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol disintesis dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan empat metode yang berbeda, yaitu metode refluks, penggerusan, pengadukan dan sonikasi. Tujuan dilakukan sintesis dengan empat metode berbeda adalah untuk mengetahui metode sintesis yang efektif dengan hasil yang maksimal. Keempat metode tersebut dilakukan dalam media air untuk mengurangi penggunaan pelarut organik yang berdampak pada lingkungan. Reaksi sintesis basa Schiff melibatkan reaksi adisi amina primer dari *p*-toluidina terhadap karbonil dari *o*-vanilin. Pasangan elektron bebas atom N dari *p*-toluidina yang bertindak sebagai nukleofil akan menyerang atom C karbonil dari *o*-vanilin, sehingga terjadi proses adisi yang diikuti eliminasi H₂O membentuk ikatan C=N. Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina

Metode refluks dilakukan dengan memanaskan campuran *o*-vanilin dan *p*-toluidina dalam media air. Pengaturan suhu pemanasan disesuaikan dengan titik didih air, yaitu 100 °C. Ketika proses refluks berlangsung, air akan menguap jika sudah mencapai titik didihnya, kemudian akan mengembun di kondensor sehingga menjadi cairan kembali. Oleh karena itu, proses ini dapat dilakukan dalam jangka waktu yang lama. Lamanya proses refluks dipengaruhi oleh proses pemanasan yang berpindah melalui dinding wadah dan sampai pada reaktan dengan suhu lebih rendah, karena suhu pada dinding wadah lebih tinggi. Agar dapat mencapai keseimbangan suhu di luar dan di dalam wadah, maka dibutuhkan waktu yang cukup lama (Santosa, 2019). Tumbukan antar reaktan terjadi karena adanya energi panas dari pemanas yang merambat melalui wadah sehingga terbentuk produk. Produk yang diperoleh dari metode ini berupa padatan berwarna oranye dengan persentase rendemen sebesar 93,2%.

Metode penggerusan pada umumnya dilakukan dengan menggerus reaktan tanpa penambahan pelarut, tetapi pada penelitian ini ditambahkan air untuk mempermudah proses penggerusan. Sehingga *o*-vanilin dan *p*-toluidina digerus bersamaan dengan ditambahkan sedikit air. Proses penggerusan menyebabkan terjadinya konversi energi mekanik menjadi energi panas, sehingga reaktan semakin aktif bertumbukan yang mengarah pada pembentukan produk (Sana, *et al.*, 2012). Produk yang dihasilkan yaitu padatan berwarna oranye dengan persentase rendemen sebesar 98,9%.

Metode pengadukan (*stirring*) dilakukan dengan mengaduk campuran *o*-vanilin dan *p*-toluidina dalam air menggunakan *magnetic stirrer*. Pengadukan ini dilakukan pada suhu ruang dengan kecepatan 450 rpm. Adanya pengadukan,

menyebabkan terjadinya tumbukan antara permukaan molekul tiap reaktan, sehingga terbentuk produk. Produk yang dihasilkan berupa padatan berwarna oranye dengan rendemen sebesar 98,7%.

Metode sonikasi, menggunakan gelombang ultrasonik untuk mensintesis basa Schiff. Campuran *o*-vanilin dan *p*-toluidina dalam media air akan dikenai gelombang ultrasonik yang dilakukan pada suhu ruang. Gelombang ultrasonik akan memutuskan ikatan molekul *o*-vanilin dan *p*-toluidina, sehingga keduanya dapat bereaksi menghasilkan produk. Hasil yang diperoleh berupa padatan berwarna oranye dengan persentase rendemen sebesar 98,8%.

4.2 Uji Sifat Fisiko-Kimia Produk Sintesis

Uji sifat fisiko-kimia dilakukan untuk menduga terbentuknya produk dengan mengamati adanya perubahan sifat fisika dari reaktan menjadi produk dan mengamati sifat kimianya. Produk sintesis yang diperoleh diuji sifat fisiknya dengan mengamati wujud, warna, massa dan titik leburnya. Data sifat fisik dari empat produk ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisika produk sintesis

Pengamatan	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Oranye	Oranye	Oranye	Oranye
Massa (g)	2,2468	2,3838	2,3795	2,3822
Rendemen (%)	93,2	98,9	98,7	98,8
Titik Lebur (°C)	96-97	94-96	96-97	95-96

Keterangan:

- P₁ : Produk sintesis metode refluks
- P₂ : Produk sintesis metode penggerusan
- P₃ : Produk sintesis metode pengadukan
- P₄ : Produk sintesis metode sonikasi

Berdasarkan Tabel 4.1, produk sintesis dari keempat metode memiliki wujud dan warna yang sama, yaitu padatan berwarna oranye. Warna produk berbeda dengan warna reaktan, dimana *o*-vanilin berwarna kuning dan *p*-toluidina berwarna putih. Sehingga dapat diduga bahwa senyawa target telah terbentuk. P₂, P₃ dan P₄ memiliki persentase rendemen yang tidak jauh berbeda, yaitu 98,9%; 98,7% dan 98,8%. Sedangkan produk P₁ menghasilkan persentase rendemen paling rendah, yaitu 93,2%. Hal ini terjadi karena pada metode refluks, energi panas yang digunakan untuk bereaksi tidak mengenai reaktan secara langsung, tetapi melalui dinding wadah terlebih dahulu. Ketika energi panas tersebut mengenai reaktan suhunya berkurang, sehingga reaktan tidak bereaksi maksimal. Pada metode penggerusan, pengadukan dan sonikasi, energi yang dibutuhkan untuk bereaksi mengenai reaktan secara langsung, sehingga reaktan dapat bereaksi maksimal dan menghasilkan persentase rendemen lebih tinggi.

Titik lebur *o*-vanilin sebesar 44,5°C dan titik lebur *p*-toluidina sebesar 43,7°C, sedangkan titik lebur dari semua produk berbeda dengan titik lebur reaktan. Hal ini menunjukkan kemungkinan terbentuknya senyawa target. Uji titik lebur produk sintesis juga dapat menunjukkan kemurnian dari produk tersebut. Produk yang memiliki kemurnian tinggi ditandai dengan rentang titik leleh yang kecil, dengan selisih 1 °C hingga 2 °C. Rentang titik lebur produk P₁, P₃, P₄ masing-masing selisih 1°C, sedangkan produk P₂ rentang titik leburnya selisih 2°C. Dengan demikian, dapat diduga bahwa keempat produk tersebut memiliki kemurnian yang cukup tinggi.

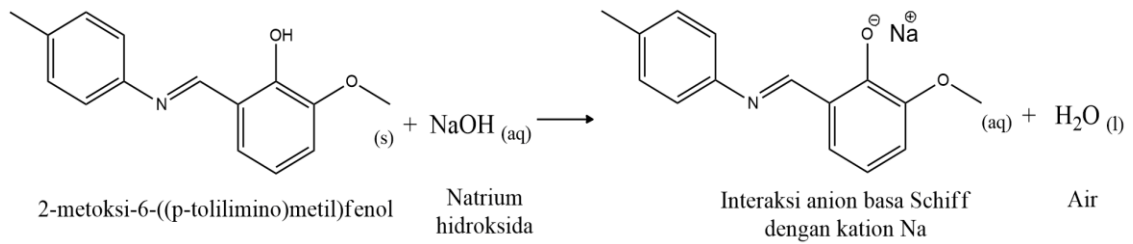
Uji sifat kimia produk sintesis dilakukan dengan mengamati kelarutan senyawa produk dalam akuades dan larutan NaOH yang bertujuan untuk

memperkuat dugaan adanya gugus fenolat dalam produk. Pengujian ini didasarkan pada reaksi asam basa Bronsted-Lowry, yaitu reaksi yang melibatkan transfer proton. Hasil uji sifat kimia ini menunjukkan bahwa semua produk tidak larut dalam akuades yang ditandai dengan warna larutan yang bening dan terdapat padatan yang masih mengapung. Ketika produk dilarutkan dalam larutan NaOH, dihasilkan larutan berwarna kuning yang menunjukkan bahwa semua produk larut dalam NaOH. Gambar 4.2 menunjukkan kelarutan semua produk dalam akuades dan NaOH.



Gambar 4.2 Kelarutan produk dalam (a) akuades (b) NaOH

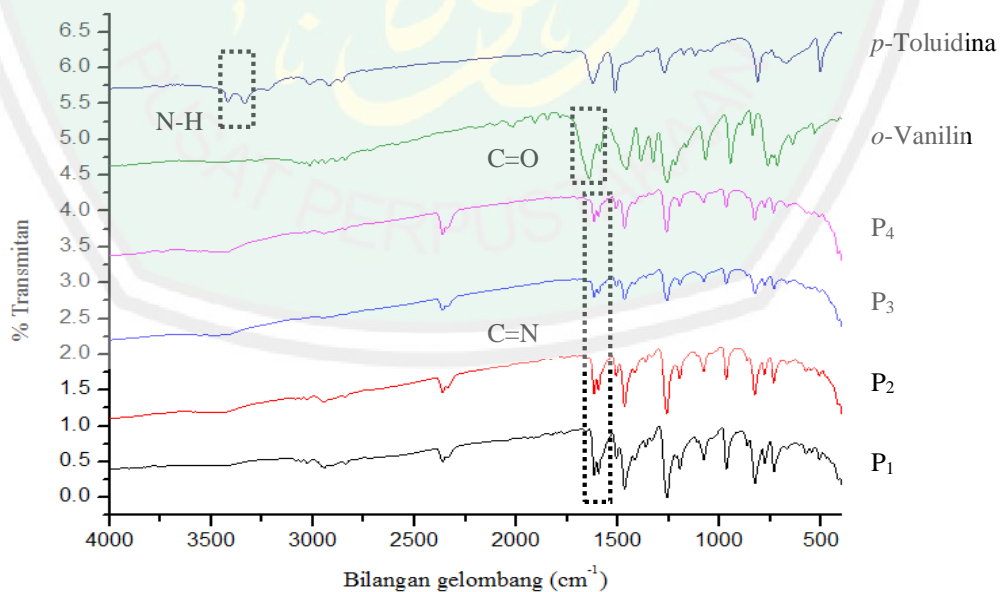
Senyawa produk memiliki gugus fenolat yang memiliki sifat cenderung asam karena dapat melepas ion H^+ dari gugus hidroksil yang dimiliki. Ion OH^- dari NaOH akan menyerang ion H^+ pada senyawa produk. Sehingga terbentuk suatu garam natrium yang dapat larut sempurna dalam air. Reaksi antara senyawa produk dengan NaOH ditunjukkan Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Reaksi senyawa produk dan larutan NaOH

4.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada keempat produk sintesis. Spektrogram FTIR yang diperoleh dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa produk. Kemungkinan terbentuknya senyawa target dapat diketahui dengan membandingkan spektra FTIR reaktan dan produk. Spektrogram FTIR reaktan dan keempat produk ditunjukkan Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Spektra FTIR reaktan dan produk

Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa semua produk menghasilkan serapan yang sama, namun berbeda dengan serapan dari reaktan. Hal ini menunjukkan kemungkinan senyawa target sudah terbentuk. Perbedaan yang dapat diamati yaitu hilangnya serapan C=O karbonil dari *o*-vanilin dan hilangnya serapan N-H dari *p*-toluidina. Sedangkan pada produk terdapat serapan khas gugus imina (C=N). Serapan gugus fungsi dari keempat produk ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Gugus fungsi dan bilangan gelombang dari produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				Referensi*	Intensitas*
	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄		
C-O fenol	1259	1259	1259	1259	1260-1180	s
O-H <i>stretch</i>	3479	3481	3422	3421	3550-3230	m-s
Csp ³ -H alifatik	2943	2944	2945	2944	2975-2865	m-s
Csp ² -H aromatik	3026	3040	3040	3040	3080-3010	m-s
C=C aromatik	1507	1508	1508	1508	1525-1470	v
	dan	dan	dan	dan	dan 1470-	
	1467	1467	1467	1467	1430	
Overtone aromatik	1841-	1841-	1841-	1841-	2000-1650	w
	1839	1839	1839	1839		
C=N	1616	1616	1617	1617	1645-1605	v

Keterangan:

P₁ : Produk sintesis metode refluks

P₂ : Produk sintesis metode penggerusan

P₃ : Produk sintesis metode pengadukan

P₄ : Produk sintesis metode sonikasi

v : *variable* (bervariasi)

m : *medium* (sedang)

s : *strong* (kuat)

w : *weak* (lemah)

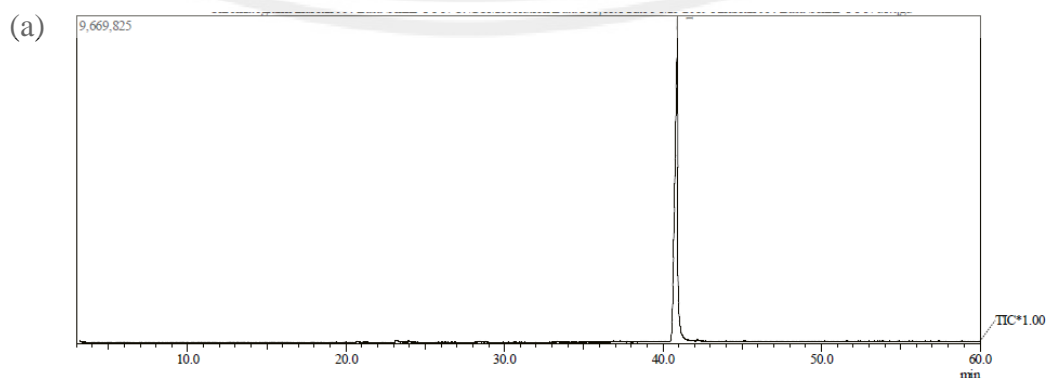
* : Socrates, G (2001)

