

**PERBANDINGAN METODE REFLUKS, PENGGERUSAN, *STIRRING*
DAN SONIKASI PADA SINTESIS BASA SCHIFF DARI *O*-VANILIN DAN
ANILINA**

SKRIPSI

Oleh:
ACHMAD FURQONI
NIM. 16630114



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

**PERBANDINGAN METODE REFLUKS, PENGGERUSAN, *STIRRING*
DAN SONIKASI PADA SINTESIS BASA SCHIFF DARI *O*-VANILIN DAN
ANILINA**

SKRIPSI

Oleh:
ACHMAD FURQONI
NIM. 16630114

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, *STIRRING*
DAN SONIKASI PADA SINTESIS BASA SCHIFF DARI *O*-VANILIN DAN
ANILINA**

SKRIPSI

Oleh
ACHMAD FURQONI
NIM. 16630114

Pembimbing I : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069



Pembimbing II : Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I
NIP. 20142011409



**Mengetahui,
Ketua Jurusan,**



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

**PERBANDINGAN METODE REFLUKS, PENGGERUSAN, *STIRRING*
DAN SONIKASI PADA SINTESIS BASA SCHIFF DARI *O*-VANILIN DAN
ANILINA**

SKRIPSI

Oleh
ACHMAD FURQONI
NIM. 16630114

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

Penguji Utama	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 2006041 002	
Ketua Penguji	: Febi Yusniyanti, M.Si NIP. LB 68004	
Sekretaris Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	
Anggota Penguji	: Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I NIP. 20142011409	

**Mengetahui,
Ketua Jurusan,**


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertdana tangan di bawah ini:

Nama : Achmad Furqoni

NIM : 16630114

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Perbandingan Metode Refluks, Penggerusan, *Stirring* dan Sonikasi pada Sintesis Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan Anilina.

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

Malang, 30 Desember 2020

Yang membuat pernyataan,



Achmad Furqoni
NIM. 16630114

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, karunia dan ijin-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul **“Perbandingan Metode Refluks, Penggerusan, *Stirring* dan Sonikasi pada Sintesis Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan Anilina”**.

Penulis menyadari dalam penyusunan skripsi ini, penulis tidak lepas dari bimbingan, pengarahan dan bantuan dari berbagai pihak. Maka dari itu, pada kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terimakasih 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. Ibu Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si selaku dosen wali penulis yang selalu memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehatnya.
5. Bapak Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
6. Bapak Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini

7. Seluruh bapak ibu dosen Jurusan Kimia dan segenap Laboran serta staf administrasi Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Bapak dan Ibu tercinta sebagai orang tua serta saudara-saudara penulis yang selalu memberikan semangat, motivasi dan doa sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaian.
9. Teman-teman seperjuangan dan semua pihak yang telah memberi motivasi, informasi dan masukannya pada penulis secara langsung maupun tidak langsung.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Untuk itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi hasil yang lebih baik lagi. Penulis juga berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan dapat memberikan tambahan ilmu bagi pembaca. Amin.

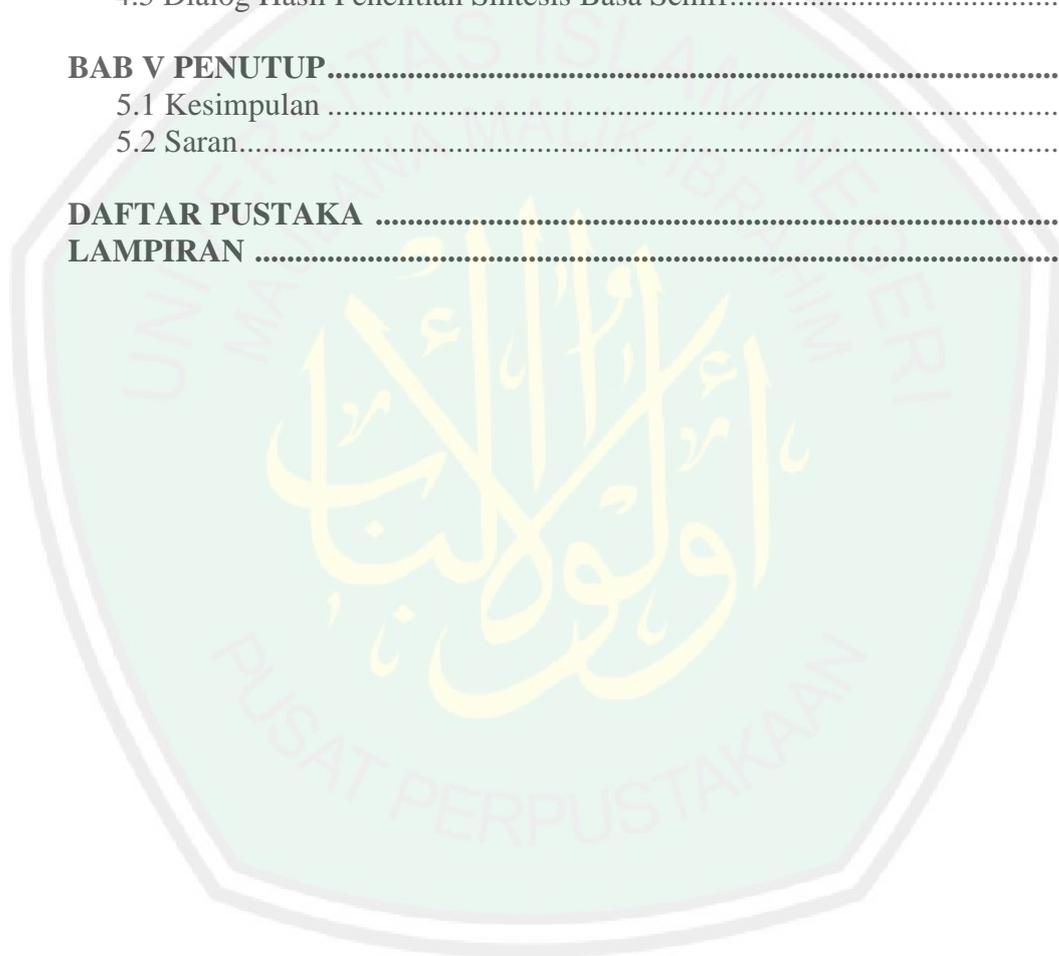
Malang, 19 November 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
ABSTRACT	xiii
المخلص	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 <i>o</i> -Vanilin	6
2.2 Anilina	7
2.3 Basa Schiff	8
2.4 Metode Sintesis Basa Schiff	10
2.4.1 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Refluks	10
2.4.2 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Penggerusan	11
2.4.3 Sintesis Basa Schiff dengan Metode <i>Stirring</i>	12
2.4.4 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Sonikasi	12
2.5 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff	13
2.5.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR	13
2.5.2 Karakterisasi Menggunakan KG-SM	14
2.6 Sintesis Basa Schiff dalam Perspektif Islam	15
BAB III METODE PENELITIAN	17
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat	17
3.2.2 Bahan	17
3.3 Rancangan Penelitian	18
3.4 Tahapan Penelitian	18
3.5 Cara Kerja	19
3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Refluks	19
3.5.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Penggerusan	19
3.5.3 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode <i>Stirring</i>	19

3.5.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Sonikasi	19
3.5.5 Uji Titik Leleh Menggunakan <i>Melting Point Apparatus</i>	20
3.5.6 Uji Sifat Kimia Produk dengan larutan NaOH 2M.....	20
3.5.7 Karakterisasi Produk dengan Spektrofotometer FTIR.....	20
3.5.8 Karakterisasi Produk dengan KG-SM	21
3.5.9 Analisis Data.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol	24
4.2 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis dengan NaOH	26
4.3 Karakterisasi Produk Sintesis dengan FTIR.....	28
4.4 Karakterisasi Produk Sintesis dengan KG-SM	29
4.5 Dialog Hasil Penelitian Sintesis Basa Schiff.....	32
BAB V PENUTUP.....	34
5.1 Kesimpulan	34
5.2 Saran.....	34
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN	39



DAFTAR TABEL

Tabel 1.1 Penelitian terdahulu dalam sintesis basa Schiff	3
Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisik hasil produk sintesis	25
Tabel 4.2 Gugus fungsi yang terdapat dalam produk sintesis.....	29



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur <i>ortho</i> -vanilin (Sam, dkk., 2012)	6
Gambar 2.2	Struktur anilina (Lekha, dkk., 2014).....	7
Gambar 2.3	Reaksi umum pembentukan senyawa basa Schiff (Xavier dan Srividhya, 2014).....	8
Gambar 2.4	Mekanisme reaksi basa Schiff tanpa katalis (Maila, 2016)	9
Gambar 2.5	Spektra FTIR senyawa hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan p-toluidin (Hasanah, dkk., 2017).....	13
Gambar 2.6	Hasil karakterisasi senyawa basa Schiff dengan analisis KG-SM (Al-Hakimi, dkk., 2017)	14
Gambar 4.1	Persamaan reaksi sintesis basa Schiff tidak reversibel	24
Gambar 4.2	Reaksi asam basa Bronsted-Lowry pada senyawa 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol dengan senyawa NaOH	27
Gambar 4.3	Hasil uji kelarutan produk sintesis (a) P ₁ dalam NaOH dan aquades (b) P ₂ dalam NaOH dan aquades (c) P ₃ dalam NaOH dan aquades (d) P ₄ dalam NaOH dan aquades.....	27
Gambar 4.4	Hasil spektra FTIR reaktan dan keempat produk sintesis.....	28
Gambar 4.5	Hasil kromatogram dari keempat produk sintesis.....	30
Gambar 4.6	Hasil spektrometer massa	31
Gambar 4.7	Pola fragmentasi senyawa Schiff 2-metoksi-6 ((fenilimino)metil)fenol.....	31

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	39
Lampiran 2. Diagram Alir.....	40
Lampiran 3. Perhitungan.....	45
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi.....	48
Lampiran 5. Dokumentasi Penelitian.....	62



ABSTRAK

Furqoni, A. 2020. **Perbandingan Metode Refluks, Penggerusan, *Stirring* dan Sonikasi pada Sintesis Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan Anilina.** Pembimbing I: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc. ; Pembimbing II: Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I

Kata Kunci: Basa Schiff, *o*-vanilin, anilina, refluks, penggerusan, *stirring*, sonikasi

Senyawa basa Schiff merupakan produk kondensasi dari senyawa karbonil (aldehida/keton) dengan suatu amina primer. Senyawa basa Schiff (2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol) dapat disintesis dari *o*-vanilin dan anilina melalui beberapa metode. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah refluks, penggerusan, *stirring*, dan sonikasi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui metode yang paling baik diantara keempat metode yang digunakan. Penelitian ini dilakukan untuk menjalankan tugas sebagai khalifah Allah di muka bumi ini.

Basa Schiff disintesis menggunakan metode refluks dengan pelarut air selama 1 jam, pada metode penggerusan dilakukan selama 20 menit, pada metode *stirring* diaduk dengan *stirrer* selama 10 menit dan pada metode sonikasi dilakukan selama 14 menit. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM).

Hasil penelitian bahwa keempat produk sintesis memiliki karakter fisik dan kimia yang sama, yaitu berwujud padatan oranye, titik lebur sekitar 76-78 °C, larut dalam NaOH dan tidak larut dalam air. Spektra FTIR menunjukkan serapan gugus $-C=N$ pada 1615 cm^{-1} . Hasil kromatogram menunjukkan adanya satu puncak dengan kemurnian 100% pada waktu retensi sekitar 38 menit. Rendemen metode refluks, penggerusan, *stirring* dan sonikasi secara berturut-turut adalah 100,132%; 94,855%; 99,009% dan 97,070%.

ABSTRACT

Furqoni, A. 2020. **Comparison of Reflux, Grinding, Stirring and Sonication Methods on Synthesis of Schiff Bases from *o*-Vanillin and Aniline.**

Supervisor I: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc. ; Supervisor II: Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I

Keywords: Schiff base, *o*-vanillin, aniline, reflux, grinding, strirrer, sonication

Schiff base compounds are condensation products of carbonyl (aldehydes /ketones) with a primary amine. Schiff base compound (2-methoxy-6-((phenylimino)methyl)phenol) can be synthesized from *o*-vanillin and aniline through various methods. The methods used in this study are refluxs (water solvent), grinding, water solvents (stirring), and sonication. The aim of this research is to study the best method among the methods used. This research was conducted to carry out duties as the caliph of Allah on this earth.

Schiff base was synthesized using the reflux method with water solvent for 1 hours, the grinding method was carried out for 20 minutes, the stirring was stirred for 10 minutes and the sonication method was carried out for 14 minutes. The synthesized product was characterized using FTIR (Fourier Transform Infra Red) spectrophotometer, Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS).

The results showed that the four synthesized products had the same physical and chemical character, likely orange solid, melting point around 76-78 °C, dissolved in NaOH and insoluble in water. FTIR spectra showed the absorption of -C=N groups at 1615 cm⁻¹. The chromatogram results showed a peak with 100% purity at a retention time of about 38 minutes. The yields of reflux, grinding, stirring and sonication methods were 100.132%; 94.855%; 99.009% and 97.070% respectively.

الملخص

فرقاني، أحمد. ٢٠٢٠. مقارنة بين الارتجاع، الطحن، التحريك وطرق السونيكاشن على توليف باسا شيف من الأو- فانلين والأنيلينا. البحث العلمي. قسم الكيمياء، كلية العلوم و التكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: أحمد حنفي الماجستير ، المشرف الثاني: الدكتور محمد مخلص فخر الدين الماجستير.

الكلمات الرئيسية: باسا شيف ، الأو-فانلين ، الأنيلينا ، الارتجاع ، الطحن ، التحريك ، السونيكاشن

مركبة باسا شيف هي منتجات التكتيف من مركبات الكربونيل (الألدهيدات / الكيتونات) بالأمينات الأساسية. أما مركبة باسا شيف (٢-الميثوكسي -٦- ((الفينيلمينو) الميثيل) الفينول) فيمكن توليفها من الأو-فانلين و الأنيلينا من خلال عدة طرق. الطرق المستخدمة في هذه الدراسة هي الارتجاع ، الطحن ، التحريك ، السونيكاشن. والغرض من هذه الدراسة هو معرفة الطريقة أفضل من بين أربع الطرق المستخدمة. وقد تم إجراء هذا البحث للقيام على عمل الوظيفة كخليفة الله في الأرض.

سيتم توليف باسا شيف باستخدام طريقة الارتجاع بمذيب الماء لمدة ساعة واحدة ، و أما طريقة الطحن فيتم تنفيذها لمدة ٢٠ دقيقة ، واما طريقة التحريك فيتم تقليصها بالتحريك لمدة ١٠ دقائق وأما طريقة السونيكاشن فيتم تنفيذها لمدة ١٤ دقيقة. تم وصف المنتجات المركبة باستخدام مقياس الطيف الضوئي تحويل فورييه بالأشعة تحت الحمراء (FTIR) ، استشراب غازي-مطياف كتلة (GC-MS).

أظهرت نتائج هذه الدراسة حيث أن للمنتجات التوليفية الأربعة نفس الصفات الفيزيائية والكيميائية وهي في صفة شكل المواد الصلبة البرتقالية و في صفة درجة انصهار حوالي ٧٦-٧٨ درجة مئوية و في صفة الذوبان في NaOH و غير الذوبان في الماء. أظهرت أطياف تحويل فورييه بالأشعة تحت الحمراء (FTIR) أن امتصاص الكتلة $C=N$ في ١٦١٥ سم^{-١}. وأما نتائج الكروماتوجرام فتدل على وجود الذروة بنقاء ١٠٠٪ في وقت الاحتفاظ حوالي ٣٨ دقيقة. كانت الحصول على طرق الإرجاع والطحن والتحرك و السونيكاشن على التوالي كما يلي ١٠٠،١٣٢٪ و ٩٤،٨٥٥٪ و ٩٩،٠٠٩٪ و ٩٧،٠٧٠٪.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kesehatan menjadi salah satu isu besar yang menjadi masalah serius yang dihadapi masyarakat global di semua negara, tidak terkecuali Indonesia. Bersamaan dengan dewasanya zaman, penyakit yang dihadapi masyarakat tentu juga mengalami perkembangan karena sudah menjadi sifat makhluk hidup. Hal ini tidak linier dengan ketersediaan fasilitas dan penanganan kesehatan yang dimiliki Indonesia di masa sekarang.

Inovasi-inovasi melalui penelitian dan pengembangan di bidang kesehatan tentunya menjadi jalan paling efektif dalam merespon isu kesehatan tersebut. Salah satu hal utama dalam penyelesaian isu kesehatan adalah penyediaan obat dengan terus mengembangkan tingkat obat dalam konteks efektifitas, baik dalam penyembuhan maupun pencegahan. Basa Schiff adalah salah satu senyawa yang terus diteliti dan dikembangkan sampai sekarang untuk upaya pengobatan pada masalah kesehatan tertentu.

Basa Schiff adalah produk kondensasi dari amina primer dan senyawa karbonil. Ciri struktural umum dari senyawa basa Schiff adalah gugus azometin dengan formula umum $RHC=N-R_1$, di mana R dan R_1 adalah gugus alkil, aril, siklo alkil atau heterosiklik sebagai variasi substitusi. Senyawa ini juga dikenal sebagai anil, imina atau azometin (Ashraf, dkk., 2011).

Basa Schiff dianggap sebagai senyawa serbaguna untuk berbagai aktivitas farmakologis di mana kelompok azometin telah terbukti sangat penting untuk

bioaktivitas (Kratky, dkk., 2017). Sebagai contoh basa Schiff telah menunjukkan banyak aktivitas biologis penting seperti antibakteri (Cao, dkk., 2019), antifungal (Ashraf, dkk., 2011), antitumor (Jesmin, dkk., 2010), antivirus dan antimalaria (Silva, dkk., 2013). Basa Schiff juga bisa berfungsi sebagai ligan dalam pembentukan senyawa kompleks yang memiliki beberapa fungsi, seperti aktivitas antioksidan (Bingol dan Turan, 2019) dan antikorosi (Shukla, dkk., 2019).

Basa Schiff merupakan senyawa yang sangat bermanfaat bagi kehidupan di dunia ini dan merupakan salah satu ciptaan Tuhan Yang Maha Esa terutama dalam dunia kesehatan, hal ini dapat kita pelajari dan kita renungkan, sesuai dengan firman Allah SWT dalam QS. Asy-Syu'ara ayat 7:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾

Artinya:

“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, betapa banyak Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam (tumbuh-tumbuhan) yang baik?”.

Ayat ini memberikan kabar kepada kita umat manusia tentang ketersediaan penyembuh pada apa-apa yang telah ditumbuhkan oleh Allah dari bumi-Nya. Selaras dengan ayat ini pula, senyawa basa Schiff bisa dibuat dari beberapa tanaman tertentu, seperti contoh tanaman vanili (Kumar, dkk., 2012). Ekstrak dari biji vanili tersebut dapat digunakan sebagai bahan pembuatan senyawa vanilin yang merupakan senyawa isomer dari *o*-vanilin (Kumar, dkk., 2012).

Senyawa basa Schiff dapat disintesis melalui reaksi adisi-eliminasi antara senyawa aldehida dengan suatu amina primer. Secara konvensional, sintesis basa

Schiff dilakukan dengan atau tanpa katalis asam dengan merefluks campuran aldehida (keton) dan amina dalam media organik (Yadav dan Mani, 2013). Banyak penelitian sebelumnya yang telah mensintesis basa Schiff secara konvensional. Menurut Thomas dkk. (2009) metode konvensional untuk sintesis basa Schiff memerlukan waktu reaksi yang cukup lama dengan penggunaan pelarut organik dan katalis asam toksik, sehingga metode ini tidak diklasifikasikan sebagai metode yang tidak efektif dan ramah lingkungan.

Selain metode konvensional basa Schiff baru-baru ini disintesis dengan metode yang lebih ramah lingkungan, yaitu metode *green synthesis*. Aspek metode *green synthesis* meliputi pada sintesis basa Schiff dengan metode penggerusan tanpa pelarut, *stirring* dengan pelarut air dan sonikasi. Metode ini tidak menggunakan pelarut organik dan katalis asam toksik sehingga aman bagi lingkungan. Untuk penelitian terdahulu dalam mensintesis basa Schiff melalui beberapa metode dapat dilihat pada Tabel 1.1.

Tabel 1.1 Penelitian terdahulu dalam sintesis basa Schiff

No	Reaktan	Metode	Rendemen	Referensi
1	Asam2-aminopropanoat dan isovanilin	Refluks (pelarut air)	60%	Sachdeva dkk. (2012)
2	1,2-diaminobenzena dan salisilaldehida	Refluks (pelarut etanol)	65%	Rao dkk.(2010)
3	1,2-etilenadamina dan 3,5-dibromo-2-2-hidroksibenzaldehida	Penggerusan	83%	Chavan dkk. (2010)
4	p-toluidina dan o-vanilin	Penggerusan	95,86%	Bendele dkk. (2011)
5	1,2-diaminobenzene dan salisilaldehida	<i>Stirring</i> (pelarut air)	95%	Rao dkk. (2010)
6	3-kloro-4-fluoro anilina dan vanillin	<i>Stirring</i> (pelarut air)	87,20%	Naqvi dkk. (2009)
7	Isoniazid dan p-anisidina	Sonikasi	98,82%	Thomas dkk. (2009)
8	p-toludina dan vanillin	Sonikasi	97%	Bendele dkk. (2011)

Berdasarkan beberapa penelitian yang telah diuraikan dapat disimpulkan bahwa sintesis basa Schiff menggunakan metode *green synthesis* menghasilkan rendemen lebih tinggi daripada metode konvensional. Di sisi lain metode *green synthesis* ini juga memiliki keunggulan tersendiri antara lain, ramah lingkungan karena tidak menggunakan pelarut dan katalis, murah, sederhana dan reaksinya lebih cepat. Selain itu, dari ketiga metode *green synthesis* tersebut memiliki perbedaan hasil rendemen yang sedikit, dengan setiap metode tersebut mempunyai cara tersendiri dalam mensintesis basa Schiff. Oleh karena itu, peneliti mencoba mensintesis basa Schiff dengan menerapkan reaksi antara *o*-vanilin dan anilina melalui beberapa metode yaitu, metode refluks dengan pelarut air, penggerusan tanpa pelarut, *stirring* dengan pelarut air dan sonikasi. Melalui empat metode tersebut akan diketahui metode mana yang paling efisien dalam mensintesis basa Schiff. Hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan FTIR dan KG-SM.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil uji sifat fisiko-kimia dari setiap produk basa Schiff yang disintesis dengan metode refluks, penggerusan, *stirring* dan sonikasi?
2. Bagaimana hasil rendemen dari setiap produk basa Schiff?
3. Bagaimana karakter setiap produk basa Schiff menggunakan analisis FTIR dan KG-SM?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui hasil uji sifat fisiko-kimia dari setiap produk basa Schiff yang disintesis dengan metode refluks, penggerusan, *stirring* dan sonikasi.

2. Untuk mengetahui hasil rendemen setiap produk basa Schiff dari keempat metode yang dilakukan.
3. Untuk mengetahui karakter setiap produk basa Schiff menggunakan analisis FTIR dan KG-SM.

1.4 Batasan masalah

1. Reaktan utama yang digunakan adalah *o*-vanilin dan anilina.
2. Metode yang dilakukan perbandingan adalah metode refluks dengan pelarut air, penggerusan, *stirring* dengan pelarut air, dan sonikasi.
3. Karakterisasi produk basa Schiff hanya dilakukan melalui instrumen FTIR dan KG-SM.

1.5 Manfaat Penelitian

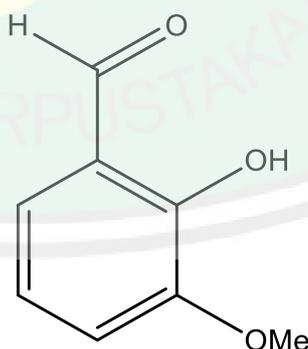
Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan dan informasi yang dapat memperluas keilmuan mengenai metode yang paling baik dalam mensintesis senyawa basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan anilina, diantara empat metode yaitu, pada metode refluks, penggerusan, *stirring* dengan pelarut air dan sonikasi. Selain itu, penelitian ini juga akan memberikan informasi tentang hasil karakterisasi melalui keempat metode tersebut.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *o*-Vanilin

o-Vanillin (2-Hidroksi-3-metoksi-benzaldehida) adalah senyawa organik berserat berwarna kuning muda dengan gugus fungsi aldehida, fenolik dan eter (Shahid, dkk. 2018). *o*-Vanilin dapat ditemukan dalam ekstrak dan minyak esensial dari banyak tanaman. Jenis vanilin ini berbeda dari vanilin (4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida) biasa, dimana kelompok hidroksil berada pada posisi para (Sam, dkk., 2012). *o*-Vanillin memiliki kemampuan untuk mengikat ion-ion logam transisi melalui atom-atom oksigen fenolik, aldehida dan metoksi (Kirpik, dkk. 2018). Senyawa *o*-vanillin juga mempunyai tiga gugus fungsi, yaitu gugus aldehida, fenol dan eter yang dapat membentuk ikatan hidrogen intramolekul dan antarmolekul (Kumar, dkk., 2012). Struktur *o*-vanilin dapat dilihat pada Gambar 2.1.



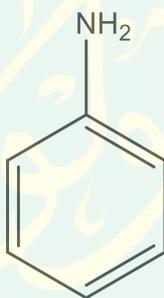
Gambar 2.1 Struktur *o*-vanilin (Sam, dkk., 2012)

Gugus aldehida merupakan gugus yang paling mudah bereaksi secara adisi diantara gugus fungsi dari senyawa *o*-vanillin lainnya. Karbonil dari gugus aldehida

menunjukkan muatan parsial positif pada atom karbon dan muatan parsial negatif pada atom oksigen, atom karbon yang kekurangan elektron (elektrofil) dapat bereaksi dengan nukleofil (Bendale, dkk., 2011). Gugus aldehida pada *o*-vanilin juga dapat bereaksi dengan amina primer membentuk ikatan C=N melalui reaksi adisi-eliminasi (Sembiring, dkk., 2013).

2.2 Anilina

Senyawa anilina merupakan senyawa aromatik dengan rumus kimia $C_6H_5NH_2$ (Gambar 2.2). Anilina memiliki sifat-sifat fisis seperti berwujud cair, dengan warna coklat bening, berat molekul sebesar 93.12 g/mol, titik didih sebesar $184,4^{\circ}C$ dan memiliki massa jenis sebesar $1,024\text{ g/cm}^3$ (Mulyono, 2005).



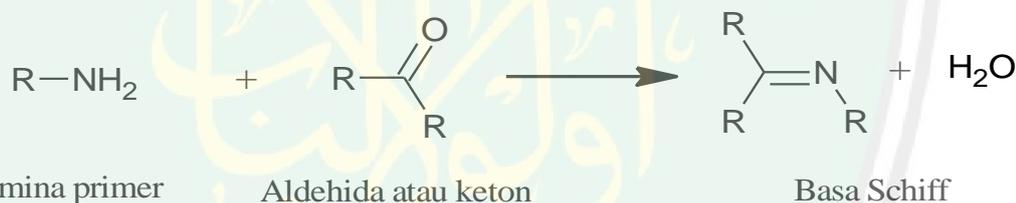
Gambar 2.2 Struktur anilina (Lekha, dkk., 2014)

Kegunaan utama senyawa anilina adalah sebagai pembuatan poliuretan, peptisida, bahan pewarna, plastik, pigmen, cat, dan zat antara dalam industri sintesis kimia (Koyuncu dan Kul, 2019). Oksidasi anilina menyebabkan pembentukan azobenzena, azooksibenzena, nitrobenzena dan nitrosobenzene oleh senyawa organik dan oksidan anorganik. Oksidasi anilin menjadi senyawa azo menjadi minat penelitian bagi para ahli kimia (Lekha, dkk., 2014). Senyawa anilina dapat

menghasilkan suatu senyawa imina ketika direaksikan dengan senyawa aldehida/keton, dimana senyawa imina juga termasuk sebagai senyawa azo, yaitu azometin (Purwono, dkk., 2013).

2.3 Basa Schiff

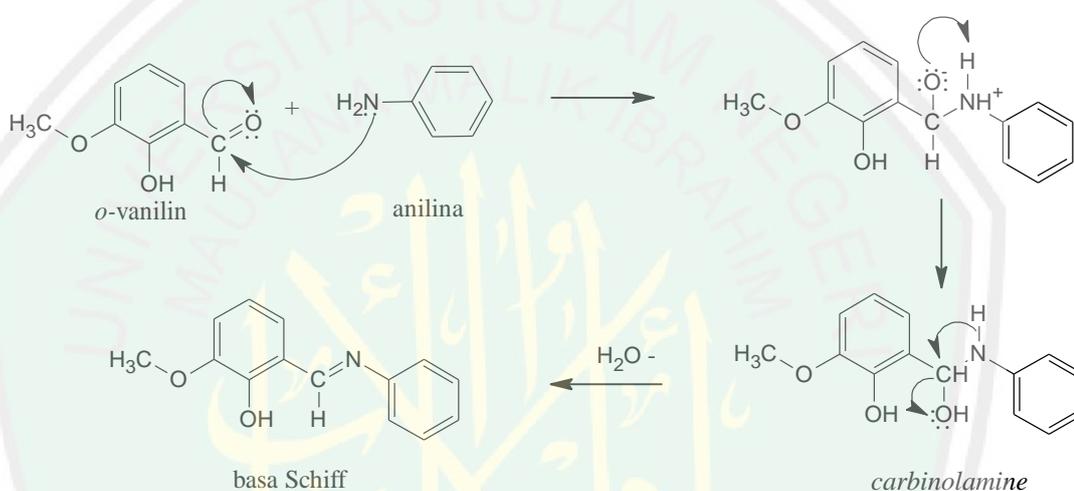
Senyawa basa Schiff merupakan senyawa imina yang dihasilkan melalui reaksi antara amina primer dan aldehida atau keton. Rumus umum basa Schiff adalah $RHC=N-R_1$, di mana R dan R_1 adalah alkil, aril, siklo alkil atau kelompok heterosiklik. Senyawa ini juga dikenal sebagai anil atau azometin (Ashraf, dkk., 2011). Reaksi umum pembentukan senyawa basa Schiff dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Reaksi umum pembentukan senyawa basa Schiff (Xavier dan Srividhya, 2014)

Mekanisme pembentukan basa Schiff pernah dicontohkan oleh Maila (2016) yaitu dengan mereaksikan vanilin dan *p*-anisidina. Mekanisme reaksi tersebut diawali dengan penyerangan pasangan elektron bebas dari nukleofil NH_2 terhadap atom C karbonil sehingga terbentuk senyawa zat antara dipolar tetrahedral. Kemudian terjadi transfer proton dari atom N ke atom O dan membentuk senyawa zat antara, yaitu karbinolamina yang bermuatan netral. Selanjutnya, terjadi pelepasan H_2O secara spontan, hal ini terjadi karena produk

basa Schiff dari reaktan vanilin dan p-anisidina adalah senyawa aromatik terkonjugasi yang stabil sehingga mudah untuk melepaskan H_2O . Mekanisme reaksi di bawah merupakan reaksi pembentukan basa Schiff tanpa katalis dan pelarut, sehingga tidak mengalami reaksi bolak-balik (irreversible) karena katalis asam tidak ditambahkan pada reaksi ini. Prediksi mekanisme reaksi basa Schiff tanpa katalis dari *o*-vanilin dan anilina dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Prediksi mekanisme reaksi basa Schiff tanpa katalis (Maila, 2016)

Fessenden dan Fessenden (1982) menyatakan bahwa aldehida aromatik (seperti *o*-vanilin) atau arilamina (seperti anilina) menghasilkan senyawa imina yang terstabilkan. Hassan (2014) menjelaskan bahwa hasil sintesis basa Schiff melalui aldehida alifatik relatif tidak stabil dan berpolimerisasi, berbeda jika menggunakan aldehida dan amina primer aromatik, senyawa basa Schiff akan terbentuk lebih stabil karena memiliki sistem konjugasi yang panjang. Senyawa basa Schiff yang terstabilkan dapat menggeser kesetimbangan ke arah produk, sehingga dapat menghasilkan produk dengan hasil rendemen yang relatif lebih tinggi.