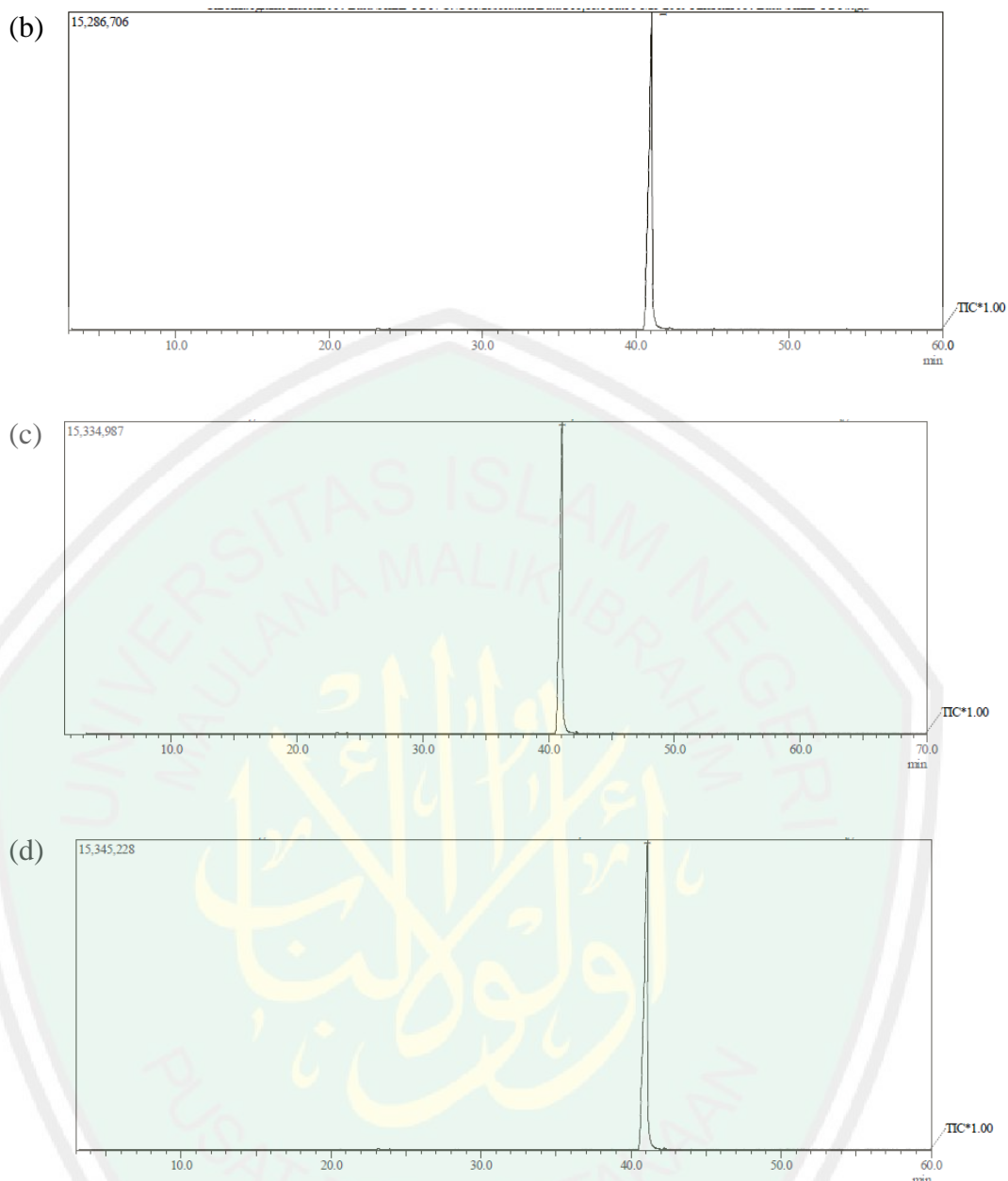
Serapan C-O fenol pada bilangan gelombang 1259 cm⁻¹ dengan serapan yang tajam. Serapan gugus O-H *stretch* terdapat pada bilangan gelombang 3481-3421 cm⁻¹ dengan serapan yang melebar dan intensitasnya lemah. Gugus Csp³-H alifatik muncul pada bilangan gelombang 2945-2943 cm⁻¹ dengan intensitas sedang. Serapan dari gugus Csp²-H aromatik berada pada bilangan gelombang 3040-3026

cm^{-1} . Berdasarkan Gambar 4.4, pada reaktan terdapat serapan gugus C=C aromatik pada bilangan gelombang 1456 cm^{-1} untuk *o*-vanilin dan muncul pada bilangan gelombang 1514 untuk *p*-toluidina. Sehingga, pada produk terdapat dua serapan gugus C=C aromatik pada bilangan gelombang $1507\text{-}1508 \text{ cm}^{-1}$ dan 1467 cm^{-1} . Serapan dari gugus C=N pada bilangan gelombang $1617\text{-}1616 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas yang diperoleh dari senyawa produk. Selain itu, pada produk tidak terdapat serapan gugus C=O dari *o*-vanilin pada bilangan gelombang 1642 cm^{-1} dan serapan gugus N-H dari *p*-toluidina pada bilangan gelombang 3417 cm^{-1} dan 3335 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan kemungkinan terbentuknya senyawa target.

4.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM

Karakterisasi produk menggunakan KG-SM bertujuan untuk mengetahui jumlah senyawa dan kemurnian dari produk sintesis berdasarkan kromatogram yang dihasilkan. Selain itu, spektra massa yang diperoleh dapat menunjukkan berat molekul dari setiap komponen yang terdapat dalam produk dan dapat menduga struktur senyawa produk berdasarkan pola fragmentasinya. Karakterisasi dilakukan pada semua produk sintesis dari metode refluks, penggerusan, pengadukan dan sonikasi. Kromatogram dari produk sintesis metode refluks ditunjukkan Gambar 4.5.





Gambar 4.5 Kromatogram produk sintesis metode (a) refluks (b) penggerusan (c) pengadukan (d) sonikasi

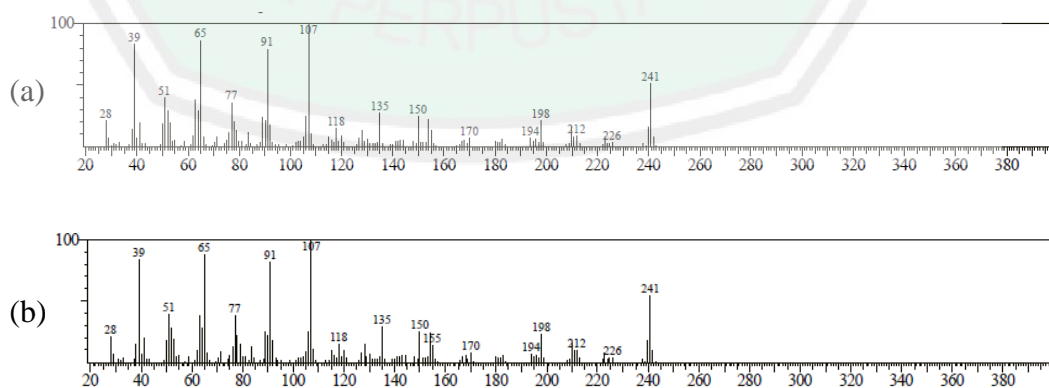
Berdasarkan Gambar 4.5 terdapat satu puncak kromatogram yang menunjukkan hanya terdapat satu senyawa dalam produk sintesis. Semua produk menghasilkan kromatogram dengan pola yang sama, yaitu terdapat satu puncak. Terdapat sedikit perbedaan waktu retensi dari keempat produk, hal ini dapat disebabkan oleh perubahan sementara dari fasa diam. Luas area kromatogram dapat

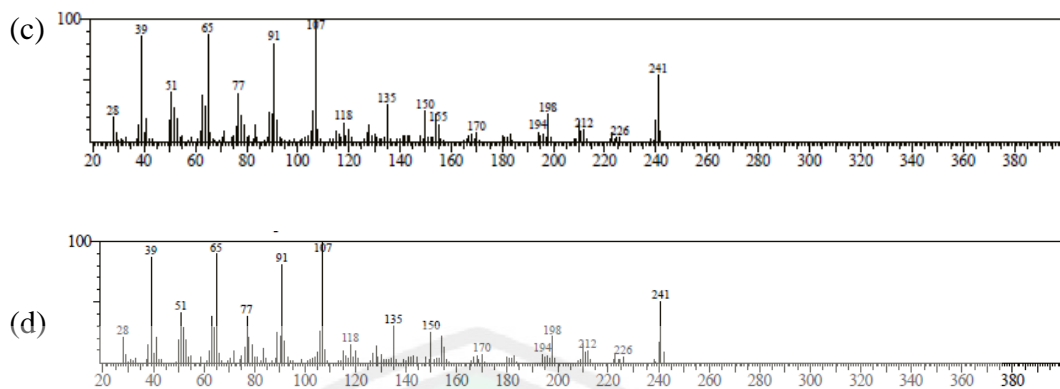
digunakan untuk menentukan kemurnian senyawa produk. Kemurnian yang dihasilkan semua produk sintesis sebesar 100%, hal ini menunjukkan bahwa dalam produk tersebut tidak terdapat senyawa lain. Tabel 4.3 menunjukkan data hasil kromatogram dari semua produk sintesis.

Tabel 4.3 Data Hasil Kromatogram

Produk	Waktu Retensi (menit)	Luas Area	Persen Area (%)
P ₁	40,910	114508673	100
P ₂	41,046	229684169	100
P ₃	41,047	240619711	100
P ₄	41,077	252838824	100

Senyawa yang telah dianalisis dengan kromatografi gas, selanjutnya dianalisis menggunakan spektroskopi massa untuk mengetahui massa molekul senyawa produk. Pada spektroskopi massa, molekul senyawa ditembak dengan elektron berenergi tinggi. Sehingga molekul tersebut kehilangan satu elektronnya, membentuk ion radikal yang disebut dengan ion molekuler. Ion molekuler menunjukkan massa molekul senyawa. Berdasarkan Gambar 4.6, ion molekuler dari semua produk ditunjukkan pada m/z 241 yang sesuai dengan massa molekul senyawa target, yaitu 241 g/mol.

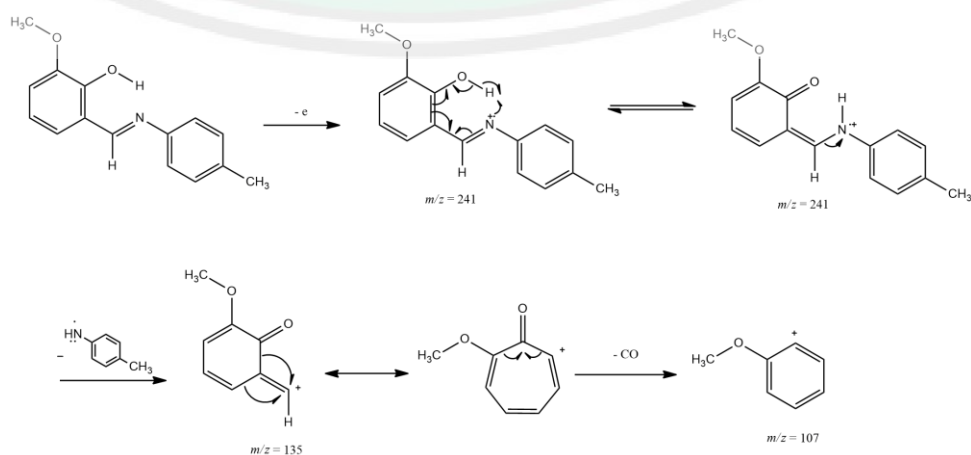




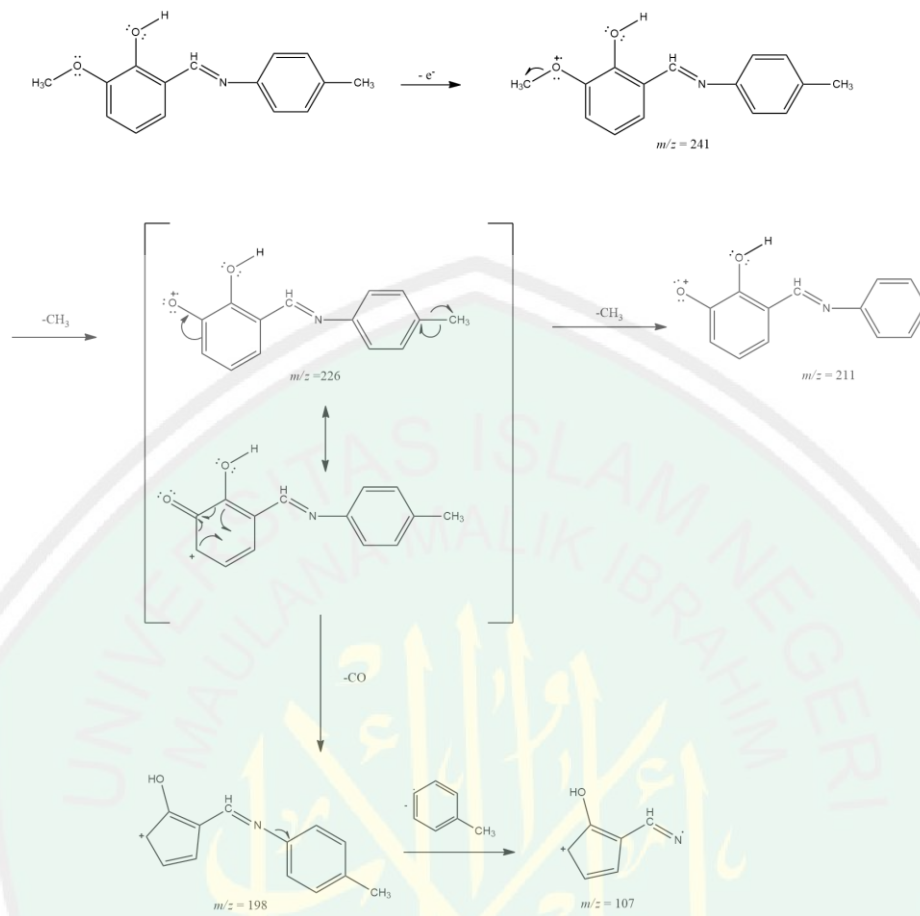
Gambar 4.6 Spektre massa produk sintesis metode (a) refluks (b) penggerusan (c) pengadukan (d) sonikasi

Sisa energi yang sudah ditembakkan, menyebabkan fragmentasi ion molekuler untuk menghasilkan kation yang stabil dengan elektron berpasangan. Lepasnya elektron pada ion molekuler dimulai dari elektron dengan energi ionisasi terendah, yaitu elektron bebas, kemudian elektron ikatan sigma. Oleh karena itu, terbentuk pola fragmen-fragmen yang ditunjukkan Gambar 4.6. Dari fragmen-fragmen tersebut terdapat satu pola dengan kelimpahan tinggi, yang disebut dengan base peak, pada m/z 107. Kelimpahan yang tinggi ini, terjadi karena molekul tersebut stabil oleh adanya resonansi. Sehingga molekul tersebut dapat terdeteksi lebih banyak daripada molekul yang lain. Pola fragmentasi senyawa target ditunjukkan pada Gambar 4.7.