2.4 Metode Sintesis Basa Schiff

Senyawa basa Schiff dapat disintesis melalui dua metode, yaitu metode konvensional dan metode *Green Synthesis*. Metode konvensional merupakan proses sintesis yang menggunakan pelarut dan katalis kimia yang relatif berbahaya, sedangkan metode *Green Synthesis* merupakan proses sintesis yang menggunakan pelarut air dan katalis alami, ada juga yang tidak menggunakan pelarut (Rao, dkk., 2010). Metode konvensional memiliki beberapa kekurangan, seperti hasil rendemen yang relatif rendah, membutuhkan waktu yang lama dan pelarut yang digunakan menghasilkan produk samping yang dapat mencemari lingkungan, salah satu contoh dari metode ini adalah metode refluks (Patil, dkk., 2011).

Metode *Green Synthesis* merupakan salah satu metode yang bertujuan untuk mengembangkan metode sintesis yang ramah bagi lingkungan (Al Hakimi, dkk., 2017). Adapun beberapa keuntungan metode *Green Synthesis* adalah ramah lingkungan, tidak beracun, murah, sederhana, tidak membutuhkan waktu yang lama, aman dan mengurangi jumlah limbah (Himaja, dkk., 2011), serta hasil rendemen yang dihasilkan relatif lebih tinggi (Rao, dkk., 2010). Sintesis basa Schiff senyawa basa Schiff dapat dilakukan melalui beberapa metode, seperti metode penggerusan (Bendele, dkk., 2011), *stirring* (Zarei dan Jarrahpour, 2011) dan sonikasi (Thalla, dkk., 2012).

2.4.1 Metode Refluks

Secara konvensional, basa Schiff dapat dibuat dengan merefluks amina primer dan aldehida dalam pelarut organik, misalnya etanol atau metanol (El-Ajaily, dkk., 2007). Sintesis basa Schiff dengan metode refluks pernah dilakukan Sachdeva

dkk. (2012) dengan mereaksikan dua reaktan yaitu, Asam2-aminopropanoat dan isovanilin dalam labu alas bulat yang dilengkapi termometer dan kondensor. Pelarut air kemudian ditambahkan dalam labu alas bulat dan diikutsertakan dalam proses refluks. Menurut Ashraf dkk. (2011) metode sintesis ini umumnya dilakukan selama beberapa jam. Setelah proses refluks selesai, campuran reaksi kemudian ditambahkan air dingin, endapan yang diperoleh disaring dengan filtrasi (Kapadnis, dkk., 2016).

2.4.2 Metode Penggerusan

Metode penggerusan dapat memberikan energi aktivasi yang dibutuhkan untuk mereaksikan reaktan dalam suatu reaksi kimia secara langsung yang berhubungan dengan jumlah energi dalam sistem (Kouznetsov, dkk., 2016). Gesekan yang diberikan dalam proses penggerusan akan mengakibatkan transfer energi berupa panas dalam jumlah yang sedikit melalui gesekan tersebut (Zangade, dkk., 2011). Adanya konversi energi mekanik (energi kinetik) yang berubah menjadi energi panas akan menjadi pendorong kuat dalam mereaksikan molekul, sehingga percepatan laju reaksi dapat terjadi (Sana, dkk., 2012).

Hasanah dkk. (2017) mensintesis basa Schiff dengan metode penggerusan yaitu, dengan mencampurkan vanilin dan p-toluidina dalam mortar dan alu, lalu di gerus selama beberapa menit. Penggerusan campuran kedua reaktan tersebut akan membentuk produk basa Schiff. Waktu dalam melakukan penggerusan juga dapat mempengaruhi hasil rendeman yang didapat, semakin lama waktu penggerusan maka semakin tinggi rendemen yang didapat.

2.4.3 Metode *Stirring*

Metode *stirring* adalah salah satu metode *green synthesis* yang digunakan dalam pembuatan basa Schiff. Pada metode ini, reaktan-reaktan utama yang dipilih dapat dicampurkan dan di-*stirring* selama beberapa menit pada suhu kamar. Endapan yang terbentuk di bawah disaring, dicuci dengan air, dan dikeringkan untuk mendapatkan jarum kuning yang merupakan hasil sintesis basa Schiff (Rao, dkk., 2010).

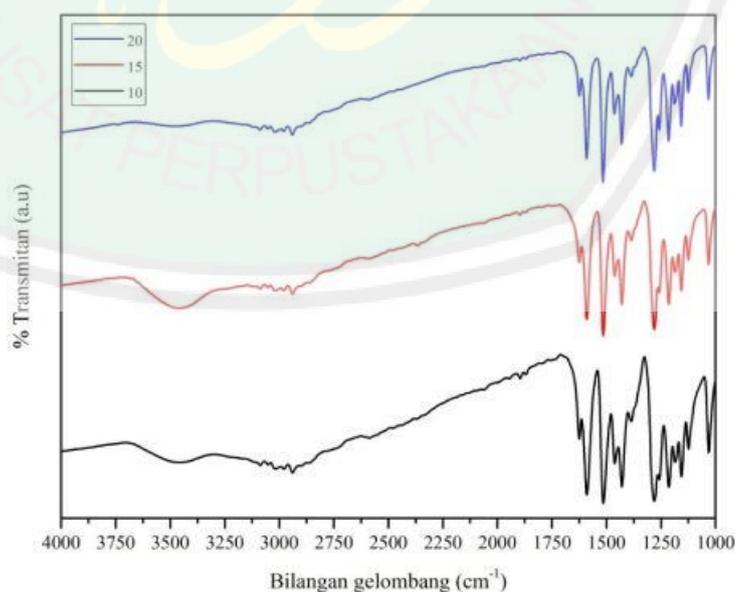
2.4.4 Metode Sonikasi

Metode sonikasi merupakan salah satu metode yang digolongkan dalam metode *green synthesis* (Bendale, dkk., 2011). Prinsip metode sonikasi adalah metode yang menggunakan gelombang suara (ultrasonik) yang memiliki frekuensi tinggi dalam mereaksikan suatu campuran zat (Ameta, dkk., 2018). Sonikasi dapat dilakukan dengan menggunakan rendaman ultrasonik atau probe ultrasonik (sonikator) (Chung, 2017). Sonikator yang berbentuk probe akan menghasilkan gelombang suara yang langsung melekat pada sampel untuk disonikasi. Energi yang ditransfer melalui serangkaian siklus kompresi dan ekspansi yang menciptakan gerakan atau gerakan yang akan melembutkan partikel-partikel yang telah terkumpul pada berbagai permukaan (Thanu, dkk., 2019). Frekuensi ultrasonik yang biasanya digunakan adalah (> 20 kHz). Untuk proses perlakuan metode sonikasi, yaitu campuran reaksi dari reaktan utama dengan medium air diberi radiasi ultrasonik selama beberapa menit (Thomas, dkk., 2009).

2.5 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff

2.5.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrometer FTIR

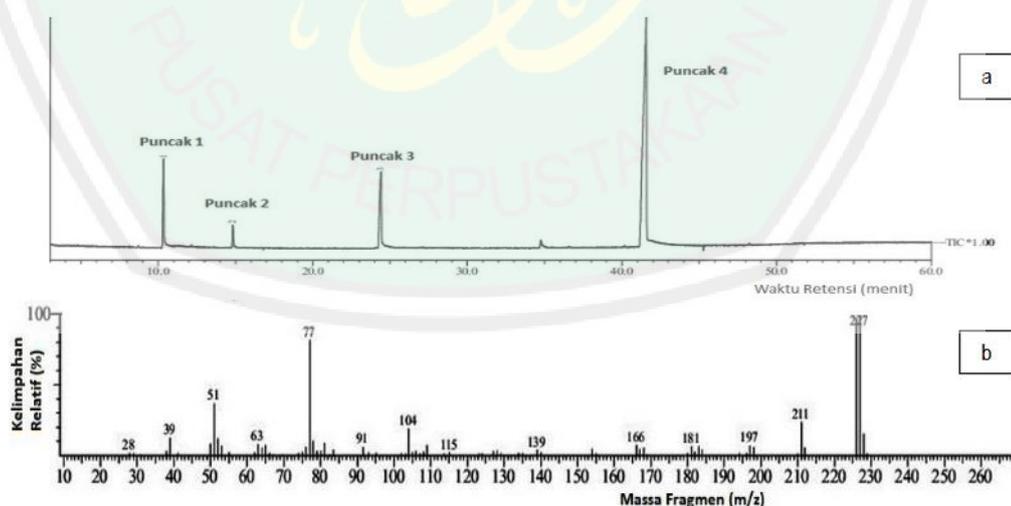
Prinsip kerja FTIR yaitu mengenali gugus fungsi dari suatu senyawa melalui absorbansi inframerah yang telah dipancarkan terhadap suatu senyawa tertentu. Pola absorbansi yang dihasilkan pada setiap senyawa berbeda-beda, sehingga dapat dibedakan dan dikuantifikasikan suatu senyawa tertentu dengan senyawa yang lainnya (Sankari, 2010). Hasanah, dkk. (2017) telah mensintesis basa Schiff 2-metoksi-4-((*p*-tolilimino)metil)fenol dari vanilin dan *p*-toluidina, hasil spektra gugus fungsi imina (C=N) yang didapatkan yaitu pada rentang 1585.532-1590.203 cm^{-1} . Hasil spektra ini sangat berbeda dengan spektra reaktan, dimana gugus C=O karbonil dari vanilin berada pada rentang 1665,841 cm^{-1} dan gugus amina (-NH₂) dari *p*-toluidina berada pada rentang 3470 cm^{-1} dan 3388 cm^{-1} yang tidak ditemukan pada produk hasil sintesis. Hasil spektra FTIR senyawa hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Spektra FTIR senyawa hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin (Hasanah, dkk., 2017)

2.5.2 Karakterisasi Menggunakan KG-SM

Al-Hakimi dkk. (2017) telah mensintesis senyawa imina dari vanilin dan anilin. Lalu dikarakterisasi menggunakan KG-SM pada produk yang memiliki nilai rendemen tertinggi. Kromatogram yang dihasilkan terdapat empat puncak yang menunjukkan bahwa produk mengandung empat senyawa. Berdasarkan pola fragmentasi data SM dan melalui penelusuran *library* puncak 1, 2 dan 3 secara berturut-turut merupakan senyawa anilina, *by product*, dan vanilin. Pada puncak 4 adalah hasil produk dengan waktu retensi 41,57 menit dan persentase luas area atau kemurnian berdasarkan KG sebesar 74,74%. Berdasarkan spektra massa produk (puncak 4) dapat dilihat bahwa nilai m/z 227 dengan kelimpahan relatif sebesar 100% adalah puncak dasar sekaligus puncak ion molekuler. Nilai m/z tersebut sesuai dengan berat molekul senyawa target sintesis yaitu 2-metoksi-4-((fenilimino)metil)fenol. Fragmen-fragmen lain yang umumnya muncul yaitu pada m/z 226, 197, 104, dan 77. Hasil karakterisasi KG-SM dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Hasil karakterisasi senyawa basa Schiff dengan analisis KG-SM (Al-Hakimi, dkk., 2017)

2.6 Sintesis Basa Schiff dalam Perspektif Islam

Allah SWT telah menciptakan bumi ini beserta isinya, supaya bisa memberi kemanfaatan dan kenikmatan bagi makhluk yang hidup didalamnya, terutama bagi manusia. Tetapi kebanyakan dari manusia beranggapan bahwa seluruh alam di bumi ini adalah sebuah harta yang melimpah dan disediakan khusus hanya untuk kemakmuran manusia saja. Sehingga pengambilan sumber daya alam ini dilakukan terus-menerus tanpa memikirkan akibat kerusakan yang terjadi setelahnya. Peristiwa ini seperti yang telah diterangkan oleh Allah SWT dalam firman-Nya QS. Ar-Rum ayat 41:

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

Artinya:

“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”.

Manusia harus bijak dalam mengelola alam yang telah disediakan oleh Allah SWT, tidak serab serebi dalam mengambil sumber daya alam tersebut hanya demi menuruti keserakahan nafsu dan tidak memikirkan kelangsungan hidup berikutnya. Islam mengajarkan bahwa manusia adalah *khalifatullah* di muka bumi, selain mengeksploitasi kemanfaatan yang telah disediakan Allah, manusia juga harus senantiasa menjaga dan melestarikan alam beserta isinya sebagai bentuk

tanggung jawab umat manusia atas anugrah terbesar, yaitu diberinya akal. Seperti firman Allah SWT dalam surah al-An'am ayat 165:

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

Artinya:

“Dan Dialah yang menjadikan kamu sebagai khalifah-khalifah di bumi dan Dia mengangkat (derajat) sebagian kamu di atas yang lain, untuk mengujimu atas (karunia) yang diberikan-Nya kepadamu. Sesungguhnya Tuhanmu sangat cepat memberi hukuman dan sungguh, Dia Maha Pengampun, Maha Penyayang”.

Basa Schiff merupakan senyawa yang memiliki banyak kemanfaatan, salah satunya adalah pemanfaatan basa Schiff sebagai obat. Pemanfaatan sintesis basa Schiff dalam konteks dunia kesehatan adalah satu dari sekian banyak tindakan yang dibenarkan dan diperlukan dalam kehidupan. Tindakan ini mempresentasikan perbuatan manusia yang berorientasi pada kemaslahatan umat sebagai sesama dan bertanggung jawab kepada Allah sebagai Tuhan.

Tanaman merupakan salah satu komponen penting yang berperan dalam kehidupan manusia khususnya pada kesehatan. Meski tidak ada ayat yang dengan jelas menunjukkan tanaman vanili sebagai obat, namun Allah dalam al-Qur'an telah memberi nilai universal, bagaimana Allah menyediakan unsur penyembuh dari tanaman untuk dimanfaatkan manusia. Salah satunya adalah yang diterangkan dalam firman Allah SWT QS. An-Nahl ayat 69:

ثُمَّ كُلِّي مِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ فَاسْلُكِي سُبُلَ رَبِّكِ ذُلًّا يَخْرُجُ مِنْ بُطُونِهَا شَرَابٌ مُخْتَلِفٌ
 أَلْوَانُهُ فِيهِ شِفَاءٌ لِلنَّاسِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ﴿٦٩﴾

Artinya:

“Kemudian makanlah dari segala (macam) buah-buahan lalu tempuhlah jalan Tuhanmu yang telah dimudahkan (bagimu).” Dari perut lebah itu keluar minuman (madu) yang bermacam-macam warnanya, di dalamnya terdapat obat yang menyembuhkan bagi manusia. Sungguh, pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berpikir”.

Tafsir Al-Wajiz: Pada penciptaan binatang lebah yang mungil ini, yang Allah berikan petunjuk kepadanya dengan petunjuk yang mengagumkan, dan Dia memudahkan habitat makanannya, lantas kembali ke sarang sarangnya yang ia renovasi berdasarkan arahan dan petunjuk dari Allah kepadanya, kemudian mengeluarkan dari perut perutnya madu lezat yang beraneka warna, sesuai dengan latar belakang tanah dan habitatnya, yang mana pada madu itu terdapat penyembuh bagi umat manusia dari banyak penyakit, maka semua ini menjadi bukti kesempurnaan perhatian Allah dan kesempurnaan sifat kelembutanNya kepada para hambaNya, dan bahwa Dialah Dzat yang tidak patut ada pihak selainNya yang dicinta dan diseru dalam doa (Al-Zukhaili, 1982).

Berdasarkan dalam surat an-Nahl ayat 69, kita dapat mengambil pengajaran bahwa Allah telah menyediakan unsur penyembuh pada berbagai hal yang tumbuh dari bumi, yang kemudian Allah mudahkan untuk manusia dengan diproses oleh makhluk-Nya yang lain, yaitu lebah. Bagaimana lebah melakukan tugas *Ilahiyyah* dengan memproses unsur-unsur penyembuh pada tanaman menjadi madu, menjadi

inspirasi dari bagaimana dibuatnya senyawa basa Schiff dari tanaman vanili yang merupakan pemberian dan bukti keagungan Allah itu sendiri, yang kemudian dilakukan proses terlebih dahulu untuk selanjutnya bisa dimanfaatkan.

Vanili adalah salah satu tanaman yang memiliki beberapa kemanfaatan. Ekstrak dari biji vanili tersebut dapat digunakan sebagai bahan pembuatan senyawa vanilin yang merupakan senyawa isomer dari *o*-vanilin (Kumar, dkk., 2012). Senyawa vanilin dan *o*-vanilin merupakan senyawa karbonil, ketika direaksikan dengan senyawa amina primer dapat menghasilkan senyawa basa Schiff (Ashraf, dkk., 2011). Senyawa basa Schiff ini memiliki beberapa manfaat, seperti antikanker, antimalaria dan antitumor.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September-Oktober 2020 di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Sintesis dengan sonikator dilakukan di Laboratorium Anorganik UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi KG-SM dan FTIR di Laboratorium Kimia Instrumentasi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang diperlukan pada penelitian ini, diantaranya adalah seperangkat alat refluks, seperangkat alat gelas, rak tabung reaksi, bola hisap, mortar dan alu, neraca analitik, cawan porselen, botol semprot, termometer, *Melting Point Apparatus* (MPA), oven, pipa kapiler, seperangkat alat sonikator probe, spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000, mortar agate, desikator dan seperangkat instrumen KG-SM VARIAN CP-1000 saturn 2200

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan pada penelitian ini, diantaranya adalah o-vanilin, anilina, kloroform, akuades, dan NaOH 2M.