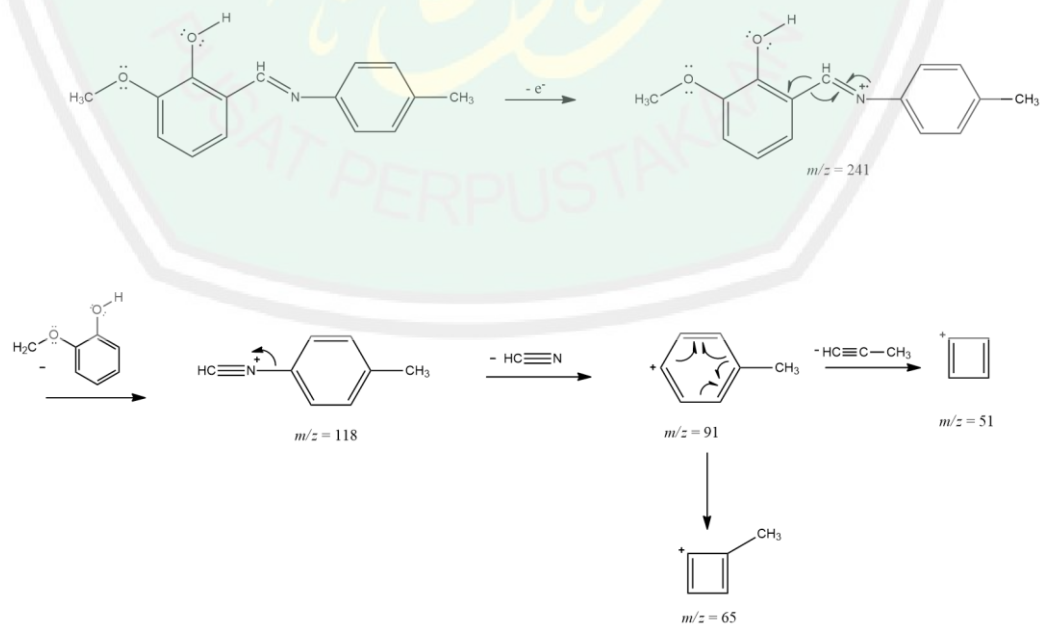
Pola fragmentasi 1



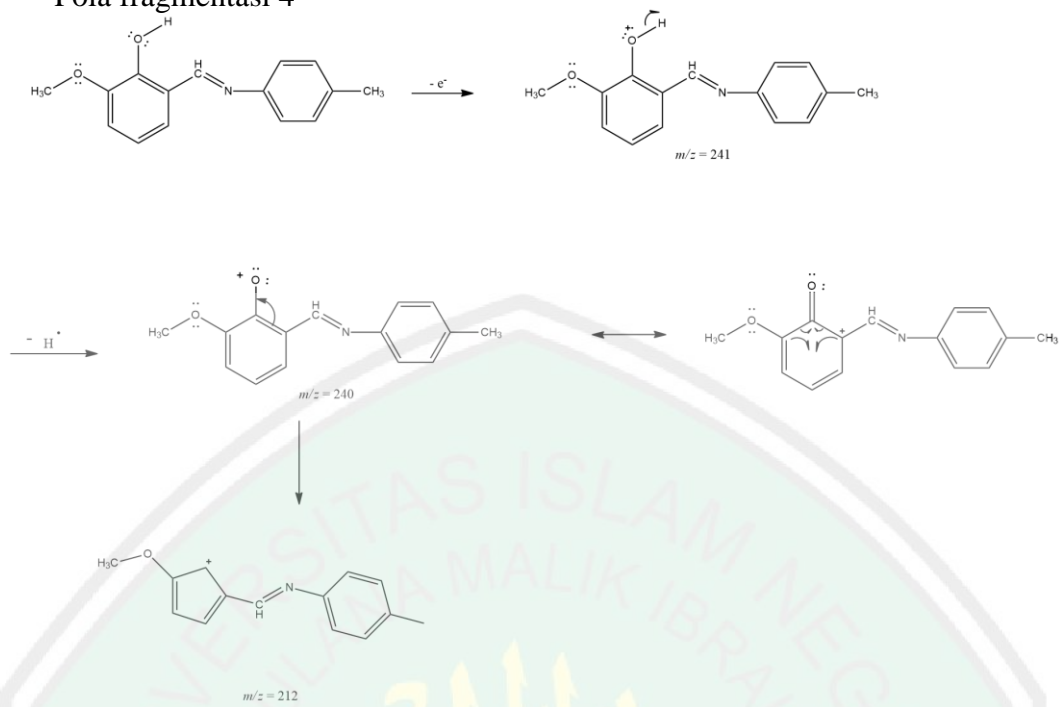
Pola fragmentasi 2



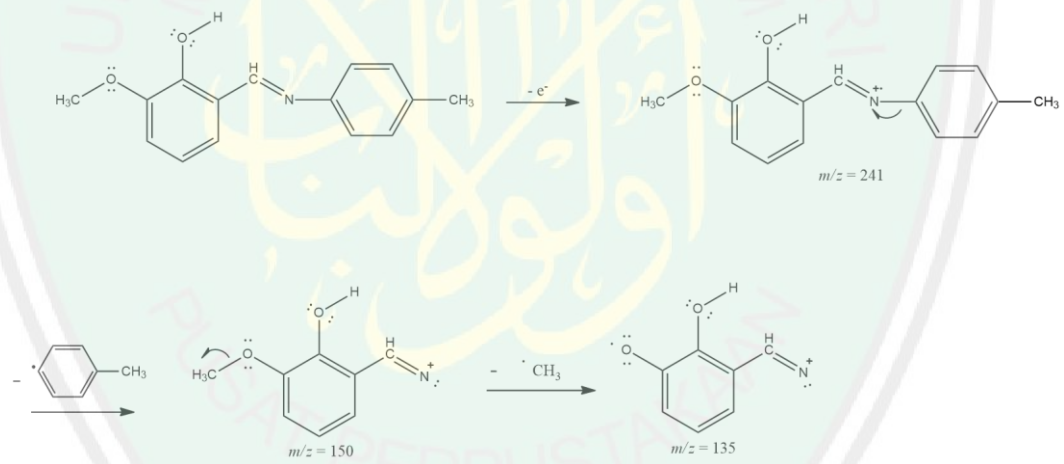
Pola fragmentasi 3



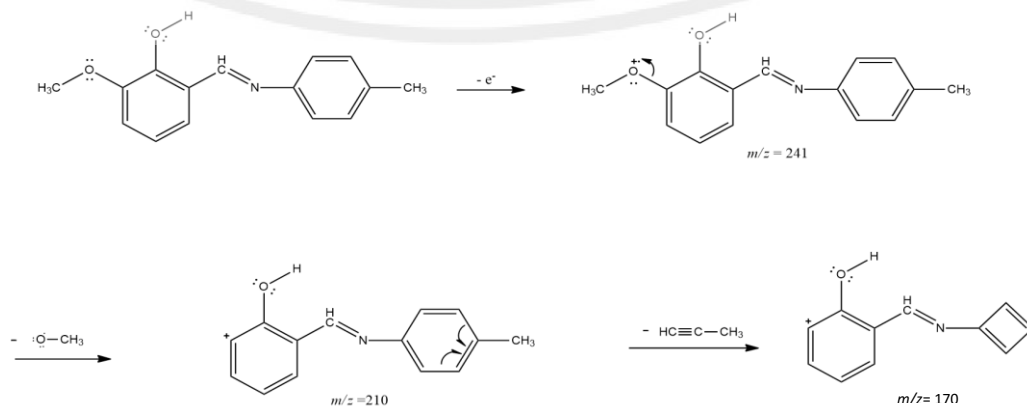
Pola fragmentasi 4



Pola fragmentasi 5



Pola fragmentasi 6



Pola fragmentasi 7



Berdasarkan pola fragmentasi tersebut, dapat diketahui struktur senyawa sampel melalui pemutusan ikatan dari molekul induk, yaitu molekul dengan m/z 241. Terdapat tiga cara pemutusan ikatan, yaitu homolitik, heterolitik dan hemi heterolitik. Pada pemutusan homolitik, terjadi pergeseran satu elektron ikatan.

Pemutusan heterolitik, terjadi pergeseran dua elektron ikatan. Sedangkan pemutusan hemi heterolitik, terjadi pemutusan ikatan sigma yang sudah terionisasi. Berdasarkan Gambar 4.7, pemutusan hemi heterolitik selalu terjadi setelah proses ionisasi molekul induk. Selanjutnya pemutusan ikatan terjadi secara heterolitik dan homolitik.

4.5 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menurut Perspektif Islam

Sintesis Basa Schiff dapat dilakukan dengan berbagai metode. Pengembangan metode sintesis perlu dilakukan untuk memperoleh produk dengan metode yang efektif. Adanya pengembangan metode ini dapat menuntut peneliti menggunakan pikirannya untuk menghasilkan sesuatu yang dapat bermanfaat, sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Ali Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِأُولِي
الذِّبْنَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَفُجُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ ۗ الْأَلْبَابِ ۗ (١٩٠)
وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ ۗ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا
بَاطِلًا ۗ سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ (١٩١)

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka”* (QS. Ali Imran: 190-191).

Tafsiran dari “terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal” pada ayat di atas adalah mereka yang mempunyai akal yang sempurna lagi bersih, yang mengetahui hakikat banyak hal secara jelas dan nyata (*Tafsir Ibnu Katsir* Juz 2 hal. 183). Pada ayat selanjutnya, dijelaskan maksud dari *Ulul albab* (orang-orang yang

berakal) yaitu orang-orang yang mau menggunakan pikirannya, mengambil manfaat darinya, mengambil hidayah darinya, menggambarkan keagungan Allah dan mau mengingat hikmah akal dan keutamaannya (Al-Maraghi, 1974).

Para peneliti yang berupaya untuk menemukan metode yang efektif untuk mensintesis basa Schiff melalui penelitiannya merupakan salah satu contoh digunakannya pikiran (akal) untuk menghasilkan sesuatu yang dapat bermanfaat bagi dirinya sendiri maupun orang lain. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan empat metode berbeda untuk mengetahui metode yang efektif. Selain itu, dipilih metode yang ramah lingkungan untuk mengurangi pencemaran terhadap lingkungan yang berasal dari pelarut organik. Allah SWT berfirman dalam surat Al-A'raf ayat 56:

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

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

Ayat di atas menjelaskan bahwa Allah SWT melarang perbuatan yang menimbulkan kerusakan di bumi, salah satunya yaitu mencemari lingkungan. Empat metode yang digunakan pada penelitian ini menggunakan air sebagai pelarut. Sehingga dapat mengurangi penggunaan bahan kimia yang dapat merusak lingkungan.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Produk sintesis 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dari variasi metode sintesis mempunyai karakter fisik yakni, berupa padatan, berwarna oranye, rentang titik lebur yang diperoleh dari metode refluks; penggerusan; pengadukan; dan sonikasi sebesar 96-97°C; 94-96°C; 96-97°C; dan 95-96°C. Sifat kimia dari semua produk sama, yaitu larut dalam larutan NaOH.
2. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan serapan khas gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang 1616 cm⁻¹ untuk produk sintesis metode refluks dan penggerusan, sedangkan produk sintesis metode pengadukan dan sonikasi muncul pada bilangan gelombang 1617 cm⁻¹. Karakterisasi menggunakan KG-SM pada semua produk menghasilkan satu puncak kromatogram dan memiliki ion molekuler dengan m/z 241.
3. Rendemen yang dihasilkan dari metode refluks, penggerusan, pengadukan dan sonikasi berturut-turut yaitu 93,2%, 98,9%, 98,7% dan 98,8%. Metode refluks menghasilkan rendemen paling rendah, sedangkan ketiga metode yang lain memiliki nilai rendemen yang hampir sama. Dibandingkan dengan ketiga metode yang lain, metode pengadukan termasuk metode yang efektif. Metode ini menghasilkan rendemen yang cukup tinggi dalam jangka waktu 20 menit dan tidak membutuhkan banyak energi.

5.2 Saran

Perlu dilakukan karakterisasi produk sintesis menggunakan H^1 -NMR untuk memperkuat dugaan terbentuknya basa Schiff.



DAFTAR PUSTAKA

- Abirami, M. dan V. Nadaraj. 2014. Synthesis of Schiff Base under Solvent-free Condition: As a Green Approach. *International Journal of ChemTech Research*. Vol. 6, No. 4.
- Adawiyah, R., 2017. Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan P-Anisidin Menggunakan Metode Penggerusan (Undergraduate). *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Anastas, Paul T., Lauren G. Heine, and Tracy C. Williamson. 2000. *Green Chemical Syntheses and Processes*. Washington: American Chemical Society.
- Barik, A., K.I. Priyadarsini, and Hari Mohan. 2004. Redox Reaction of 2-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde (*o*-Vanillin) in Aqueous Solution. *Radiation Physics and Chemistry*. page 687-696.
- Bendale, Atul R., Rohit Bhatt, Akhil Nagar, Anil G. Jadhav and G. Vidyasagar. 2011. Schiff Base Synthesis by Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*. 3(2): 34-38.
- Bhagat, S., Sharma, N., Chundawat, T.S., 2013. Synthesis of Some Salicylaldehyde-Based Schiff Bases in Aqueous Media. *Journal of Chemistry*. Article ID 909217.
- Buulolo, D., 2018. Sintesis Basa Schiff Hasil Kondensasi Etilendiamina dengan Furfural yang diperoleh dari Ampas Tebu dan Pemanfaatannya sebagai Inhibitor Korosi Logam Seng. *Skripsi*.
- Cahyana, H.dan Puti Pratiwi. 2015. Sintesis Ramah Lingkungan Senyawa Imina Turunan Vanilin dan 2-Hidroksi Asetofenon Serta Uji Aktivitas Biologi dan Antioksidan. *Pharm Sci Res*. Vol. 2. No. 1.
- Candani, Dini, Masita Ulfah, Winda Noviana, dan Rahadian Zainul. 2018. Pemanfaatan Teknologi Sonikasi. *A Review*.
- Chasanah, U.W., Widodo, D.S., Mulyani, N.S., 2015. Sintesis Elektrokimia Kompleks Cu(II)-Basa Schiff N-Benziliden Anilin dan Uji Aktivitas sebagai Antibakteri terhadap Escherichia Coli dan Staphylococcus Aureus. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*.Vol. 1. No. 18.
- Cinarli, Adem, Demet Gurbuz, Aydin Tavman and A. Seher Birtoksoz. 2011. Synthesis, Spectral Characterizations and Antimicrobial Activity of Some Schiff Bases of 4-Chloro-2-Aminophenol. *Chemical Society of Ethiopia*. 25(3): 407-417.

- Clark, James. H. 2002. *Handbook of Green Chemistry and Technology*. New Jersey: Wiley-Blackwell.
- Dawan Rahardjo. 1996. *Ensiklopedi Alquran; Tafsir Sosial Berdasarkan Konsep-konsep Kunci*. Jakarta: Paramadina.
- Day, R.A. and A.L. Underwood. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Deivanayagam. P. 2014. Synthesis, Characterization, Antimicrobial, CNS and Analgesic Studies of 2-[N-(4-chloro-2-{[1-(2-hydroxyphenyl) ethylidene] amino} phenyl) ethanimidoyl] phenol and its Complexes. *Thesis*.
- Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S. 1994. *Kimia Organik Jilid 2*, Jakarta: Erlangga.
- Gandjar, I. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gao, Haixin. 2013. *Synthesis, Characterisation and Transition Metal Ion Complexation Studies of "Pocket-Like" Imine and Amide Derivatives*. Ireland: Department of Chemistry, Faculty of Science and Engineering, National University of Ireland.
- Goyat, Gobind, Sapana Garg, and K.K. Verma. 2016. Investigations on Some Isatin-*p*-Toluidine Schiff Base Complexes of Tellurium (IV). *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*. 7(2): 869.
- Hart, Harild, L.E. Craine, D.J. Hart. 2003. *Organic Chemistry*. United States: Houghton Mifflin Pub.Co.
- Hasanah, U., Hanapi, A., Ningsih, R., 2017. Synthesis of Schiff Base Compound from Vanillin and *p*-Toluidinae by Solvent Free-Mechanochemical Method. *Proceedings of the International Conference on Green Technology*. Vol. 8. No. 1.
- Hassan, F. 2014. Synthesis, Charazterization and Antioxidant of Some 4-Amino-Phenyl-4h-1, 2, 4-Triazole-3-hiol Derivatives. *International Journal of Applied Science and Technology*, 4(2): 202-211.
- Hossain, Md. Saddam, P.K. Roy, R. Ali, C.M. Zakaria, Md. Kudrat-E-Zahan. 2017. Selected Pharmacological Applications of 1st Row Transition Metal Complexes: A review. *Clinical Medicine Research*. 6(6): 177-191.
- Kaiser, J. Phillip. 2014. *Provisional Peer-Reviewed Toxicity Values for p-Toluidine*. Washington, DC: National Center for Environmental Assessment.
- Khopkar, S.M. 2014. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.

- Kirpik, Hilal, M. Kose, Mark R.J. Elsegood, C.L. Carpenter-Warren. A new NiCe Complex Derived from ortho-Vanillin: Structural Characterization and Luminescence Properties. *Journal of Molecular Structure*. Vol. 1175: 882-888.
- Leba, M.A. Uron. 2017. *Buku Ajar: Ekstraksi dan Real Kromatografi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Lestari, Lilla Puji. 2019. *Hopanoid dan Asam Lemak Dari: Zymomonas mobilis*. Surabaya: Media Sahabat Cendekia.
- Maila, W. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan P-Toluidina Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia* S.). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Malik A, Goyat G, Vikas K, Verman K.K, and Garg S. 2018. Coordination of Tellurium (IV) with Schiff Base Derived from *o*-Vanillin and 3-Aminopyridine. *International Journal of Chemical Sciences*. Vol 16 (1).
- Mohammed, Afroz Bakhti. 2015. Lemon Juice Catalyzed Ultrasound Assisted Synthesis of Schiff's Base: A Total Green Approach. *Bulletin of Environment, Pharmacology and Life Sciences*. Vol 4 (10).
- Nagar, Akhil A, Parag R. Patel, Ankit Dhobi, Atul R. Bendale, Naresh N. Chugh. 2011. An Innovative Approach the Sonochemical Solvent Free Synthesis of Schiff-Base. *Asian Journal of Current Chemistry*. Vol 1 (2).
- Nurfitriyana, Annisa. 2012. Signifikansi Kavitas Ultrasonik dan Hidrodinamik Terhadap Karakteristik Produk Oksidasi Penyisihan Limbah Fenol dengan Proses Oksidasi Lanjut Berbasis Ozon. *Skripsi*. Program Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia,
- Patil, S., Jadhav, M.B. dan Deshmukh. 2011. Natural Acid Catalyzed Multi-Component Reactions as a Green Approach. *Arch. Appl. Sci. Res.* 3(1): 203-208.
- Pepinsky, R. 1955. *Physical Properties of Chemical Compounds*. Washington, D.C: American Chemical Society.
- Qin, Wenling, Sha Long, Mauro Panunzio, and Stefano Biondi. 2013. Schiff Bases: A Short Survey on an Evergreen Chemistry Tool. *Molecules*. ISSN: 12264-12289.
- Rao, V. Koteswara, S.S. Reddy, B.S. Krishna, K.R.M. Naidu, C.N. Raju, and S.K. Ghosh. 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.

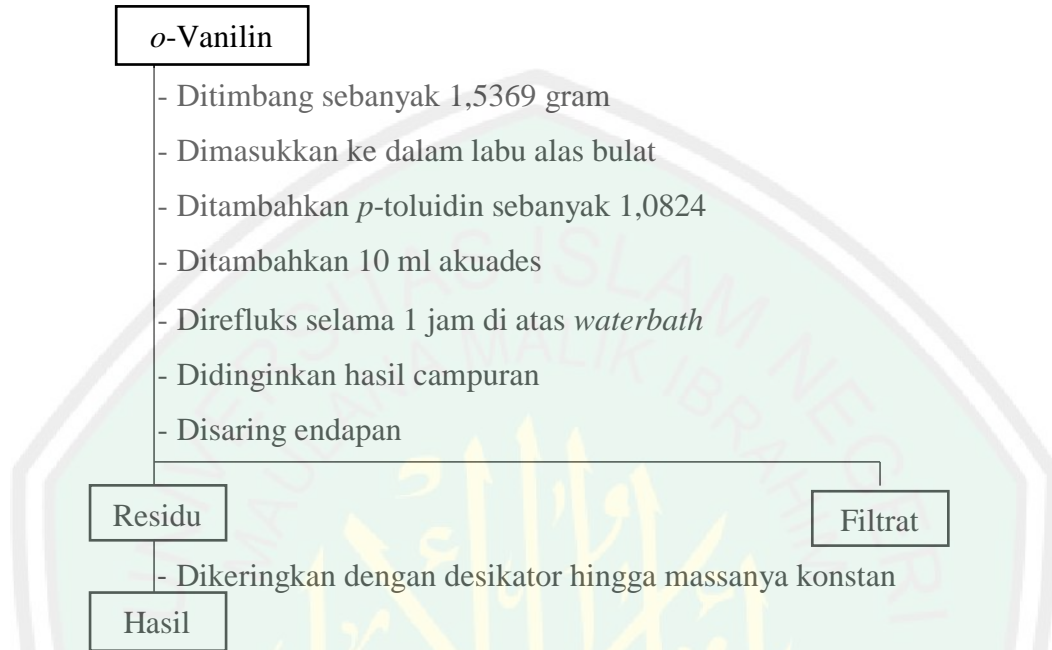
- Rollando. 2019. *Senyawa Antibakteri dari Fungi Endofit*. Malang: Seribu Bintang.
- Sachdeva, Harshita, R. Saroj, S. Khaturia and D. Dwivedi. 2012. Operationally Simple Green Synthesis of Some Schiff Bases Using Grinding Chemistry Technique and Evaluation of Antimicrobial Activities. *De Gruyter*. 1: 469-477.
- Sana, S., Reddy, K.R., Rajanna, K.C., Venkateswarlu, M., & Ali, M.M. 2012. Mortar-Pastle and Microwave Assisted Regioselective Nitration of Aromatic Compounds in Presence of Certain Group V and VI Metal Salts under Solvent Free Conditions, *International Journal of Organic Chemistry*. Vol.2, pp. 233-247.
- Santoso, Cynthia. L. 2012. Sintesis 2-(4'-Hidroksibenzilidena)-Sikloheksana-1,3-Dion dari Sikloheksana-1,3-Dion dan 4-Hidroksibenzaldehyda dengan Katalis Asam Klorida. *Skripsi*. Fakultas Farmasi Universitas Sanata Dharma Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 2018. *Dasar-dasar Spektroskopi*. Yogyakarta: UGM Press.
- Savalia, Patel A.P., Trivedi P.T., Gohel HR dan Khetani D.B. 2013. Rapid and Economic Synthesis of Schiff Base of Salicylaldehyde by Microwave Irradiation. *Research Journal of Chemical Sciences*. 3(10): 97-99.
- Setiabudi, Agus, R. Hardian dan A. Muzakir. 2012. *Karakterisasi Material; Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia*. Bandung: UI Press.
- Settle, F.A. 1997. *Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry*. New Jersey: Prentice Hall.
- Shahid, Muhammad, M. Salim, M. Khalid, M. Nawaz Tahir, M. Usman Khan, A.A. Carmo Braga. 2018. Synthetic, XRD, Non-Covalent Interactions and Solvent Dependent Nonlinear Optical Studies of Sulfadiazine-Ortho-Vanillin Schiff Base: (E)-4-((2-hydroxy-3-methoxy-benzylidene) amino)-N-(pyrimidin-2-yl)benzene-sulfonamide. *Journal of Molecular Structure*.
- Shin, David and Peter Muller. 2012. 2-Hydroxy-3-methoxybenzaldehyde (o-Vanillin) Revisited. *Structure Reports*. ISSN 1600-5368.
- Sobola, Abdullahi Owolabi, G.M. Watkins and B.V. Brecht. 2014. Synthesis, Characterization and Antimicrobial Activity of Copper (II) Complexes of Some Ortho-substitued Aniline Schiff Bases; Crystal Structure of Bis(2-methoxy-6-imino)methylphenol Copper (II) Complex. *Research Article*. 67: 45-51.
- Socrates, G. 2001. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies, Table and Charts, Third Edition*. Singapore: John Wiley & Sons, Ltd.

- Stephenson, R.M and Stanislaw Malanowski. 1987. *Handbook of the Thermodynamics of Organic Compounds*. Dordrecht: Springer.
- Sudjadi dan Abdul Rohman. 2018. *Analisis Kuantitatif Obat*. Yogyakarta: UGM Press.
- Sudjadi. 1983. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Yogyakarta: Ghalia Indonesia.
- Supratman, U. 2010. *Elusidasi Struktur Senyawa Organik*. Bandung: Widya Padjajaran.
- Sutanti, Evitri. 2019. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon Menggunakan Media Air dengan Metode Penggerusan. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Thalla, Narasaiah, S.R. Devineni, B.N. Parimi and N.R. Chamarthi. 2012. A Facile, Catalyst-free Green Synthesis for Schiff's Bases in Aqueous Medium under Ultrasonic Irradiation Conditions and Their Antimicrobial Activity. *Pelagia Research Library*. 3(4): 808-816.
- Umofia, E., V.O.T. Omuaru, and O. Achugasim. 2016. Green Solvents for the Synthesis of Some Toluidine-Derived Schiff Bases. *J. Chem. Soc. Nigeria*. 41(1): 15-18.
- Vibhute, A.Y., S.S. Mokle, Y.S. Nalwar, Y.B. Vibhute, and Vasant M. Gurav. 2009. An Efficient and Operationally Simple Synthesis of Some New Schiff Bases Using Grinding Technique. *Bulletin of the Catalysis Society of India*. 8: 164-168.
- Wonorahardjo, Surjani. 2013. *Metode-Metode Pemisahan Kimia*. Malang: PT. Indeks.
- Wulandari, Lestyo. 2011. *Kromatografi Lapis Tipis*. Jember: PT. Taman Kampus.
- Yang, Zhaoqi dan Pinhua Sun. 2006. Compare of Three Ways of Synthesis of Simple Schiff Base. *Molbank*. ISSN: 1422-8599.
- Yaws, Carl L. 2015. *The Yaws Handbook of Physical Properties for Hydrocarbons and Chemicals: Physical Properties for More Than 54,000 Organic and Inorganic Chemical Compounds, Coverage for C1 to C100 Organics and Ac to Zr Inorganics*. Texas: Gulf Professional Publishing.
- Yernale, N.G., M.D. Udayagiri, B.H.M. Mruthyunjayaswamy. 2015. Mononuclear Metal (III) Schiff Base Complexes Derived from Thiazole and *o*-Vanillin Moieties: Synthesis, Characterization, Thermal Behavior and Biological Evaluation. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*. 31(1): 190-197.