3.3 Rancangan Penelitian

Sintesis basa Schiff pada penelitian ini dilakukan dengan empat metode, yaitu metode refluks (pelarut air), penggerusan, *stirring* (pelarut air), dan sonikasi. Hasil produk sintesis dari keempat metode tersebut diidentifikasi secara fisik, kimia dan dikarakterisasi secara spektral. Pada identifikasi fisik, semua produk sintesis diuji titik lelehnya dengan *Melting Point Apparatus* (MPA) dan diuji sifat kimia dengan NaOH 2M. Pada karakterisasi secara spektral setiap hasil produk dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR dan KG-SM. Analisis sintesis dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Secara kualitatif meliputi identifikasi dan karakterisasi senyawa yang dihasilkan dari setiap hasil sintesis, sedangkan secara kuantitatif meliputi hasil rendemen dari setiap hasil sintesis.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode refluks.
2. Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan.
3. Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode *stirring*.
4. Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode sonikasi.
5. Uji titik leleh produk dengan *Melting Point Apparatus*.
6. Uji sifat kimia produk dengan larutan NaOH.
7. Karakterisasi produk dengan Spektrofotometer FTIR dan KG-SM.
8. Analisis data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode refluks (Sachdeva, dkk., 2012)

o-Vanilin 1,54 g (10 mmol) dan anilina 0,94 g (10 mmol) dilarutkan dalam akuades (10 mL). Kemudian direfluks campuran selama 1 jam pada suhu 100 °C. Produk kristal yang diperoleh disaring, dicuci dengan air, dikeringkan dalam desikator sampai massanya konstan.

3.5.2 Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan (Hasanah, dkk., 2017)

o-Vanilin sebanyak 1,54 g (10 mmol) dan anilina sebanyak 0,94 g (10 mmol) digerus dalam mortar pada suhu ruang selama 20 menit. Produk yang dihasilkan, dikeringkan dengan desikator hingga massanya konstan.

3.5.3 Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode *stirring* (Rao, dkk., 2010)

o-Vanilin sebanyak 1,54 g (10 mmol) dan anilina sebanyak 0,94 g (10 mmol) dicampurkan dalam erlenmeyer. Campuran tersebut ditambahkan dengan akuades 10 mL, kemudian, diaduk dengan *stirring* dalam suhu kamar selama 10 menit. Endapan yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan.

3.5.4 Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode sonikasi (Thalla, dkk., 2012)

o-Vanilin sebanyak 1,54 g (10 mmol) dan anilina sebanyak 0,94 g (10 mmol) dilarutkan dalam air 15 mL. Campuran tersebut, kemudian disonikasi

selama 14 menit. Produk yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan.

3.5.5 Uji titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus*

Produk pada masing-masing hasil sintesis dimasukkan ke dalam pipa kapiler dengan jumlah yang sama. Pipa kapiler dan termometer dipasangkan pada alat MPA. MPA dinyalakan serta diatur suhu kenaikannya hingga 20 °C/menit, kemudian, diturunkan suhu menjadi 10 °C/menit. Bila suhu yang teramati telah mencapai perkiraan titik leleh senyawa, maka diatur kenaikan suhu menjadi 1 °C/menit. Diamati proses pelelehan produk sintesis hingga produk sintesis meleleh.

3.5.6 Uji sifat kimia produk dengan larutan NaOH 2M

Hasil produk pada masing-masing sintesis sebanyak 0,005 g dimasukkan ke dalam 8 tabung reaksi yang berbeda. Ditambahkan pada 4 tabung reaksi dengan 2 mL akuades. Ditambahkan NaOH 2M 2 mL pada 4 tabung reaksi yang lainnya. Dikocok masing-masing campuran dalam setiap tabung. Terakhir, diamati perubahan yang terjadi.

3.5.7 Karakterisasi produk dengan Spektrofotometer FTIR

Produk basa Schiff pada masing-masing hasil sintesis dicampur dengan KBr (dilakukan secara bergantian) dan digerus dengan mortar agate. Ditekan dan dibentuk pelet hasil gerusan dengan perbandingan KBr:senyawa basa Schiff (98:2). *Inject* pelet yang sudah pada *cell holder* instrumen FTIR. Terakhir, dibuat spektra IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹

3.5.8 Karakterisasi produk dengan KG-SM

Setiap 1 μ L produk sintesis dari setiap metode dilarutkan dalam pelarut kloroform 10.000 ppm. Campuran tersebut diinject ke dalam injektor KG_SM VARIAN CP-3800 SATURN 2000 dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: AGILENT J & W VF-FMS
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: CP 3800 (GC) Saturn 2200 (MS)
Oven	: Terprogram 100 °C (10 menit) \rightarrow 290 °C (21 menit)
Temperatur injektor	: 310 °C
Tekanan gas	: 20,8 Kpa
Kecepatan aliran gas	: 0,49 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium

Ditunggu beberapa saat hingga muncul kromatogram dan spektra SM yang dapat diinterpretasikan.

3.5.9 Analisis data (Ningsih dan Hanapi, 2018)

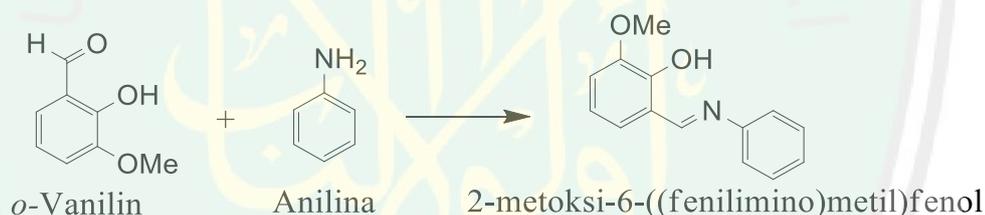
Sintesis basa Schiff dinyatakan berhasil apabila produk hasil sintesis sedikit larut dalam air, dapat larut sempurna dalam NaOH 2M dan titik lebur 75-77 °C. Pada karakterisasi dengan FTIR, senyawa target memiliki serapan khas C=N yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang sekitar 1500-1600 cm⁻¹. Pada karakterisasi dengan KG-SM, senyawa target memiliki ion molekuler pada m/z 277.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol disintesis menggunakan reaktan *o*-vanilin dan anilina. *o*-Vanilin merupakan senyawa aldehida dengan gugus -C=O dan anilina adalah senyawa amina primer dengan gugus -NH₂. Reaksi dari kedua reaktan tersebut akan menghasilkan senyawa imina (basa Schiff) yang mempunyai ciri khas gugus -C=N (imina). Persamaan reaksi sintesis basa Schiff ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Persamaan reaksi sintesis basa Schiff tidak reversibel

Sintesis basa Schiff 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol dilakukan melalui empat metode yang berbeda, yaitu metode refluks, penggerusan, *stirring* dan sonikasi. Dalam metode ini, pengaplikasian pelarut air digunakan untuk mengganti pelarut organik pada semua metode, kecuali pada metode penggerusan. Pelarut air lebih dipilih karena air merupakan pelarut yang mudah didapat, murah, tidak beracun, lebih aman dan ramah lingkungan (Sachdeva, dkk., 2012).

Produk sintesis kemudian dianalisis sifat fisiknya, meliputi wujud, warna, massa dan titik leburnya. Selain untuk mengamati sifat fisik, analisis ini juga

bertujuan untuk mengetahui perbedaan antara reaktan dan produk sintesis. Hasil pengamatan sifat fisik dari keempat produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisik hasil produk sintesis

Pengamatan	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Oranye	Oranye	Oranye	Oranye
Massa (g)	2,2773	2,1532	2,2475	2,2035
Rendemen (%)	100,1332	94,855	99,009	97,070
Titik Lebur (°C)	76-77	76-78	76-78	76-78

Keterangan:

P₁ = Produk sintesis dengan metode Refluks

P₂ = Produk sintesis dengan metode Penggerusan

P₃ = Produk sintesis dengan metode *Stirring*

P₄ = Produk sintesis dengan metode Sonikasi

Berdasarkan Tabel 4.1 menunjukkan bahwa hasil keempat produk sintesis memiliki karakter fisik yang sama, yaitu berupa padatan dengan warna oranye. Berbeda dengan warna reaktannya, *o*-vanilin yang memiliki karakter fisik berupa padatan berwarna kuning dan anilina yang berbentuk cairan berwarna coklat. Perbedaan karakter fisik tersebut mengindikasikan bahwa reaksi antara kedua reaktan telah menghasilkan suatu senyawa baru. Pada titik lebur produk sintesis menghasilkan 76-78 °C, hasil ini hampir sama dengan penelitian Ningsih dan Hanapi (2018) yang telah mensintesis senyawa yang sama dan dilengkapi dengan data ¹H-NMR dan ¹³C-NMR (L.4.3).

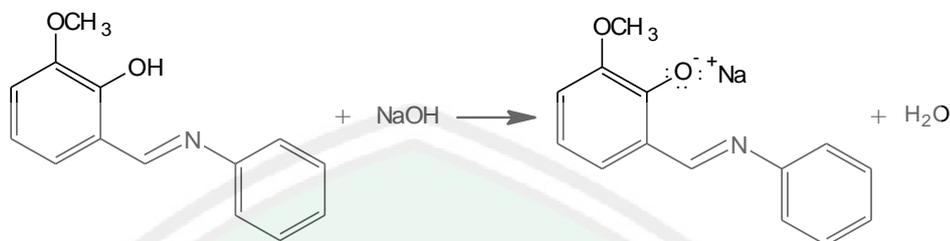
Rendemen dari setiap produk sintesis menunjukkan hasil yang berbeda. Meskipun rendemen tertinggi dicapai oleh metode refluks jika dibandingkan dengan tiga metode lainnya, metode ini masih membutuhkan waktu yang sangat lama untuk menyelesaikan reaksi (sekitar 1 jam) dan itu masih belum dihitung pada proses pendinginan sampel yang berlangsung cukup lama. Namun, pada metode

refluks menghasilkan rendemen yang melebihi angka 100%, yaitu 100,132%. Hal ini diduga karena masih terdapat adanya kandungan air dari pelarut yang digunakan dan tidak dihilangkan secara maksimal pada desikator. Sedangkan, pada reaktan yang digerus pada suhu ruang (metode penggerusan), membutuhkan waktu reaksi sekitar 20 menit, dengan hasil rendemen 94,855%. Adapun senyawa yang disintesis melalui pengadukan dalam pelarut air pada suhu ruang (metode *stirring*) menghasilkan rendemen 99,009%, dengan waktu reaksi 10 menit. Untuk senyawa yang disintesis dengan pemberian gelombang ultrasonik (metode sonikasi) menghasilkan rendemen 97,070%, dengan waktu reaksi sekitar 7 menit. Metode *stirring* dan sonikasi memerlukan reaksi yang lebih pendek dibandingkan dengan proses refluks dan penggerusan. Melihat dari hal tersebut, metode *stirring* merupakan metode yang paling efisien dari ketiga metode lainnya karena hasil yang baik diperoleh dalam waktu reaksi yang lebih singkat dan juga memiliki hasil rendemen yang tinggi.

4.2 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis dengan NaOH

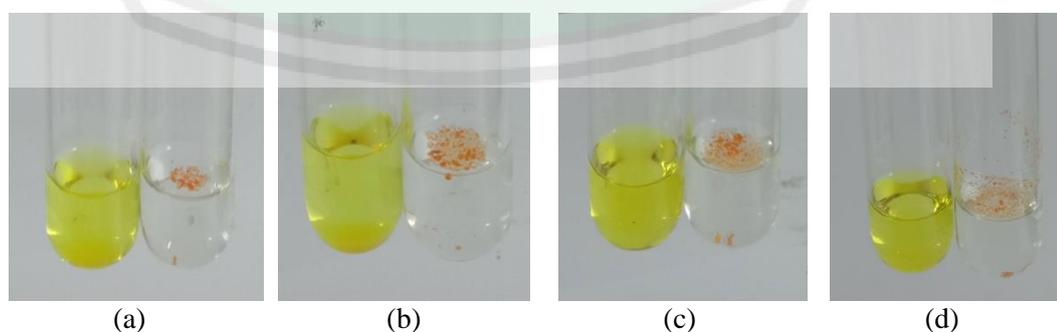
Uji sifat kimia merupakan pengujian yang bertujuan untuk mengetahui keberadaan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol dalam produk sintesis yang memiliki gugus fenolat. Uji ini didasarkan pada teori asam basa *Bronsted-Lowry* dengan teori transfer proton. Senyawa 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol bersifat asam karena memiliki gugus fenolat bertindak sebagai pendonor proton yang akan mendonorkan proton miliknya pada senyawa NaOH yang bersifat basa sebagai penerima proton. Reaksi asam basa tersebut akan menyebabkan ion H^+ pada senyawa produk digantikan oleh ion Na^+ dalam senyawa

NaOH dan akan membentuk garam natrium fenolat. Persamaan reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Reaksi asam basa Bronsted-Lowry pada senyawa 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol dengan senyawa NaOH

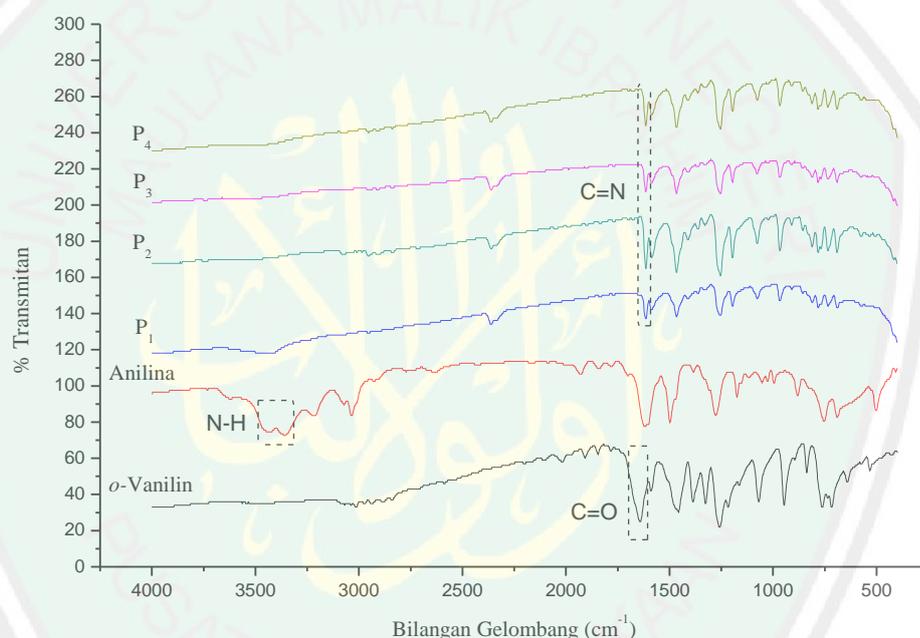
Gambar 4.3 menunjukkan bahwa produk sintesis tidak larut dalam aquades dan larut sempurna dalam larutan NaOH. Produk sintesis tidak larut dalam air ditunjukkan dengan hasil larutan yang tidak berwarna dan terdapat padatan yang masih mengapung di permukaan larutan. Sedangkan produk sintesis larut sempurna dalam larutan NaOH, ditunjukkan dengan terbentuknya larutan berwarna kuning. Produk sintesis bereaksi terlebih dahulu dengan NaOH dan membentuk garam natrium fenolat, sehingga membuat larutan berwarna kuning. Hal tersebut membuktikan bahwa dalam produk sintesis terdapat gugus fenolat yang diduga sebagai gugus dari senyawa target 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol.