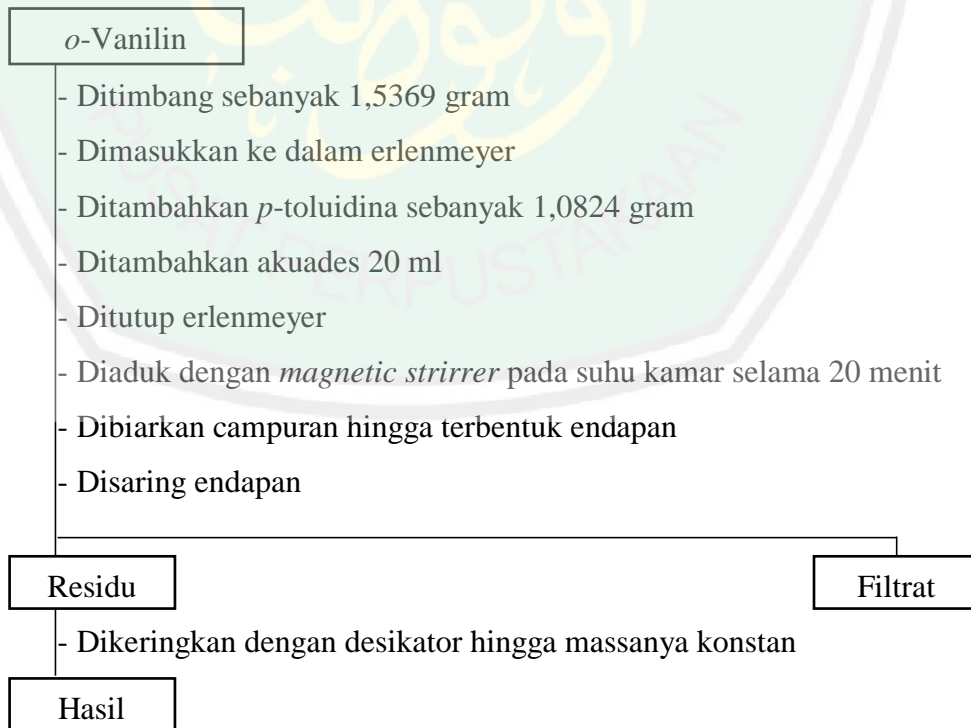
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

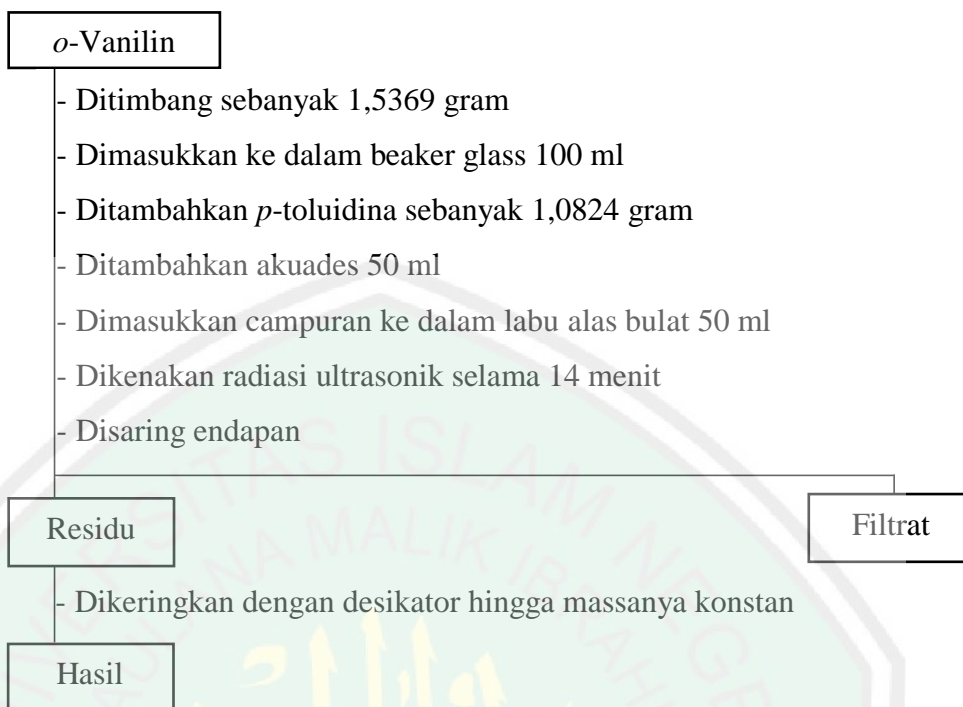
L.1.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Refluks



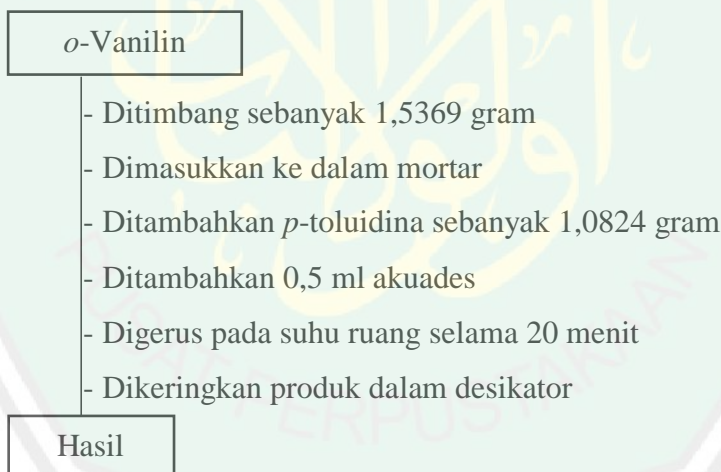
L.1.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Pengadukan



L.1.3 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Sonikasi



L.1.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Penggerusan



L.1.5 Identifikasi Senyawa Produk dengan KLT

Senyawa Hasil

- Dilarutkan reaktan dan produk dalam kloroform dengan konsentrasi ± 10000 ppm
- Ditotolkan pada plat KLT GF₂₅₄ yang telah diaktivasi menggunakan oven pada suhu 100°C selama 30 menit dengan jarak 1 cm dari batas bawah
- Dimasukkan ke dalam bejana pengembang yang telah dijenuhkan dengan eluen yang terdiri dari kloroform:metanol (9:1) sebanyak 10 ml
- Dielusi sampai batas atas plat KLT
- Diangkat plat dan dikeringkan
- Disinari plat dengan sinar UV pada masing-masing panjang gelombang 254 nm
- Diamati spot yang dihasilkan

Hasil

L.1.6 Uji Titik Leleh Menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA)

Senyawa Hasil

- Dimasukkan masing-masing produk ke dalam pipa kapiler dalam jumlah yang sama
- Dipasangkan pipa kapiler dan thermometer dalam MPA
- Dinyalakan MPA dan diatur suhu kenaikan hingga 20°C per menit
- Diturunkan suhu menjadi 10°C per menit
- Diatur kenaikan suhu menjadi 1°C per menit jika suhu yang teramati mendekati perkiraan titik leleh senyawa
- Diamati proses pelelehan produk sintesis hingga berubah menjadi cair
- Dilakukan langkah yang sama terhadap reaktan sebagai pembanding

Hasil

L.1.7 Uji Kelarutan dengan Larutan NaOH

0,005 g Produk

- Dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda
- Ditambahkan 2 ml akuades pada salah satu tabung reaksi
- Ditambahkan NaOH 2M sebanyak 2 ml pada tabung reaksi lain
- Dikocok
- Diamati perubahan yang terjadi

Hasil

L.1.8 Karakterisasi Produk dengan Spektrofotometer FTIR

Senyawa Hasil

- Digerus dengan mortar agate
- Dicampurkan dengan gerusan *pellet* KBr dengan perbandingan 1:5
- Diletakkan campuran pada *cell holder*
- Dilewati berkas sinar inframerah pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1}

Hasil

L.1.9 Karakterisasi Produk dengan KG-SM

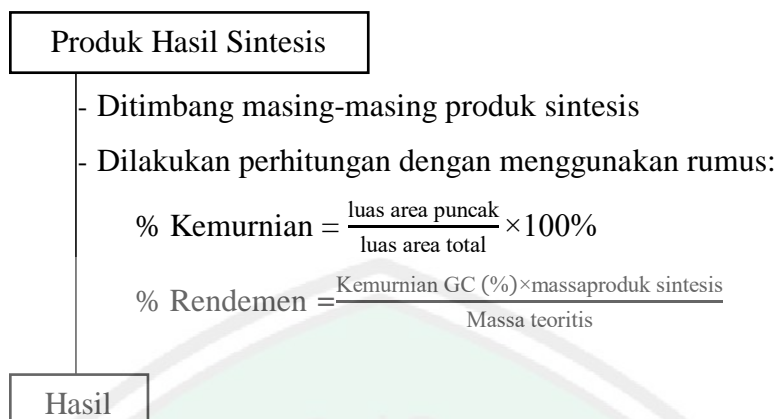
Produk Basa Schiff

- Dilarutkan dengan aseton *p.a* dengan konsentrasi 50000 ppm
- Diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam injektor KG-SM VARIAN CP-3800 SATURN 2200 dengan kondisi operasional sebagai berikut:

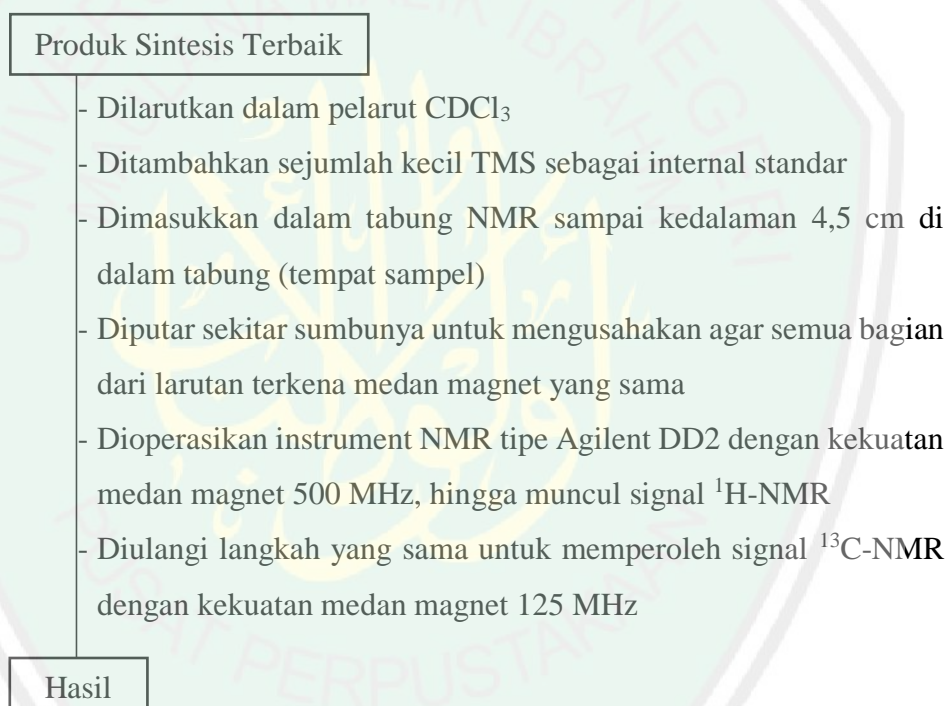
Jenis Kolom	: AGILENT J&W VF-5MS
Panjang Kolom	: 30 meter
Oven	: Terprogram 100°C (10 menit) →290°C (20 menit)
Temperatur injektor	: 310°C
Tekanan gas	: 16,5 kPa
Kecepatan aliran gas	: 1 ml/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium
- Diamati hasil kromatogram dan spektra yang diperoleh

Hasil

L.1.10 Penentuan Rendemen Produk



L.1.11 Karakterisasi Produk dengan Spektroskopi NMR



Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Penentuan massa *o*-vanillin (99%) 0,01 mol yang digunakan

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\ \text{BM senyawa} &= 152,1473 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,01 \text{ mol} \\ \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 152,1473 \text{ g/mol} \\ &= 1,5215 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned} \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{Massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{1,5215 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 1,5215 \text{ g}}{99 \text{ g}} \\ &= 1,5369 \text{ g} \end{aligned}$$

L.2.2 Penentuan massa *p*-toluidina (99%) 0,01 mol yang digunakan

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{N} \\ \text{BM senyawa} &= 107,1564 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,01 \text{ mol} \\ \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 107,1564 \text{ g/mol} \\ &= 1,0716 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned} \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{Massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{1,0716 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 1,0716 \text{ g}}{99 \text{ g}} \\ &= 1,0824 \text{ g} \end{aligned}$$

L.2.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol

Reaksi:



Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	→	Senyawa (3)
Mula-mula	0,01 mol		0,01 mol		-
Bereaksi	0,01 mol		0,01 mol		0,01 mol
Setimbang	-		-		0,01 mol

$$\text{Rumus molekul senyawa (3)} = \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2$$

$$\text{BM senyawa (3)} = 241,1103 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol senyawa (3)} = 0,01 \text{ mol}$$

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

$$= 0,01 \text{ mol} \times 241,1103 \text{ g/mol}$$

$$= 2,4111 \text{ g}$$

Penentuan % Hasil Produk Sintesis

$$\% \text{ Rendemen} = \% \text{ luas area} \times \frac{\text{Massa produk sintesis}}{\text{Massa teoritis}}$$

$$\text{Rendemen } P_1 = 100\% \times \frac{2,2468 \text{ g}}{2,4111 \text{ g}} = 93,2\%$$

$$\text{Rendemen } P_2 = 100\% \times \frac{2,3838 \text{ g}}{2,4111 \text{ g}} = 98,9\%$$

$$\text{Rendemen } P_3 = 100\% \times \frac{2,3795 \text{ g}}{2,4111 \text{ g}} = 98,7\%$$

$$\text{Rendemen } P_4 = 100\% \times \frac{2,3822 \text{ g}}{2,4111 \text{ g}} = 98,8$$

Lampiran 3. Data Hasil Penimbangan

Penimbangan	Massa P ₁ (gram)	Massa P ₂ (gram)	Massa P ₃ (gram)	Massa P ₄ (gram)
1	2,2824	2,413	2,3942	2,3886
2	2,2819	2,4109	2,3864	2,3874
3	2,2712	2,4092	2,3878	2,3896
4	2,2978	2,3846	2,3770	2,3879
5	2,2683	2,3846	2,3795	2,3872
6	2,2742	2,3846		2,3816
7	2,2468	2,3838		2,3822

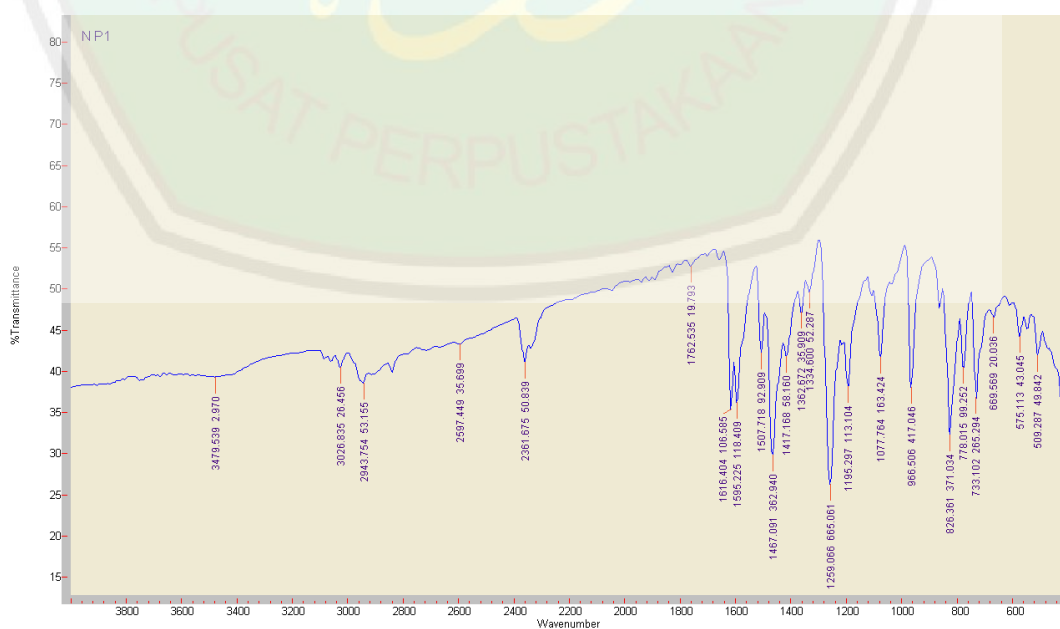
Keterangan:

- P₁ : Produk refluks
- P₂ : Produk penggerusan
- P₃ : Produk pengadukan
- P₄ : Produk sonikasi

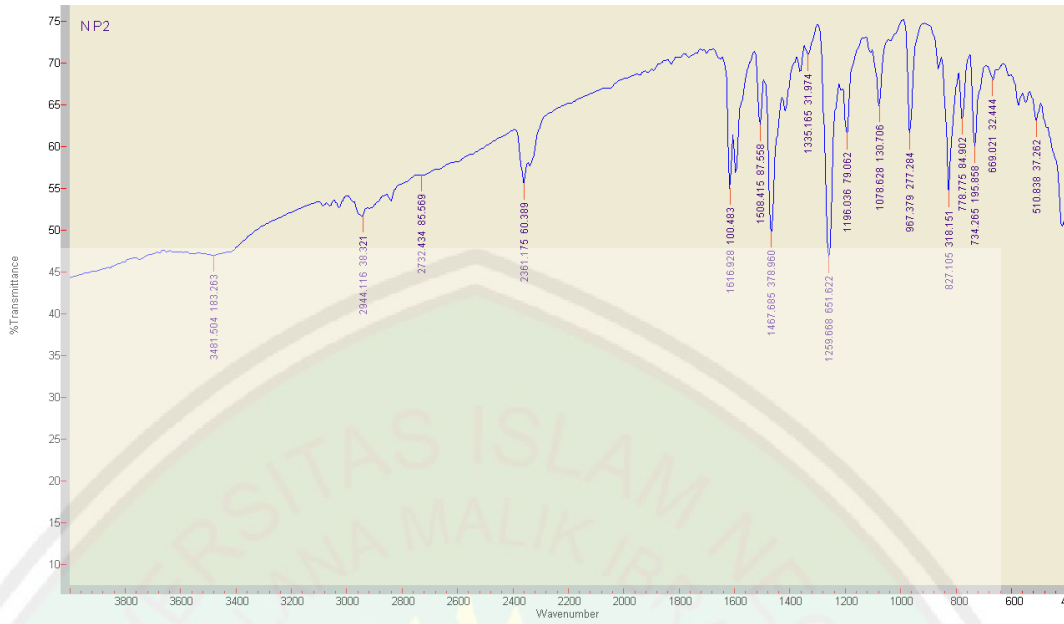
Lampiran 4. Data Hasil Karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan FTIR

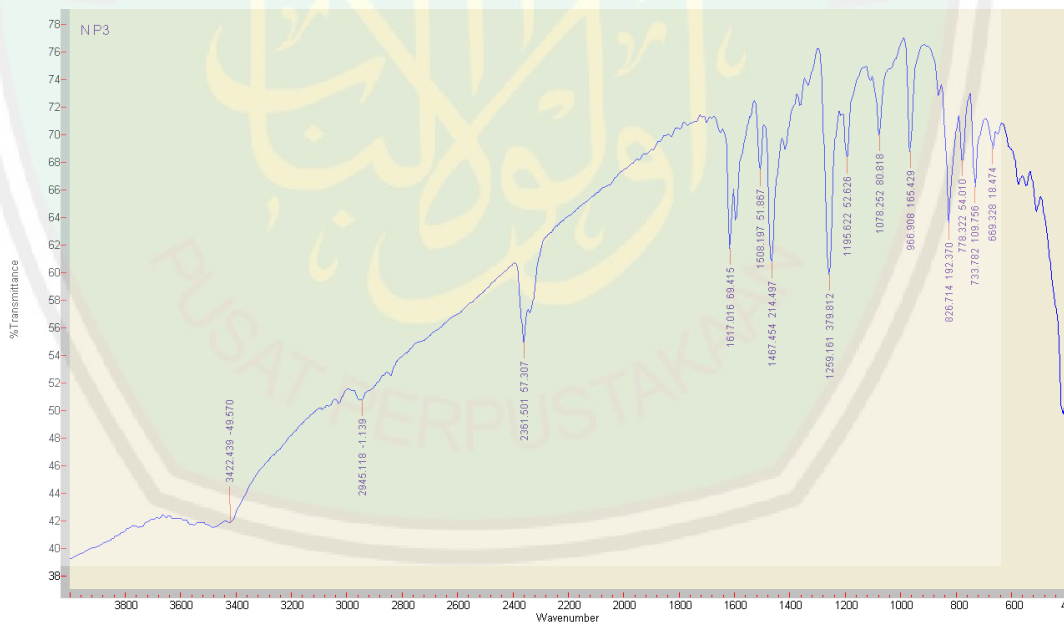
L.4.1.1 Hasil Karakterisasi Produk Metode Refluks



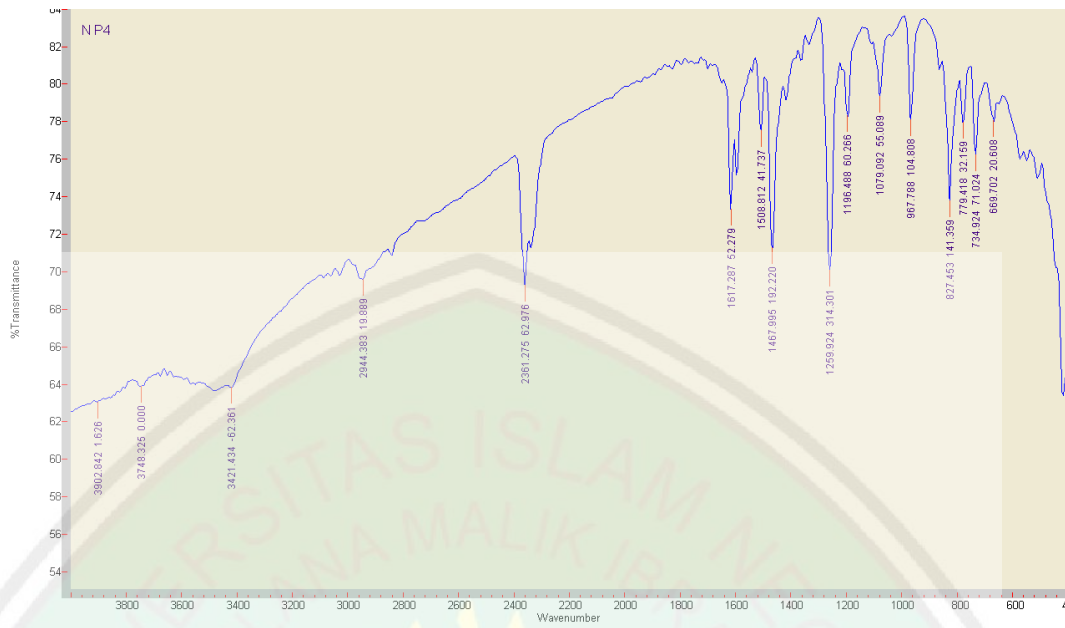
L.4.1.2 Hasil Karakterisasi Produk Metode Penggerusan



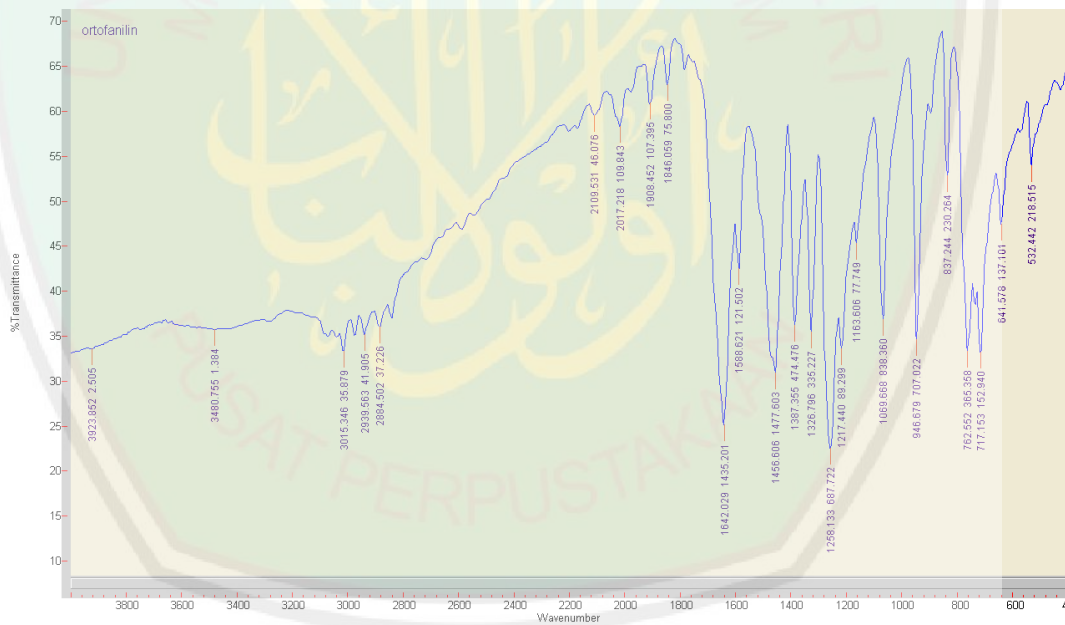
L.4.1.3 Hasil Karakterisasi Produk Metode Pengadukan