Gambar 4.3 Hasil uji kelarutan produk sintesis (a) P₁ dalam NaOH dan aquades (b) P₂ dalam NaOH dan aquades (c) P₃ dalam NaOH dan aquades (d) P₄ dalam NaOH dan aquades

4.3 Karakterisasi Produk Sintesis dengan FTIR

Karakterisasi FTIR merupakan karakterisasi yang bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dalam suatu senyawa. Hasil spektra FTIR produk sintesis akan diidentifikasi untuk mengetahui keberadaan gugus-gugus fungsi dalam senyawa target, terutama gugus fungsi C=N (imina) yang menjadi serapan khas senyawa target 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol. Hasil FTIR produk sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR reaktan dan keempat produk sintesis

Gambar 4.4 menunjukkan bahwa keempat produk sintesis memiliki spektra IR yang hampir sama dan sangat berbeda dari hasil spektra IR reaktan. Keempat produk sintesis menunjukkan adanya gugus fungsi C=N (imina) yang merupakan serapan khas gugus fungsi senyawa target pada bilangan gelombang 1615 cm⁻¹. Hasil spektra IR tidak menunjukkan gugus N-H dari anilina dan gugus C=O dari *o*-vanilin. Tetapi, pada hasil spektra IR metode refluks diduga terindikasi gugus N-H

pada bilangan gelombang 3405 cm^{-1} dan gugus C-N pada bilangan gelombang pada 1330 cm^{-1} . Gambar 4.4 memiliki hasil puncak yang sama dengan penelitian Ningsih dan Hanapi (2018) yang telah mensintesis senyawa yang sama dan dilengkapi dengan data $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ (L.4.3). Selain itu, berbagai serapan gugus fungsi juga ditemukan untuk memperkuat adanya senyawa target dalam produk sintesis (Tabel 4.2). Hal ini mengindikasikan bahwa dalam keempat produk sintesis telah terbentuk senyawa target basa Schiff 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol.

Tabel 4.2 Gugus fungsi yang terdapat dalam produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})				Literatur*
	P1	P2	P3	P4	
C=N	1615	1615	1615	1615	1690-1590
-OH <i>stretch</i>	3477 dan 3530	3478	3486	3485	3640-3530
C-O <i>stretch</i> fenol	1196	1196	1196	1196	~1200
C _{sp3} -H <i>stretch</i> alifatik	2954	2954	2955	2955	2970-2950
C _{sp3} -H <i>bend</i> alifatik	1466	1466	1467	1467	1470-1430
C _{sp2} -H <i>stretch</i> aromatik	3078	3077	3078	3078	3130-3070
C _{sp2} -H <i>bend</i> aro- matik	1076-690	1076-691	1077-691	1076-691	1225-670
C=C aromatik	1586	1586	1586	1586	1615-1580
<i>Overtone</i> aro- matik	2000-1768	2000-1770	2000-1778	2000-1776	2000-1660

Keterangan:

P₁ = Produk sintesis dengan metode Refluks

P₂ = Produk sintesis dengan metode Penggerusan

P₃ = Produk sintesis dengan metode *Stirring*

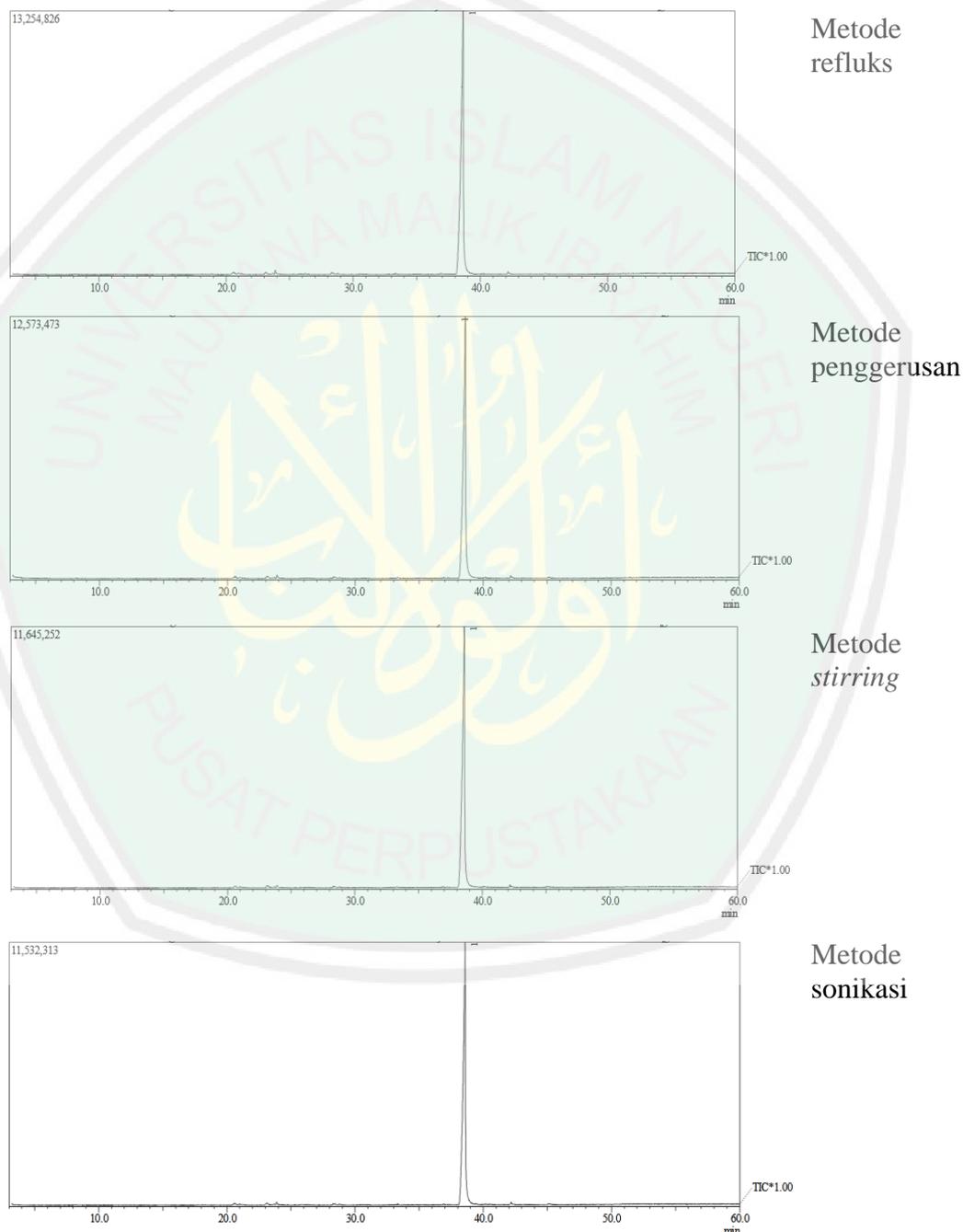
P₄ = Produk sintesis dengan metode Sonikasi

* = Coates, J (2000)

4.4 Karakterisasi Produk Sintesis dengan KG-SM

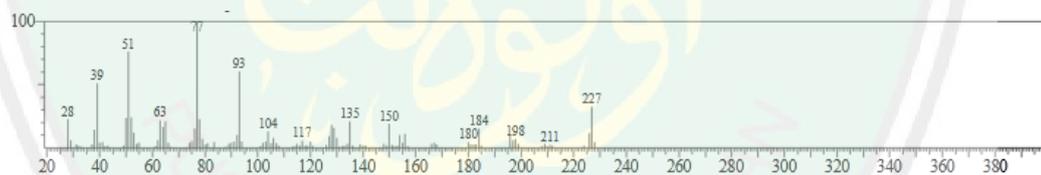
Proses analisis produk sintesis dengan KG-SM bertujuan untuk memperkuat bukti adanya senyawa target basa Schiff 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol dan mengukur kemurnian senyawa target yang terbentuk. Dalam analisis KG-SM akan

menghasilkan kromatogram untuk mengetahui jumlah senyawa yang terdapat dalam produk dan spektroskopi massa untuk mengetahui Mr dan struktur dari senyawa target berdasarkan puncak-puncak (m/z) dari fragmen yang terbentuk. Hasil kromatogram dari keempat produk sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.5.

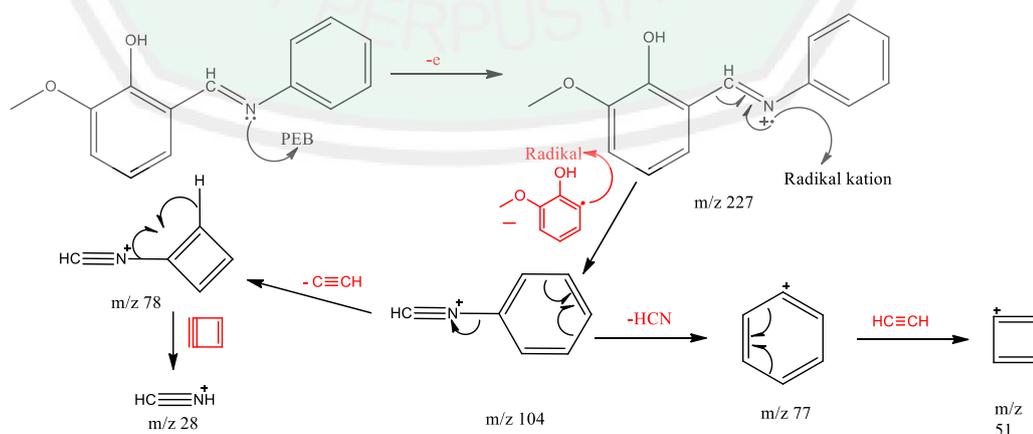


Gambar 4.5 Hasil kromatogram dari keempat produk sintesis

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa keempat produk sintesis menghasilkan satu puncak pada waktu retensi yang sama, yaitu sekitar 38 menit. Masing-masing produk sintesis juga menghasilkan tingkat kemurnian sampai 100%. Kemurnian tersebut berbeda dengan hasil rendemen, karena pada hasil rendemen berkemungkinan adanya *Human error*. Sedangkan pada hasil spektrometer massa (Gambar 4.6) menunjukkan adanya *base peak* pada m/z 77 dan ion molekuler dengan m/z 227 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target. Puncak yang menjadi *base peak* merupakan fragmen yang memiliki kelimpahan tertinggi dan kestabilan tertinggi diantara fragmen-fragmen yang terbentuk. Jadi, dapat diduga bahwa puncak yang dihasilkan pada kromatogram merupakan senyawa target basa Schiff 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol. Hasil pola fragmentasi dari beberapa puncak (m/z) dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan hasil lebih lengkapnya dapat dilihat pada L.4.2.6.



Gambar 4.6 Hasil spektrometer massa



m/z 277; 104; 77; 51; 28

Gambar 4.7 Pola fragmentasi senyawa Schiff 2-metoksi-6 ((fenilimino)metil)fenol

4.5 Dialog Hasil Penelitian Sintesis Basa Schiff

Manusia merupakan makhluk ciptaan Allah yang paling istimewa di bumi ini, akal merupakan anugerah terbesar yang diberikan oleh Allah dan keistimewaan yang hanya dimiliki oleh manusia dan tidak dimiliki oleh makhluk lainnya. Akal membuat manusia dapat berfikir, melalui berfikir manusia dapat mengembangkan segala sesuatu yang ada pada dirinya dan lingkungan sekitarnya. Hal ini juga yang membuat manusia disebut sebagai *khalifatullah* di bumi. Seperti yang diterangkan dalam firman Allah SWT QS. Ali ‘Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ 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 (190). (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan 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 (191)”.

Ayat di atas menggambarkan bagaimana manusia melakukan pengamatan atas fenomena alam di langit dan bumi, menelaah dan menganalisis, kemudian membuat rumusan atau teori. Itulah aksiologi dalam bangunan sains Islam, yakni menyibak rahasia alam yang tidak satu pun tercipta dengan sia-sia. Keberhasilan

sang ilmuwan dalam menyibak rahasia alam tidak membuat ilmuwan Muslim takabur, arogan, dan mengabaikan Sang Pencipta. Sebaliknya, mereka semakin takjub akan kekuasaan-Nya hingga semakin tunduk, dekat, dan takut kepada-Nya (Purwanto, 2015).

Buah hasil dari berbagai pengamatan dan pemikiran adalah sebuah pengetahuan. Sintesis basa Schiff merupakan salah satu dari sekian banyak pengetahuan yang telah ditemukan. Pemanfaatan sintesis basa Schiff dalam konteks dunia kesehatan adalah satu dari sekian banyak tindakan yang dibenarkan dan diperlukan dalam kehidupan. Tindakan ini mempresentasikan perbuatan manusia yang berorientasi pada kemaslahatan umat sebagai sesama dan bertanggung jawab kepada Allah sebagai Tuhan.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((fenilimino)metil)fenol memiliki sifat fisik berupa padatan berwarna oranye, titik lebur antara 76-78 °C, larut sempurna dalam NaOH dan tidak larut dalam air. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR menghasilkan puncak khas gugus imina ($-C=N-$) pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} . Sedangkan karakterisasi menggunakan GC-MS menghasilkan satu puncak dengan kemurnian 100% dan ion molekuler pada m/z 227 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target. Rendemen metode refluks, penggerusan, *stirring* dan sonikasi secara berturut-turut adalah 100,132%; 94,855%; 99,009% dan 97,070%. Dilihat dari keefisiannya dalam membentuk produk, metode *stirring* merupakan metode yang terbaik karena memiliki rendemen tinggi dengan waktu reaksi yang sedikit.

5.2 Saran

1. Masih dibutuhkannya sistem pengeringan produk yang lebih efisien, untuk mempersingkat waktu.
2. Dibutuhkan analisis menggunakan $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ untuk memperkuat hasil produk sintesis.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Hakimi, N. S., Hanapi, A. dan Fasya, A. G. 2017. Green Synthesis Senyawa Imina dari Vanillin and Anilindengan Katalis Alami Air Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*). *ALCHEMY Journal of Chemistry*, 5(4): 120-124.
- Al-Zukhaili, W. 1982. *Tafsir Al-Wajiz*. Suriah: Darul Fikr.
- Ameta, S.C., Ameta, R., dan Ameta, G., 2018. *Sonochemistry: An Emerging Green Technology*. CRC Press.
- Ashraf, M. A., Mahmoud, K. dan Wajid, A. 2011. Synthesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases. *IPCBE*, 10: 1-7.
- Bendale, A. R., Bhatt, R., Nagar, A., Anil G., Jadhav dan Vidyasagar, G. 2011. Schiff Base Synthesis by Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*, 3(2): 34-38.
- Bingol, M. dan Turan, N. 2019. Schiff Base and Metal (II) Complexes Containing Thiophene-3-carboxylate: Synthesis, Characterization and Antioxidant Activities. *Journal of Molecular Structure*.
- Cao, N., Jianga, R., Haob, L., Tianan, L., Mo, R., Fan, Y., Zhao J. dan Ren, L. 2019. Anti-adhesive and Bactericidal Polymeric Coating Based on Schiff-Base Reaction. *Materials Letters*, Vol. 4 No. 114.
- Chung, D. D. L. 2017. Cement-matrix Composites for Smart Structures. *Smart Materials and Structures*, Vol. 9 No. 4.
- Coates, J. 2000. Interpretation on Infrared Spectra, a Pratical Approach. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, 12: 10815-10837
- El-Ajaily, M. M., Abdlseed, F. A. dan Ben-Gweirif, S. 2007. Preparation, Characterization and Antibacterial Activity of Some Metal Ion Complexes. *E-Journal of Chemistry*, 4(4): 461-466.
- Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Hasanah, U., Hanapi, A. dan Ningsih, R. 2017. Synthesis of Schiff Base Compound from Vanillin and p-Toluidine by Solvent Free-Mechanochemical Method. *Proceeding of International Conference on Green Technology*, 8(1): 278-281.
- Hassan, F. 2014. Synthesis, Charazterization and Antioxidant of Some 4-Aminophenyl-4h-1, 2, 4-triazole-3-hiol Derivatives. *Internationa Journal of Applied Science and Technology*, 4(2): 202-211.