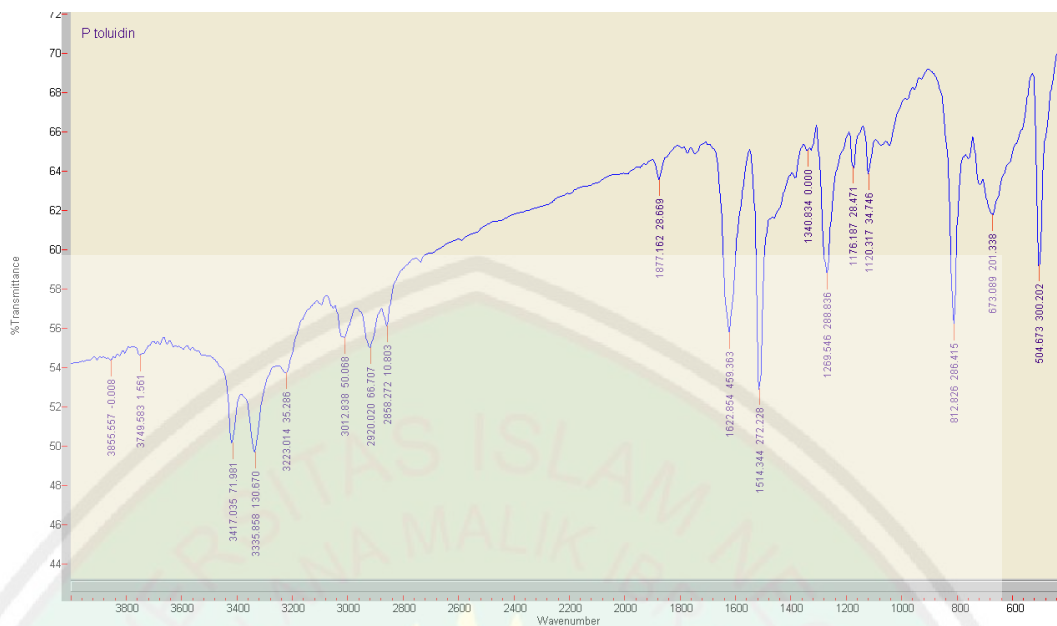
L.4.1.4 Hasil Karakterisasi Produk Metode Sonikasi



L.4.1.5 Hasil Karkterisasi Reaktan *o*-Vanilin



L.4.1.6 Hasil Karakterisasi Reaktan *p*-Toluidina



L.4.2 Hasil Karakterisasi Menggunakan KG-SM

L.4.2.1 Kondisi Instrumen KG-SM

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

Rate Temperature(°C) Hold Time(min)

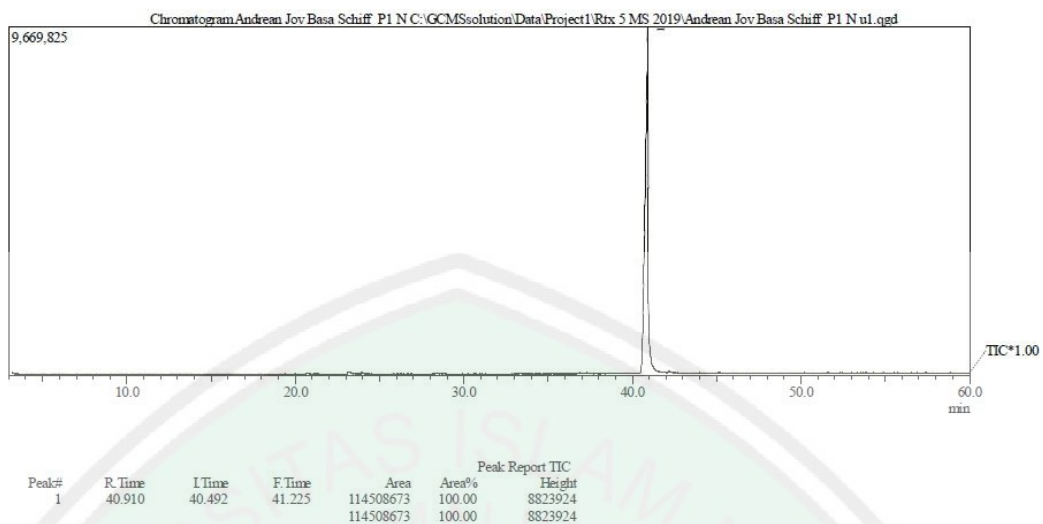
- 70.0 5.00

5.00 300.0 19.00

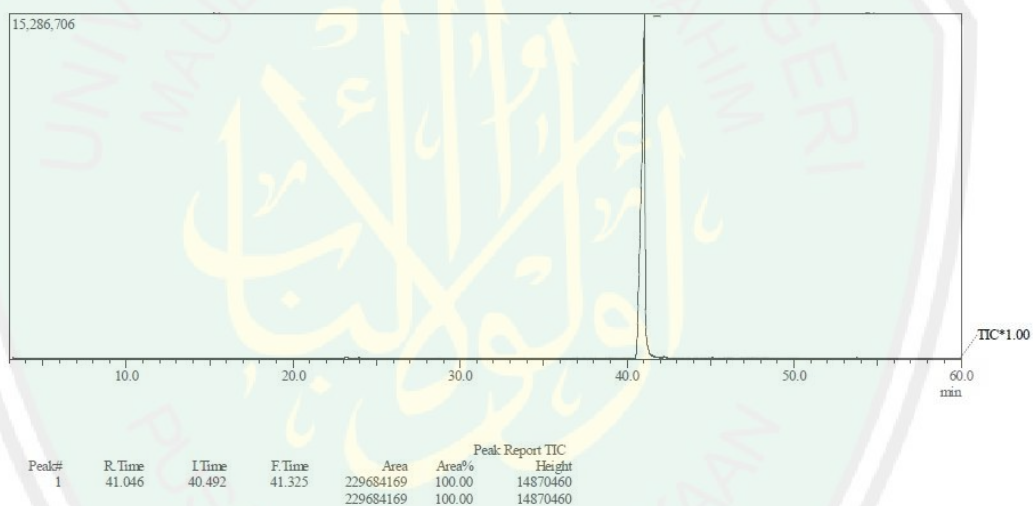
< Ready Check Heat Unit >

Column Oven : Yes
SPL1 : Yes
MS : Yes
< Ready Check Detector(FTD) >
< Ready Check Baseline Drift >
< Ready Check Injection Flow >
SPL1 Carrier : 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
GCMS-QP2010S SHIMADZU
Kolom : Rtx 5
Panjang : 30 meter
ID : 0,25 mm
Film : 0,25 um
Gas pembawa : Helium
Pengionan : EI 70 Ev
Lab Kimia Organik FMIPA – UGM

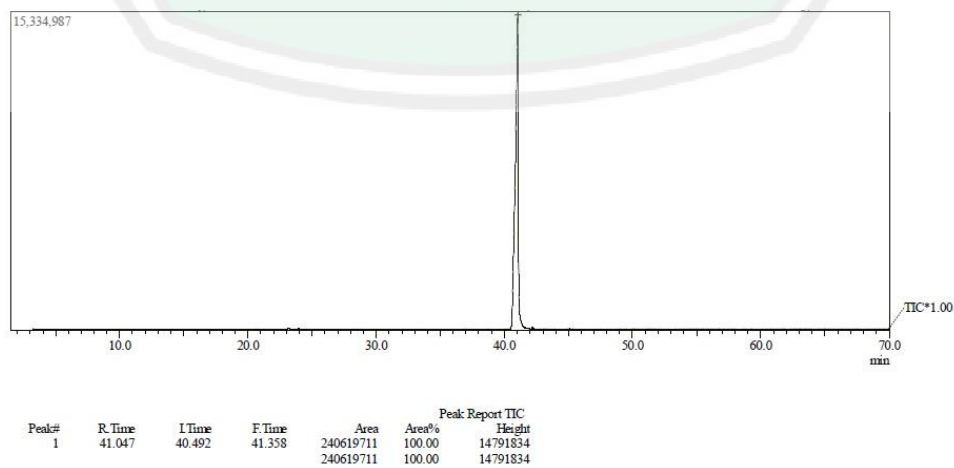
L.4.2.2 Kromatogram Produk Metode Refluks



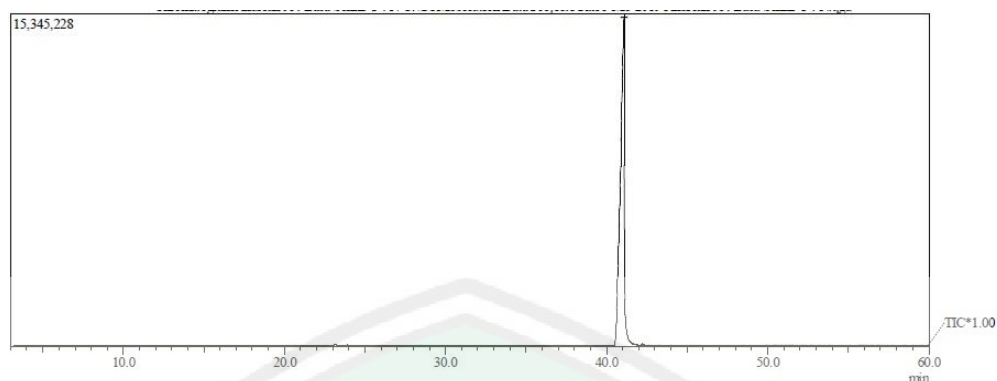
L.4.2.3 Kromatogram Produk Metode Penggerusan



L.4.2.4 Kromatogram Produk Metode Pengadukan



L.4.2.5 Kromatogram Produk Metode Sonikasi



Peak#	R. Time	I. Time	F. Time	Area	Area%	Height
1	41.077	40.492	41.358	252838824	100.00	14792104
				252838824	100.00	14792104

L.4.2.6 Hasil Spektra Massa Produk Metode Refluks

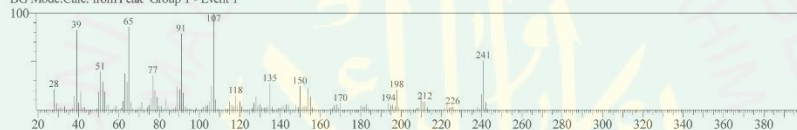
Library

<< Target >>

Line#:1 R. Time:40.908(Scan#:4526) MassPeaks:132

RawMode:Averaged 40.900-40.917(4525-4527) BasePeak:107,00(665523)

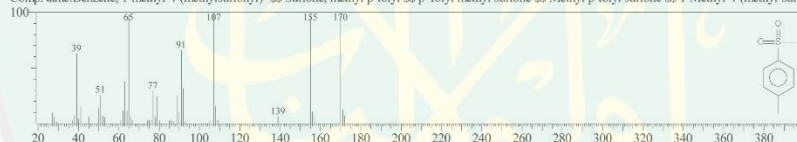
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:15050 Library:NIST62.LIB

SI:70 Formula:C8H10O2S CAS:3185-99-7 MolWeight:170 RetIndex:0

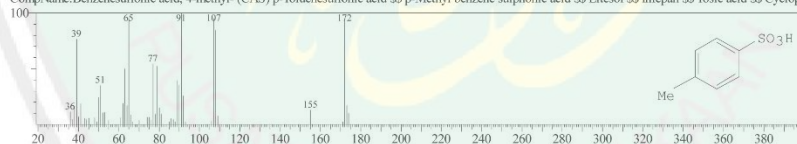
CompName:Benzenesulfonic acid, 1-methyl-4-(methylsulfonyl)- SS Sulfone, methyl p-tolyl SS p-Tolyl methyl sulfone SS Methyl p-tolyl sulfone SS 1-Methyl-4-(methylsulphonyl)benzene SS Methyl p-tolyl sulphone SS Met



Hit#:2 Entry:44484 Library:WILEY229.LIB

SI:67 Formula:C7H8O3S CAS:104-15-4 MolWeight:172 RetIndex:0

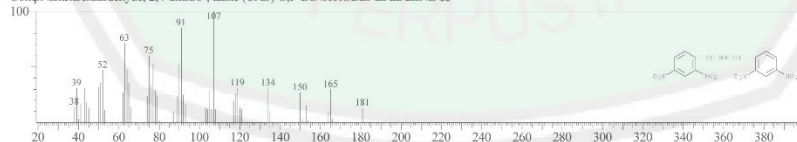
CompName:Benzenesulfonic acid, 4-methyl- (CAS) p-Toluenesulfonic acid SS p-Methyl benzene sulphonic acid SS Eltesol SS Infcipan SS Toxic acid SS Cyclophil PT SA SS p-Toluenesulfonate SS Toluene-p-sul



Hit#:3 Entry:189597 Library:WILEY229.LIB

SI:66 Formula:C14H8N6O8 CAS:22014-28-4 MolWeight:388 RetIndex:0

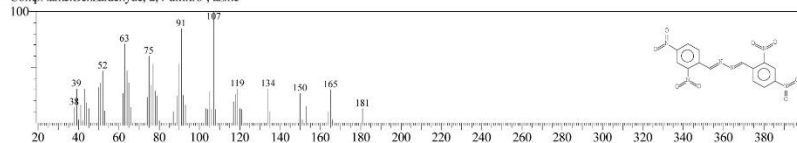
CompName:Benzaldehyde, 2,4-dinitro-, azine (CAS) O,P-DINITROBENZALAZINE SS



Hit#:4 Entry:52870 Library:NIST62.LIB

SI:65 Formula:C14H8N6O8 CAS:22014-28-4 MolWeight:388 RetIndex:0

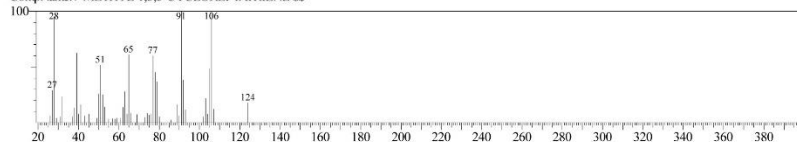
CompName:Benzaldehyde, 2,4-dinitro-, azine



Hit#:5 Entry:6909 Library:WILEY229.LIB

SI:65 Formula:C8H10 CAS:0-00-0 MolWeight:106 RetIndex:0

CompName:7-METHYL-1,3,5-CYCLOHEPTATRIENE SS

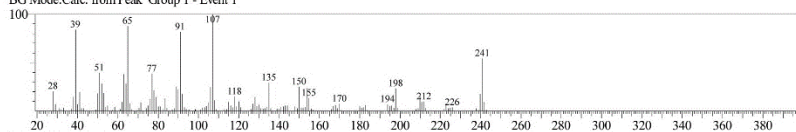


L.4.2.7 Hasil Spektra Massa Produk Metode Penggerusan

Library

<< Target >>

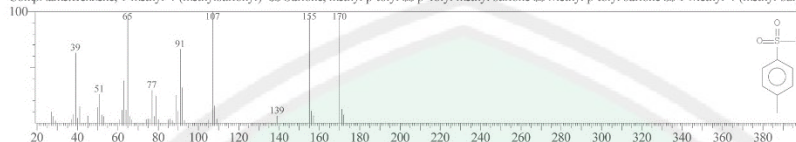
Line#:1 R.Time:41.050(Scan#:4543) MassPeaks:132
RawMode:Averaged 41.042-41.058(4542-4544) BasePeak:107.00(1046521)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:15050 Library:NIST62.LIB