- Himaja, M., Poppy, D. dan Asif, K. 2011. Green Technique Solvent Free Synthesis and It's Advantages. Review. *IJRAP*, 2(4): 1079-1086.
- Jesmin, M., Ali, M. M. dan Khanam, J. A. 2010. Antitumour Activities of Some Schiff Bases Derived from Benzoin, Salicylaldehyde, Amino Phenol and 2,4 Dinitrophenyl Hydrazine. *Thai J. Pharm. Sci.*, 34: 20-31.
- Kapadnis, K. H., Jadhav, S. P., Patil, A. P. dan Hiray, A. P. 2016. Four Synthesis Methods of Schiff Base Ligands and Preparation of Their Metal Complex with IR and Antimicrobial Investigation. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 5(2): 1055-1063.
- Kouznetsov, V. V., Arenas, D. R. M., Bonilla, C. A. M., Macias, M. A., Rousseid, P. dan Gauthierc, G. H. 2016. Grinding and Milling: Two Efficient Methodologies in the Solvent-Free Phosphomolybdic Acid-Catalyzed and Mechanochemical Synthesis of Cis-4-amido-N-yl-2-methyl-tetrahydroquinolines. *J. Braz. Chem. Soc.*, 27(12): 2246-2255.
- Koyuncu, H. dan Kul, A. R. 2019. Removal of Aniline from Aqueous Solution by Activated Kaolinite: Kinetic, Equilibrium and Thermodynamic Studies. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol. 2 No. 57.
- Kratky, M., Dzurkova, M., Janousek, J., Konecna, K., Trejtnar, F., Stolarikova, J. dan Vinsova, J. 2017. Sulfadiazine Salicylaldehyde-Based Schiff Bases: Synthesis, Antimicrobial Activity and Cytotoxicity. *Molecules*, 22: 1-15.
- Kumar, S., Jyotirmayee, K. dan Sarangi, M. 2012. Thin Layer Chromatography: A Tool of Biotechnology for Isolation of Bioactive Compounds from Medicinal Plants. *Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res.*, 18(1): 126-132.
- Lekha, L., Rajac, K. K., Rajagopal, G. dan Easwaramoorthy, D. 2014. Schiff Base Complexes of Rare Earth Metal Ions: Synthesis, Characterization and Catalytic Activity for the Oxidation of Aniline and Substituted Anilines. *Journal of Organometallic Chemistry*, 753: 72-80.
- Maila, W. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan P-toluidin Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia* S.). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Mulyono. 2005. *Kamus Kimia*. Jakarta: Bumi Aksara.
- Naqvi, A., Shahnawaaz, M., Rao, A. V., Seth, D. S. dan Sharma, N. K. 2009. Synthesis of Schiff Bases via Environmentally Benign and Energy-Efficient Greener Methodologies. *E-Journal of Chemistry*, 6(1): 75-78.

- Ningsih, R. dan Hanapi, A. 2018. Green Synthesis, Karakterisasi dan Aktivitas Antikorosi Senyawa Turunan Imina dari o-Vanilin. *Laporan Penelitian*. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 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.
- Purwanto, A. 2015. *Nalar Ayat-Ayat Semesta Menjadikan Al-Quran sebagai Basis Kontruksi Ilmu Pengetahuan*. Mizan: Bandung.
- Purwono, B., Anwar, C. dan Hanapi, A. 2013. Syntheses of Azo-imine Derivatives from Vanillin as an Acid Base Indicator. *Indo. J. Chem.* 13(1): 1-6.
- Rao, V. K., Reddy, S. S., Krishna, B. S., Naidu, K. R. M., Raju, C. N. dan Ghos, S. K. 2010. Synthesis of Schiff's Bases in Aqueous Medium: A Green Alternative Approach with Effective Mass Yield and Highreaction Rates. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 3(3): 217-223.
- Sachdeva, H., Saroj, R., Khaturia, S. dan Dwivedi, D. 2012. Operationally Simple Green Synthesis of Some Schiff Bases Using Grinding Chemistry Technique and Evaluation of Antimicrobial Activities. *De Gruyter*, 1: 469-477.
- Sam, N., Affan, M. A., Salam, M. A., Ahmad, F. B. dan Asaruddin, M. R. 2012. Synthesis, Spectral Characterization and Biological Activities of Organotin(IV) Complexes with Ortho-vanillin-2-hydrazinopyridine (VHP). *Open Journal of Inorganic Chemistry*, 2: 22-27.
- Sana, S., Reddy, K. R., Rajanna, K. C., Venkateswarlu, M. dan Ali, M. M. 2012. Mortar-Pestle and Microwave Assisted Regioselective Nitration of Aromatic Compounds in Presence of Certain Group V and VI Metal Salts under Solvent Free Conditions. *International Journal of Organic Chemistry*, 2: 233-247.
- Sembiring, Z., Hastiawan, I., Zainuddin, A. dan Bahti, H. H. 2013. Sintesis Basa Schiff Karbazona Variasi Gugus Fungsi: Uji Kelarutan dan Analisis Struktur Spektroskopi Uv-vis. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*.
- Shahid, M., Salim, M., Khalid, M., Tahir, M. N., Khan, M. U. dan Braga, A. A. C. 2018. Synthetic, XRD, Non-covalent Interactions and Solvent Dependent Nonlinear Opticalstudies of Sulfadiazine-ortho-vanillin Schiff Base: (E)-4-((2-hydroxy-3-methoxy-benzylidene) amino)-N-(pyrimidin-2-yl) benzene sulfonamide. *Molecular Structure*, Vol. 2 No.43.
- Shukla, S. N., Gaur, P., Raidas, M. L. dan Chaurasia, B. 2019. Tailored Synthesis of Unsymmetrical Tetradentate ONNO Schiff Base Complexes of Fe(II),

Co(II) and Ni(II): Spectroscopic Characterization, DFT Optimization, Oxygen-Binding Study, Antibacterial and Anticorrosion Activity. *Journal of Molecular Structure*.

Thanu, D. P. R., Zhao, M., Han, Z. dan Keswani, M. 2019. *Fundamentals and Applications of Sonic Technology*. University of Arizona: USA.

Thomas, A. B., Tupe, P. N., Badhe, R. V., Nanda, R. K., Kothapalli, L. P., Paradkar, O. D., Sharma, P. A. dan Deshpande, A. D. 2009. Green Route Synthesis of Schiff's Bases of Isonicotinic Acid Hydrazide. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 2(1): 23-27.

Xavier, Dr. A. dan Srividhya, N. 2014. Synthesis and Study of Schiff base Ligands. *IOSR Journal of Applied Chemistry (IOSR-JAC)*, 7(11): 6-15.

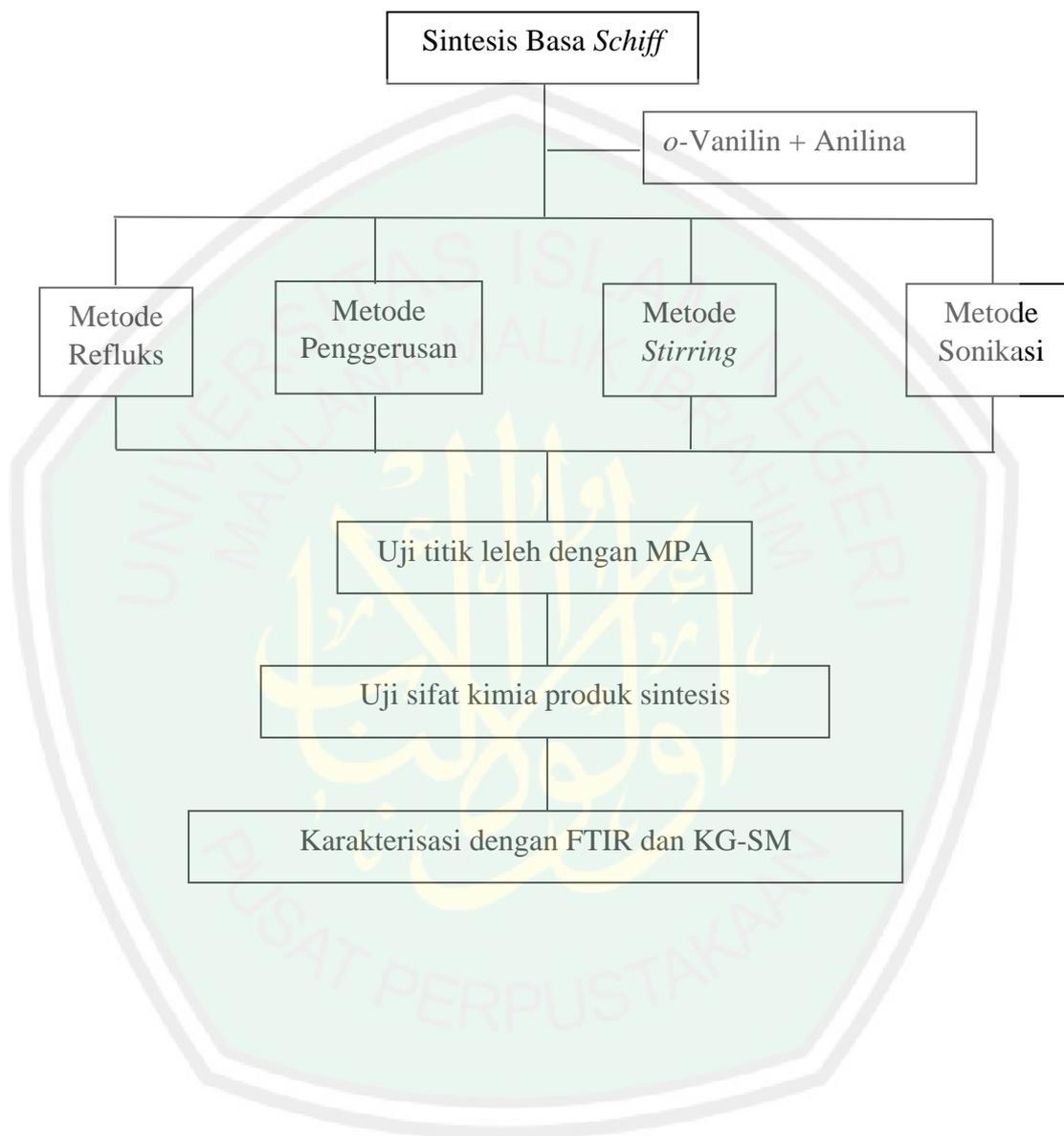
Yadav, G. dan Mani, J. V. 2015. Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Research*, 4(2): 121-127.

Zangade, S., Mokle, S., Vibhute, A. dan Vibhute, Y. 2011. An Efficient and Operationally Simple Synthesis of Some New Chalcones by Using Grinding Technique. *Chemical Sciences Journal*, Volume 2011: 1-13.

Zarei, M. dan Jarrahpour, A. 2011. Green and Efficient Synthesis of Azo Schiff Bases. *Iranian Journal of Science and Technology*, A3: 235-242.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian



Lampiran 2. Diagram Alir

L.2.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Refluks

o-Vanilin

- Ditimbang sebanyak 1,54 gram
- Dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL
- Ditambahkan anilina sebanyak 0,94 gram
- Dilarutkan dengan air 10 mL
- Dituangkan dalam labu alas bulat
- Direfluks selama 1 jam
- Disaring dengan kertas saring
- Dicuci dengan air
- Dikeringkan dalam desikator hingga massa konstan

Hasil

L.2.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Penggerusan

o-Vanilin

- Ditimbang dengan berat 1,54 gram
- Dimasukkan ke dalam mortar
- Ditambahkan anilina dengan berat 0,94 gram
- Digerus dalam suhu ruang selama 20 menit
- Dikeringkan dalam desikator hingga massa konstan

Hasil

L.2.5 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 termometer dalam MPA
- Dinyalakan MPA dan diatur suhu kenaikan hingga 20 °C/menit
- Diturunkan suhu menjadi 10 °C/menit
- Diatur kenaikan suhu menjadi 1 °C/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

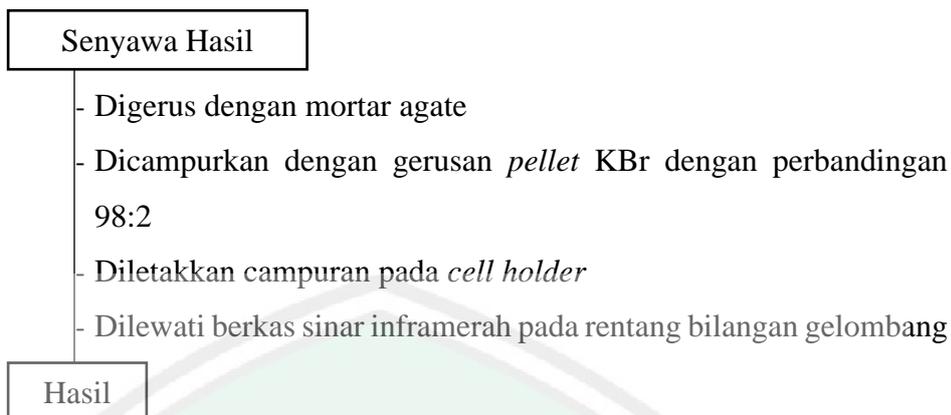
L.2.6 Uji Kelarutan dengan Larutan NaOH

0,005 g Produk

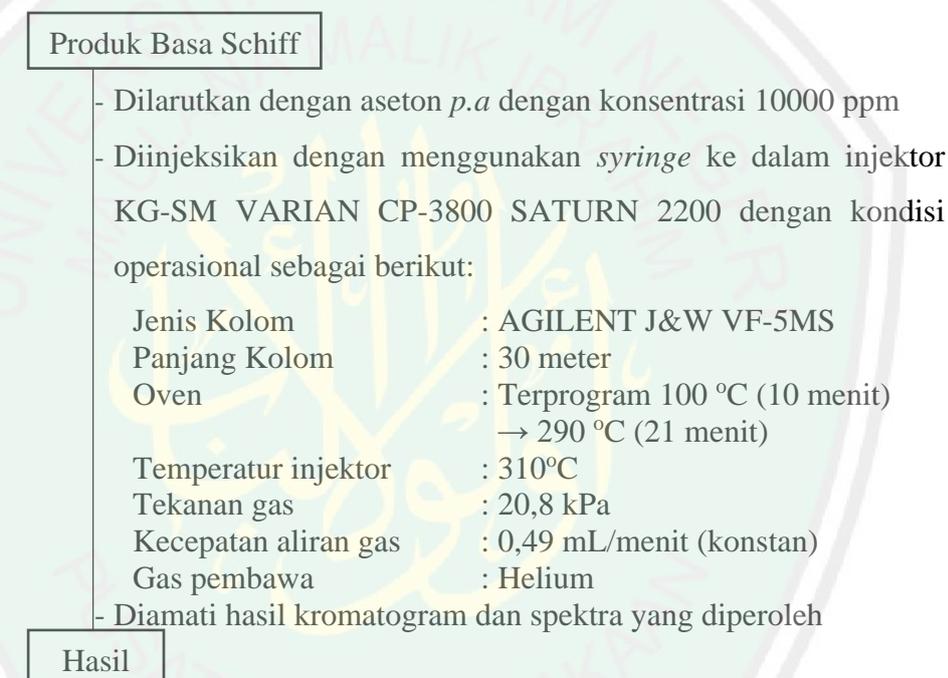
- Dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda
- Ditambahkan 2 mL akuades pada salah satu tabung reaksi
- Ditambahkan NaOH 2M sebanyak 2 mL pada tabung reaksi lain
- Dikocok
- Diamati perubahan yang terjadi

Hasil

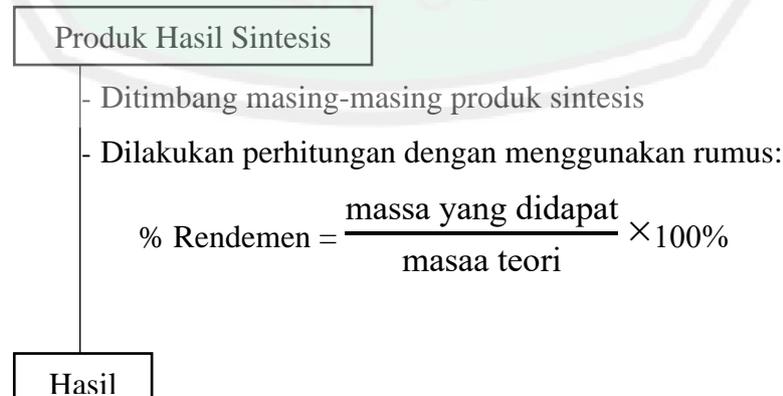
L.2.7 Karakterisasi Produk dengan Spektrofotometer FTIR



L.2.8 Karakterisasi Produk dengan KG-SM



L.2.9 Penentuan Rendemen Produk



L.2.10 Karakterisasi Produk dengan Spektroskopi NMR

Produk Sintesis Terbaik

- Dilarutkan dalam pelarut CDCl_3
- Ditambahkan sejumlah kecil TMS sebagai internal standar
- Dimasukkan dalam tabung NMR sampai kedalaman 4,5 cm di dalam tabung (tempat sampel)
- Diputar sekitar sumbunya untuk mengusahakan agar semua bagian dari larutan terkena medan magnet yang sama
- Dioperasikan instrument NMR tipe Agilent DD2 dengan kekuatan medan magnet 500 MHz, hingga muncul signal ^1H -NMR

Hasil

Lampiran 3. Perhitungan

L.3.1 Penentuan massa *o*-vanillin (99 %) 0,01 mol yang digunakan (1)

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\ \text{BM senyawa} &= 152,147 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,01 \text{ mol} \\ \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 152,147 \text{ g/mol} \\ &= 1,52 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned} \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{Massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{1,52 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 1,52 \text{ g}}{99 \text{ g}} \\ &= 1,54 \text{ g} \end{aligned}$$

L.3.2 Penentuan massa anilina (99,5 %) 0,01 mol yang digunakan (2)

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2 \\ \text{BM senyawa} &= 93,129 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,01 \text{ mol} \\ \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,01 \text{ mol} \times 93,129 \text{ g/mol} \\ &= 0,93 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned} \frac{99,5 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{Massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \frac{99,5 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{0,0931 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 0,931 \text{ g}}{99,5} \\ &= 0,93 \text{ g} \end{aligned}$$

L.3.3 Penentuan massa senyawa (2-metoksi-5-((fenilimino)metil)fenol) secara teoritis (3)



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

$$\text{Rumus molekul senyawa (3)} = \text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{NO}_2$$

$$\text{BM senyawa (3)} = 227 \text{ g/mol}$$

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

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

$$= 0,01 \text{ mol} \times 227 \text{ g/mol}$$

$$= 2,27 \text{ g}$$

L.3.4 Pembuatan Larutan NaOH 2 M

$$\text{Rumus molekul senyawa} = \text{NaOH}$$

$$\text{BM senyawa} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Volume larutan} = 10 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi larutan} = 2 \text{ M}$$

$$\text{Mol senyawa} = \text{konsentrasi} \times \text{volume}$$

$$= 2 \text{ M} \times 0,01 \text{ L}$$

$$= 0,02 \text{ mol}$$

$$\text{Massa senyawa} = \text{mol} \times \text{BM}$$

$$= 0,02 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 0,8 \text{ g}$$

L.3.5 % Rendemen

1. Metode refluks

$$\begin{aligned}\% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{massa yang didapat}}{\text{masaa teori}} \times 100\% \\ &= \frac{2,2773}{2,27} \times 100\% \\ &= 100,132\%\end{aligned}$$

2. Metode penggerusan

$$\begin{aligned}\% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{massa yang didapat}}{\text{masaa teori}} \times 100\% \\ &= \frac{2,1532}{2,27} \times 100\% \\ &= 94,855\%\end{aligned}$$

3. Metode *stirring*

$$\begin{aligned}\% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{massa yang didapat}}{\text{masaa teori}} \times 100\% \\ &= \frac{2,2475}{2,27} \times 100\% \\ &= 99,009\%\end{aligned}$$

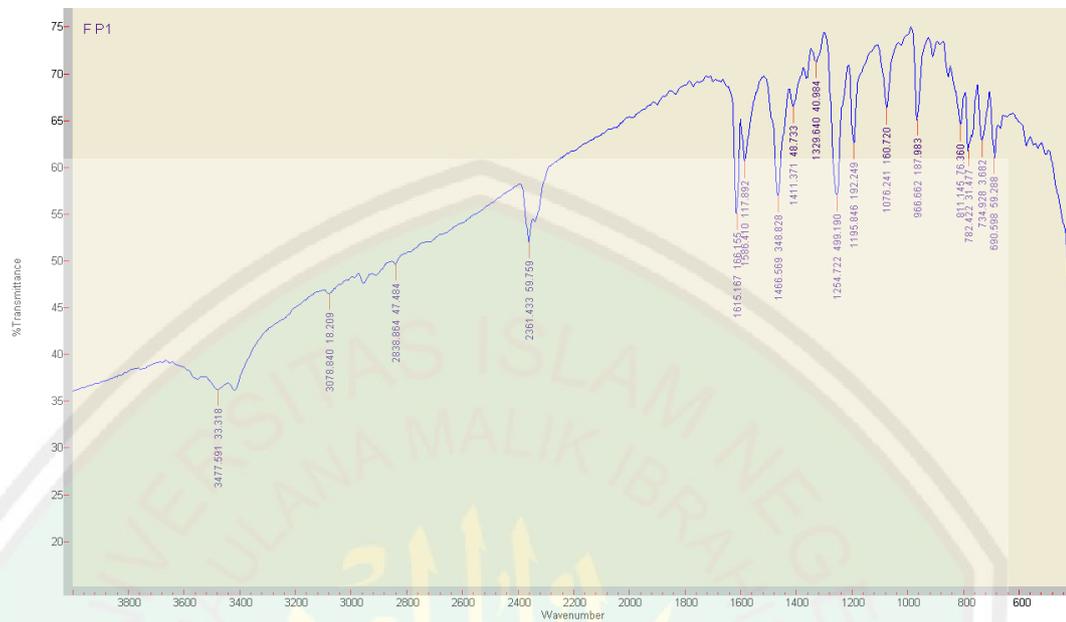
4. Metode sonikasi

$$\begin{aligned}\% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{massa yang didapat}}{\text{masaa teori}} \times 100\% \\ &= \frac{2,2035}{2,27} \times 100\% \\ &= 97,070\%\end{aligned}$$

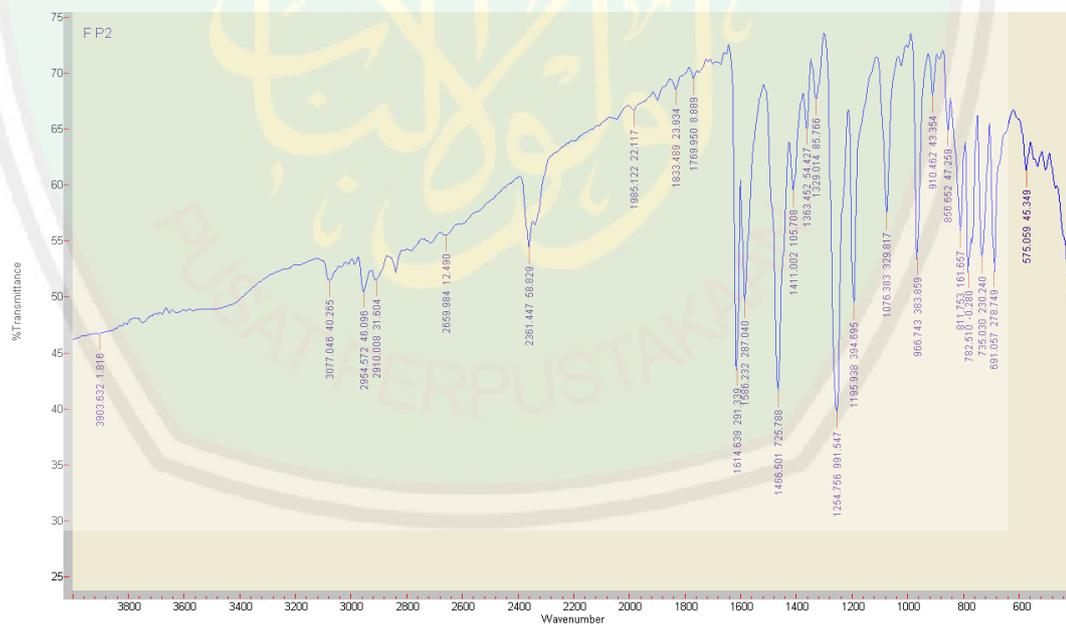
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi FTIR

L.4.1.1 Metode Refluks



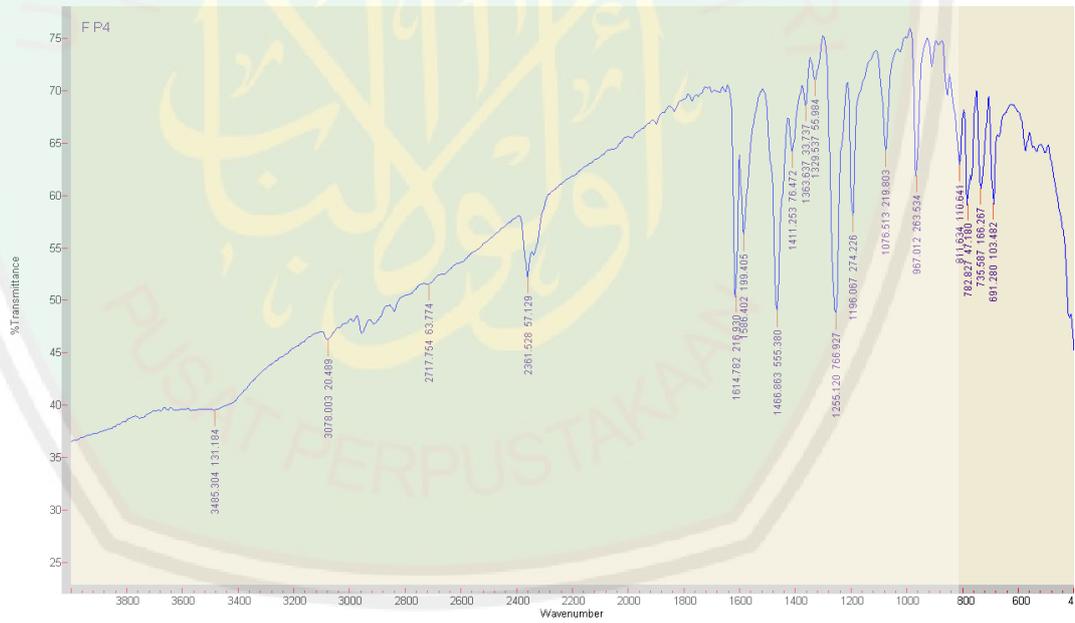
L.4.1.2 Metode Peggerusan



L.4.1.3 Metode *Stirring*



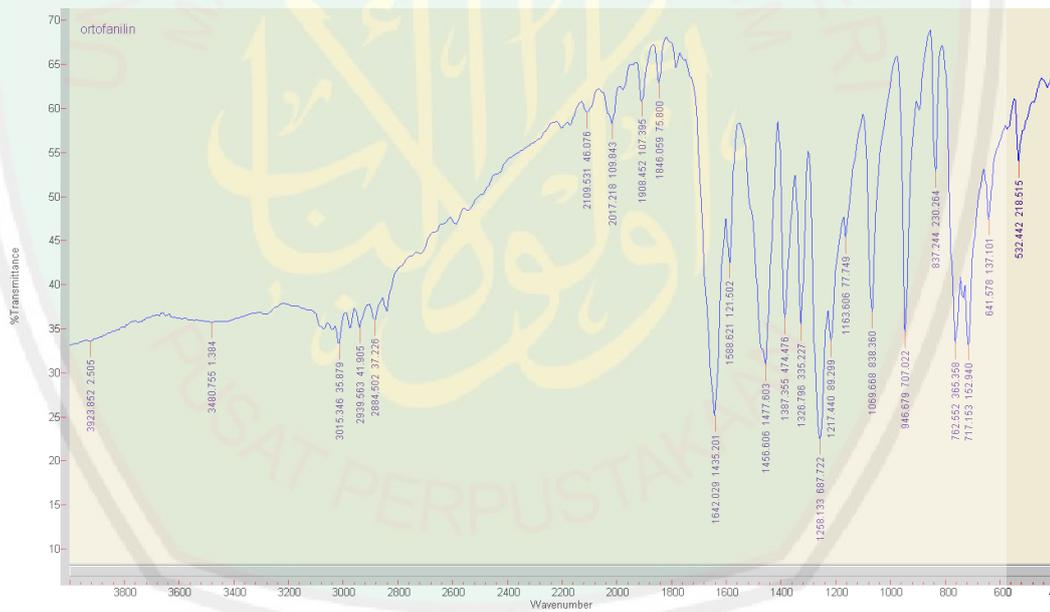
L.4.1.4 Metode *Sonikasi*



L.4.1.5 Spektra Anilina



L.4.1.6 Spektra o-vanilin



L.4.2 Hasil Karakterisasi KG-SM

L.4.2.1 Metode KG-SM



Lab Kimia Organik FMIPA - UGM

GCMS-QP2010S SHIMADZU

Kolom : Rtx 5
 Panjang : 30 meter
 ID : 0,25 mm
 Film : 0,25 um
 Gas pembawa : Helium
 Pengionan : EI 70 Ev

Method

[Comment]

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

[GC-2010]

Column Oven Temp. : 70.0 °C
 Injection Temp. : 300.00 °C
 Injection Mode : Split
 Flow Control Mode : Pressure
 Pressure : 13.7 kPa
 Total Flow : 28.0 mL/min
 Column Flow : 0.50 mL/min
 Linear Velocity : 25.9 cm/sec
 Purge Flow : 3.0 mL/min
 Split Ratio : 49.0
 High Pressure Injection : OFF
 Carrier Gas Saver : OFF
 Splitter Hold : OFF
 Oven Temp. Program

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

< Ready Check Heat Unit >

Column Oven : Yes
 SPL1 : Yes
 MS : Yes

< Ready Check Detector(FID) >

< Ready Check Baseline Drift >

< Ready Check Injection Flow >

SPL1 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

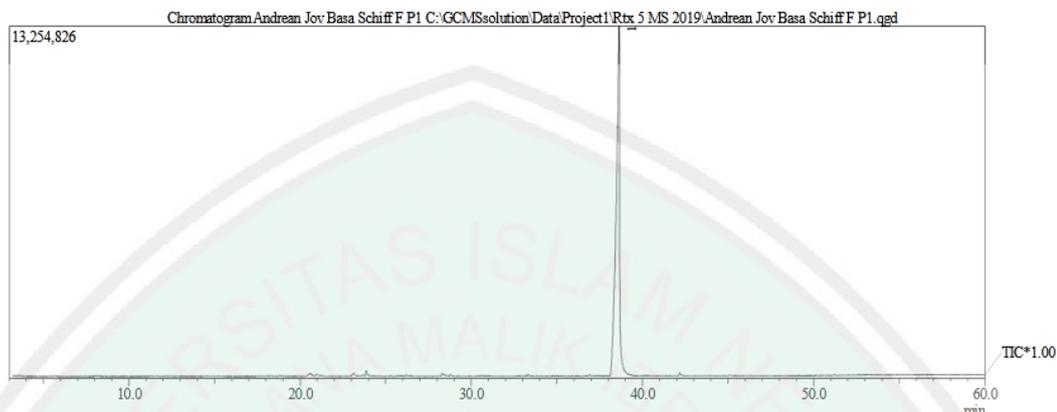
L.4.2.2 Metode Refluks



Lab Kimia Organik FMIPA - UGM

Sample Information

Analyzed by : Admin
 Sample Name : Andrian Jov Basa Schiff F P1
 Sample ID :
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Andrian Jov Basa Schiff F P1.gcd
 Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Organik baru.qgm
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune1\juni 30 2020.qgt

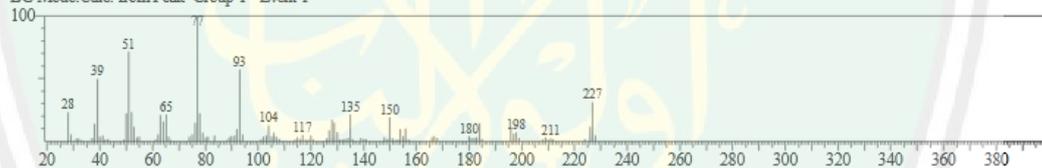


Peak#	R. Time	I. Time	F. Time	Area	Area%	Height
1	38.644	38.092	38.925	177551272	100.00	12461830
				177551272	100.00	12461830