SI:69 Formula:C8H10O2S CAS:3185-99-7 MolWeight:170 RetIndex:0

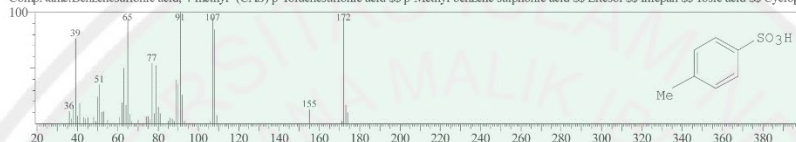
CompName:Benzenesulfonic acid, 4-methyl- (CAS) p-Toluenesulfonic acid SS Sulfone, methyl p-tolyl SS p-Tolyl methyl sulfone SS Methyl p-tolyl sulfone SS 1-Methyl-4-(methyl-sulphonyl)benzene SS Methyl p-tolyl sulphone SS Met



Hit#:2 Entry:44484 Library:WILEY229.LIB

SI:67 Formula:C7H8O3S CAS:104-15-4 MolWeight:172 RetIndex:0

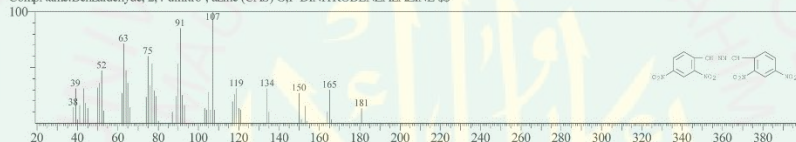
CompName:Benzenesulfonic acid, 4-methyl- (CAS) p-Toluenesulfonic acid SS p-Methyl benzene sulphonic acid SS Etlesol SS Infepan SS Tonic acid SS Cyclophil P T S A SS p-Toluenesulfonate SS Toluene-p-sul



Hit#:3 Entry:189597 Library:WILEY229.LIB

SI:66 Formula:C14H8N6O8 CAS:22014-28-4 MolWeight:388 RetIndex:0

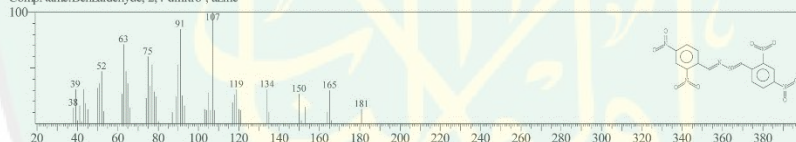
CompName:Benzaldehyde, 2,4-dinitro-, azine (CAS) O,P-DINITROBENZALAZINE SS



Hit#:4 Entry:52870 Library:NIST62.LIB

SI:65 Formula:C14H8N6O8 CAS:22014-28-4 MolWeight:388 RetIndex:0

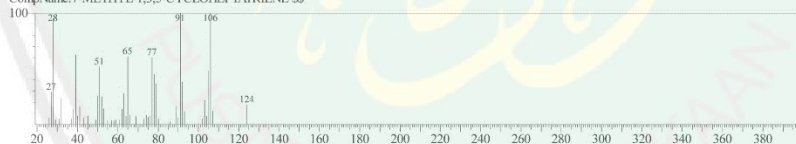
CompName:Benzaldehyde, 2,4-dinitro-, azine



Hit#:5 Entry:6909 Library:WILEY229.LIB

SI:65 Formula:C8H10 CAS:0-00-0 MolWeight:106 RetIndex:0

CompName:7-METHYL-1,3,5-CYCLOHEPTAENE SS

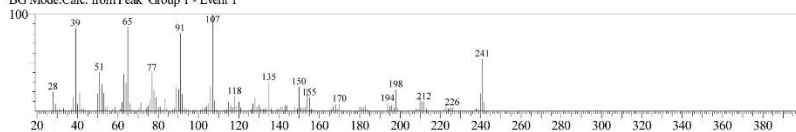


L.4.2.8 Hasil Spektra Massa Produk Metode Pengadukan

Library

<< Target >>

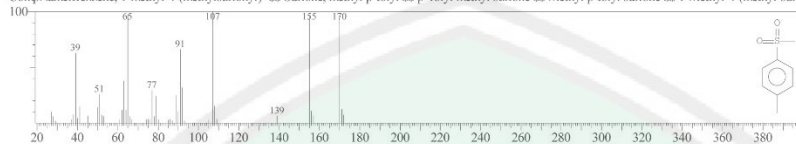
Line#:1 R.Time:41.050(Scan#:4543) MassPeaks:133
RawMode:Averaged 41.042-41.058(4542-4544) BasePeak:107.00(1035309)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:15050 Library:NIST62.LIB

SI:69 Formula:C8H10O2S CAS:3185-99-7 MolWeight:170 RetIndex:0

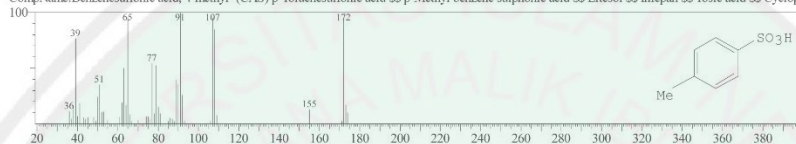
CompName:Benzenesulfonic acid, 4-methylsulfonyl- SS Sulfone, methyl p-tolyl SS p-Tolyl methyl sulfone SS Methyl p-tolyl sulfone SS 1-Methyl-4-(methylsulphonyl)benzene SS Methyl p-tolyl sulphone SS Met



Hit#:2 Entry:44484 Library:WILEY229.LIB

SI:67 Formula:C7H8O3S CAS:104-15-4 MolWeight:172 RetIndex:0

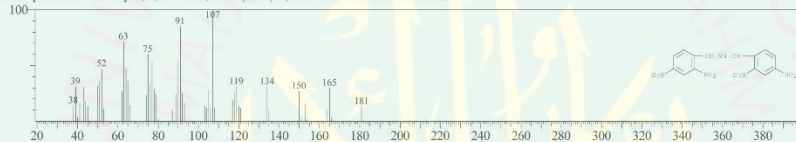
CompName:Benzenesulfonic acid, 4-methyl- (CAS) p-Toluenesulfonic acid SS p-Methyl benzene sulphonic acid SS Etlesol SS Infepan SS Tonic acid SS Cyclophil P T S A SS p-Toluenesulfonate SS Toluene-p-sul



Hit#:3 Entry:189597 Library:WILEY229.LIB

SI:66 Formula:C14H8N6O8 CAS:22014-28-4 MolWeight:388 RetIndex:0

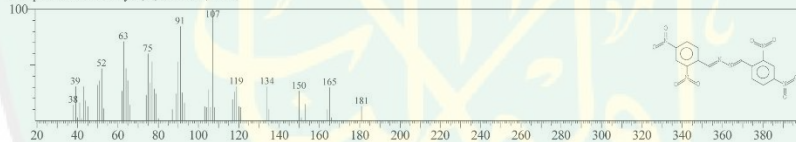
CompName:Benzaldehyde, 2,4-dinitro-, azine (CAS) O,P-DINITROBENZALAZINE SS



Hit#:4 Entry:52870 Library:NIST62.LIB

SI:65 Formula:C14H8N6O8 CAS:22014-28-4 MolWeight:388 RetIndex:0

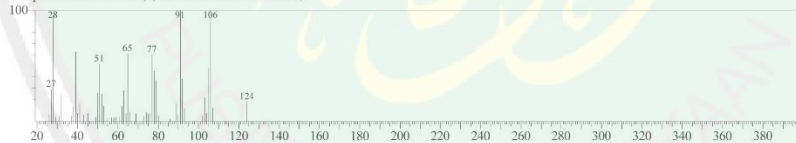
CompName:Benzaldehyde, 2,4-dinitro-, azine



Hit#:5 Entry:6909 Library:WILEY229.LIB

SI:65 Formula:C8H10 CAS:0-00-0 MolWeight:106 RetIndex:0

CompName:7-METHYL-1,3,5-CYCLOHEPTAIENE SS

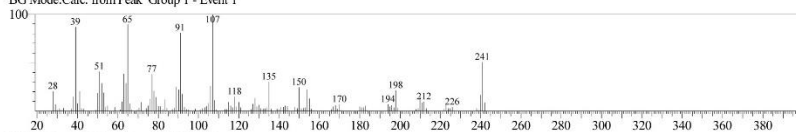


L.4.2.9 Hasil Spektra Massa Produk Metode Sonikasi

Library

<< Target >>

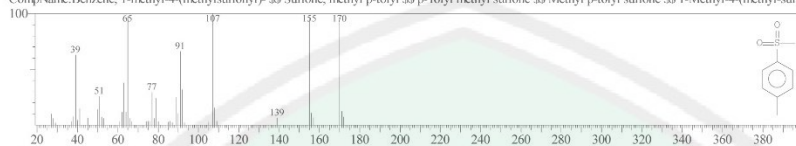
Line#:1 R. Time:41.075(Scan#:4546) MassPeaks:130
RawMode:Averaged 41.067-41.083(4545-4547) BasePeak:107.00(1037441)
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:15050 Library:NIST62.LIB

SI:70 Formula:C8H10O2S CAS:3185-99-7 MolWeight:170 RetIndex:0

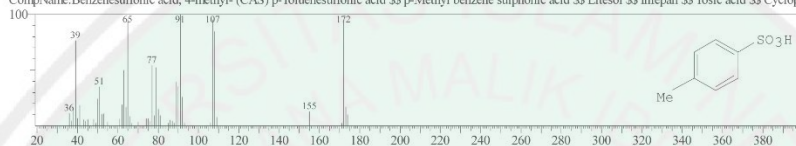
CompName:Benzenesulfonic acid, 4-methyl- (CAS) p-Toluenesulfonic acid SS Sulfone, methyl p-tolyl SS p-Tolyl methyl sulfone SS Methyl p-tolyl sulfone SS 1-Methyl-4-(methyl-sulphonyl)benzene SS Methyl p-tolyl sulphone SS Met



Hit#:2 Entry:44484 Library:WILEY229.LIB

SI:67 Formula:C7H8O3S CAS:104-15-4 MolWeight:172 RetIndex:0

CompName:Benzenesulfonic acid, 4-methyl- (CAS) p-Toluenesulfonic acid SS p-Methyl benzene sulphonic acid SS Etlesol SS Infepan SS Tonic acid SS Cyclophil P T S A SS p-Toluenesulfonate SS Toluene-p-sul



Hit#:3 Entry:189597 Library:WILEY229.LIB

SI:66 Formula:C14H8N6O8 CAS:22014-28-4 MolWeight:388 RetIndex:0

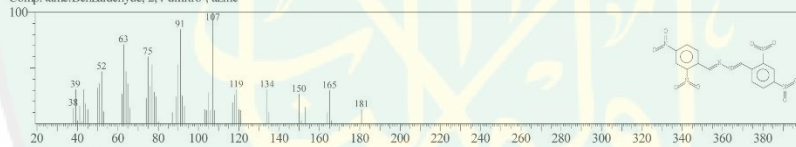
CompName:Benzaldehyde, 2,4-dinitro-, azine (CAS) O,P-DINITROBENZALAZINE SS



Hit#:4 Entry:52870 Library:NIST62.LIB

SI:65 Formula:C14H8N6O8 CAS:22014-28-4 MolWeight:388 RetIndex:0

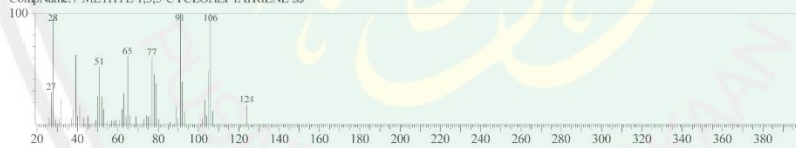
CompName:Benzaldehyde, 2,4-dinitro-, azine



Hit#:5 Entry:6909 Library:WILEY229.LIB

SI:65 Formula:C8H10 CAS:0-00-0 MolWeight:106 RetIndex:0

CompName:7-METHYL-1,3,5-CYCLOHEPTAIENE SS

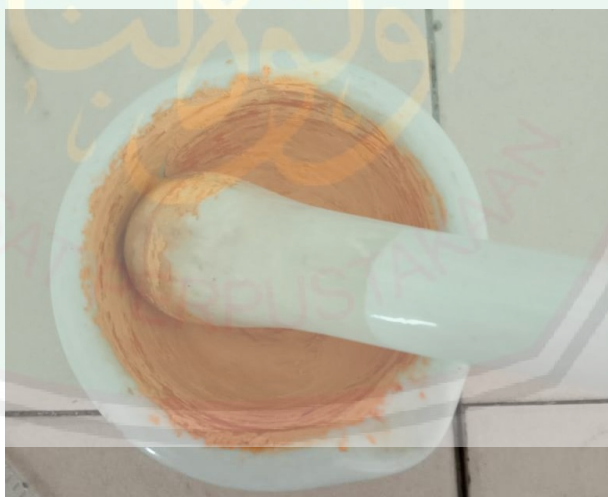


Lampiran 5 Dokumentasi

L.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff



Sintesis dengan metode refluks



Sintesis dengan metode penggerusan



Sintesis dengan metode pengadukan



Hasil sintesis metode sonikasi

L.5.2 Uji Sifat Kimia Basa Schiff



Produk dilarutkan dalam NaOH



Produk dilarutkan dalam akuades