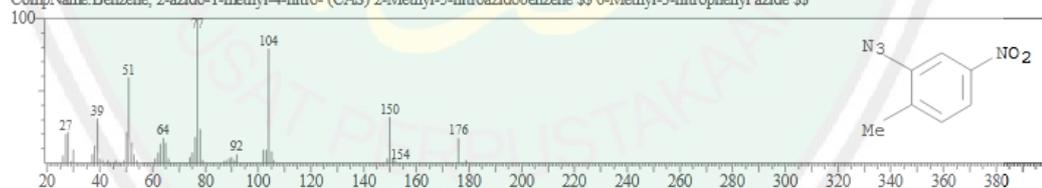
Library

<< Target >>

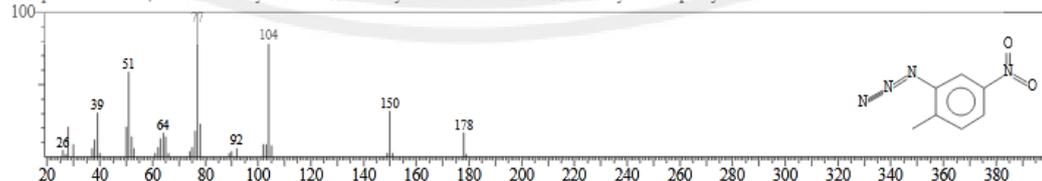
Line#:1 R. Time:38.650(Scan#:4255) MassPeaks:104
 RawMode:Averaged 38.642-38.658(4254-4256) BasePeak:77.00(1344328)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



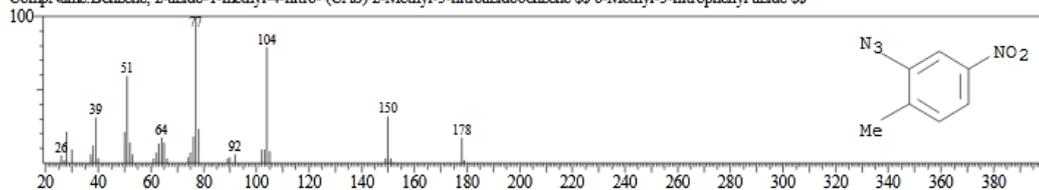
Hit#:1 Entry:48567 Library:WILEY229.LIB
 SI:68 Formula:C7 H6 N4 O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0
 CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- (CAS) 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide \$\$



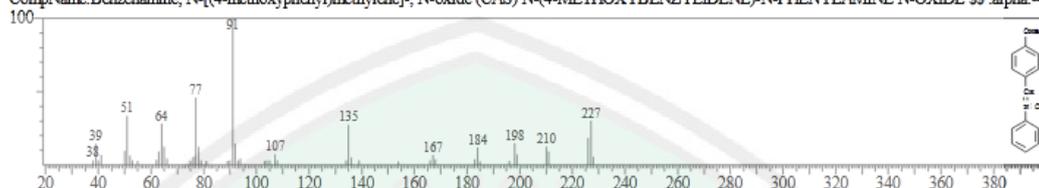
Hit#:2 Entry:17024 Library:NIST62.LIB
 SI:67 Formula:C7H6N4O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0
 CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- \$\$ 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide



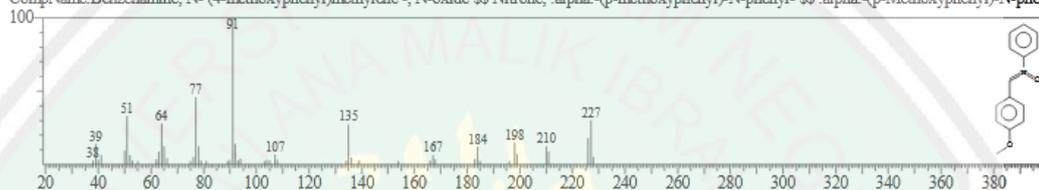
Hit#3 Entry:48566 Library:WILEY229.LIB
 SI:67 Formula:C7 H6 N4 O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0
 CompName:Benzenzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- (CAS) 2-Methyl-5-nitroazidobenzene Me 6-Methyl-3-nitrophenyl azide NO_2



Hit#4 Entry:90713 Library:WILEY229.LIB
 SI:66 Formula:C14 H13 N O2 CAS:3585-93-1 MolWeight:227 RetIndex:0
 CompName:Benzenamine, N-[(4-methoxyphenyl)methylene]-, N-oxide (CAS) N-(4-METHOXYBENZYLIDENE)-N-PHENYLAMINE N-OXIDE α -4'



Hit#5 Entry:29351 Library:NIST62.LIB
 SI:66 Formula:C14H13NO2 CAS:3585-93-1 MolWeight:227 RetIndex:0
 CompName:Benzenamine, N-(4-methoxyphenyl)methylene-, N-oxide (CAS) Nitron, α -(p-methoxyphenyl)-N-phenyl- α -(p-Methoxyphenyl)-N-phenyl-



L.4.2.3 Metode Peggerusan

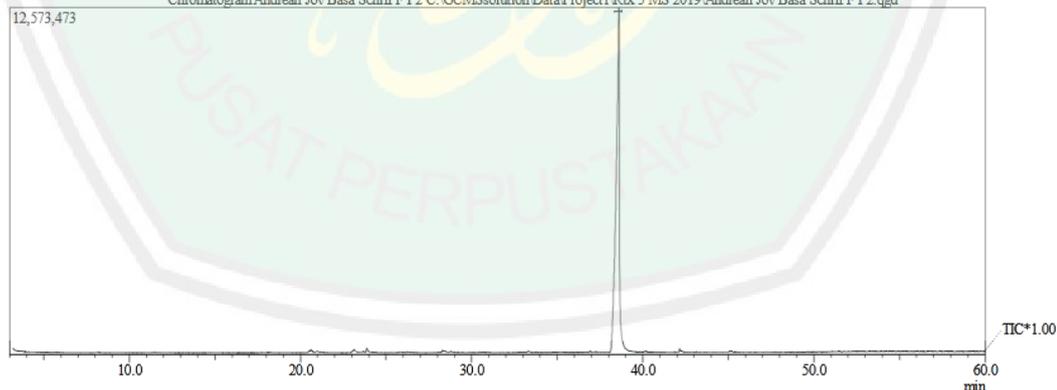


Lab Kimia Organik FMIPA - UGM

Sample Information

Analyzed by : Admin
 Sample Name : Andrian Jov Basa Schiff F P2
 Sample ID :
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Andrian Jov Basa Schiff F P2.qgd
 Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Organik baru basa Schiff.gqm
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System1\Tune1\jumi 30 2020.qgt

Chromatogram Andrian Jov Basa Schiff F P2 C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Andrian Jov Basa Schiff F P2.qgd

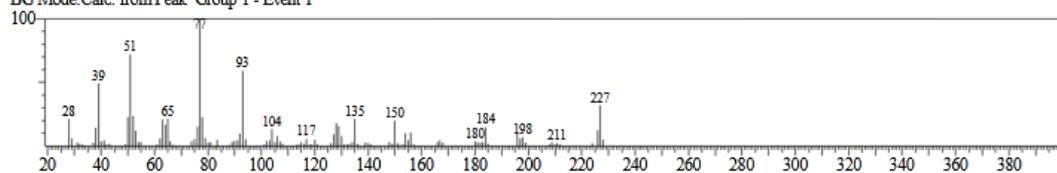


Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	38.612	38.092	38.892	162803919	100.00	11958002
				162803919	100.00	11958002

Library

<< Target >>

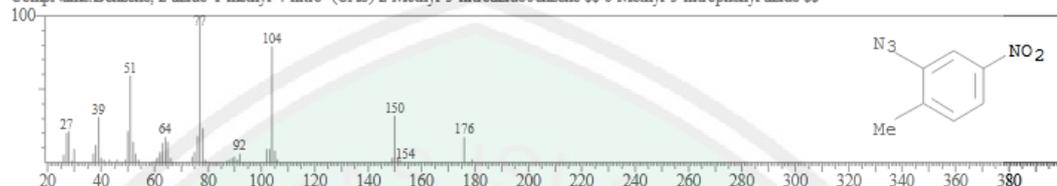
Line#1 R. Time: 38.608(Scan#:4250) MassPeaks:105
 RawMode:Averaged 38.600-38.617(4249-4251) BasePeak:77.00(1289948)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#1 Entry:48567 Library:WILEY229.LIB

SI:68 Formula:C7H6N4O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0

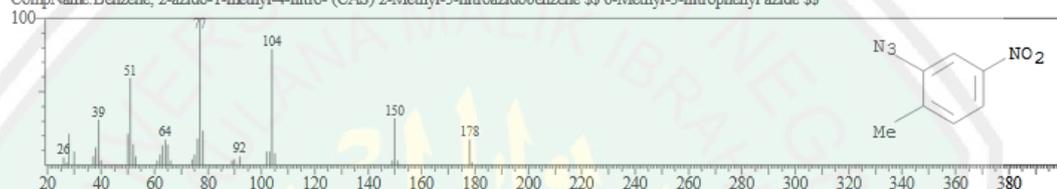
CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- (CAS) 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide \$\$



Hit#2 Entry:48566 Library:WILEY229.LIB

SI:67 Formula:C7H6N4O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0

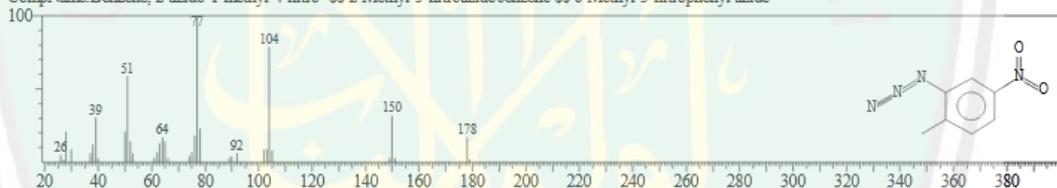
CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- (CAS) 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide \$\$



Hit#3 Entry:17024 Library:NIST62.LIB

SI:67 Formula:C7H6N4O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0

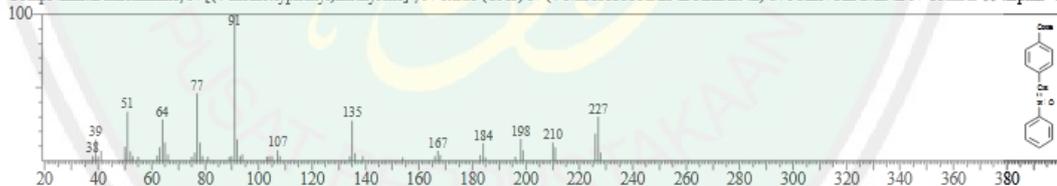
CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- \$\$ 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide



Hit#4 Entry:90713 Library:WILEY229.LIB

SI:66 Formula:C14H13NO2 CAS:3585-93-1 MolWeight:227 RetIndex:0

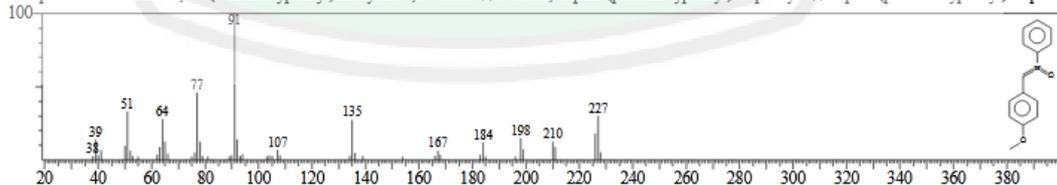
CompName: Benzenamine, N-[(4-methoxyphenyl)methylene]-, N-oxide (CAS) N-(4-METHOXYBENZYLIDENE)-N-PHENYLAMINE N-OXIDE \$\$ alpha-4:



Hit#5 Entry:29351 Library:NIST62.LIB

SI:66 Formula:C14H13NO2 CAS:3585-93-1 MolWeight:227 RetIndex:0

CompName: Benzenamine, N-(4-methoxyphenyl)methylene-, N-oxide \$\$ Nitrene, alpha-(p-methoxyphenyl)-N-phenyl- \$\$ alpha-(p-Methoxyphenyl)-N-phenyl-



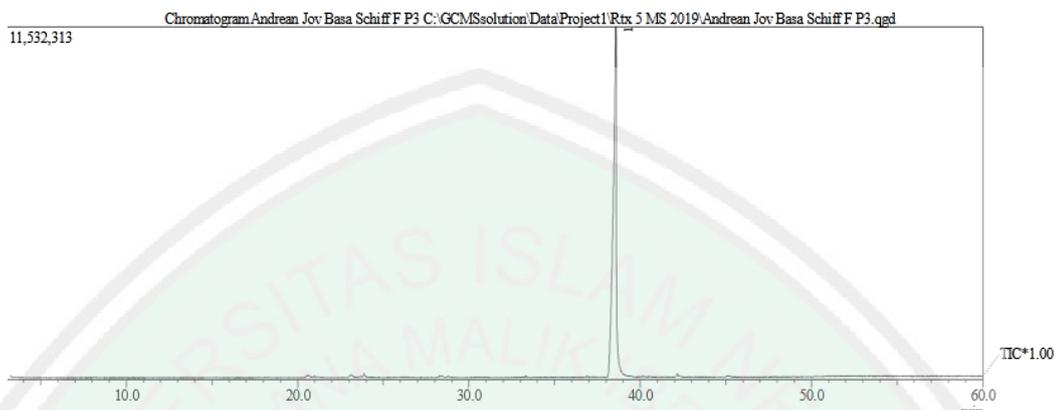
L.4.2.4 Metode *Stirring*



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM

Sample Information

Analyzed by : Admin
 Sample Name : Andrian Jov Basa Schiff F P3
 Sample ID :
 Data File : C:\GCMSolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Andrian Jov Basa Schiff F P3.qgd
 Method File : C:\GCMSolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Organik baru basa Schiff.qgm
 Tuning File : C:\GCMSolution\System1\Tune1\juni 30 2020.qgt

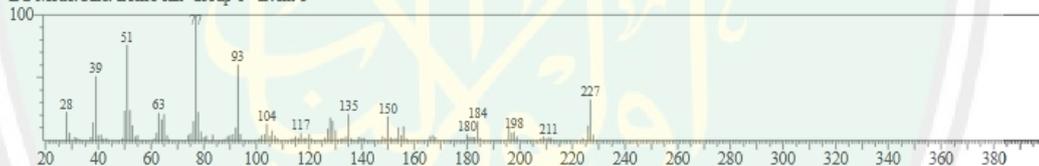


Peak#	R. Time	I. Time	F. Time	Area	Area%	Height
1	38.581	38.092	38.892	146234731	100.00	11120991
				146234731	100.00	11120991

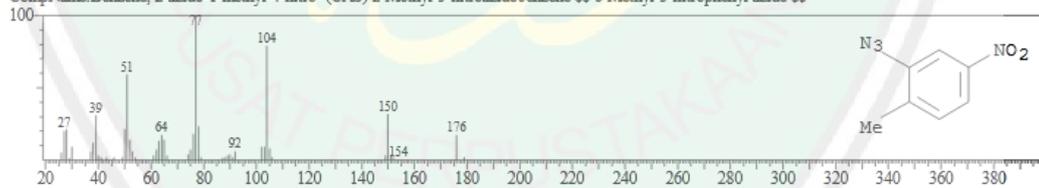
Library

<< Target >>

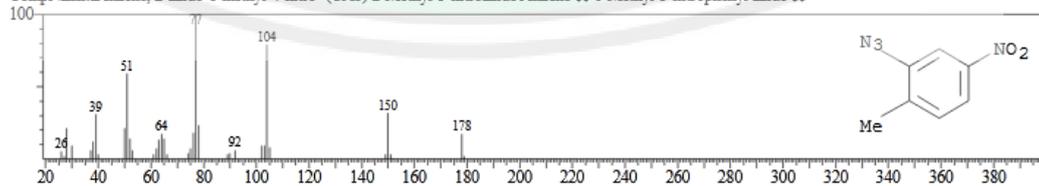
Line#:1 R. Time: 38.583 (Scan#: 4247) MassPeaks: 105
 RawMode: Averaged 38.575-38.592 (4246-4248) BasePeak: 77.00 (1176257)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



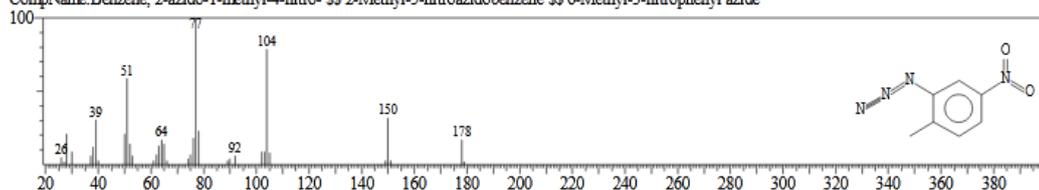
Hit#:1 Entry: 48567 Library: WILEY229.LIB
 SI: 68 Formula: C7 H6 N4 O2 CAS: 40515-19-3 MolWeight: 178 RetIndex: 0
 CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- (CAS) 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide \$\$



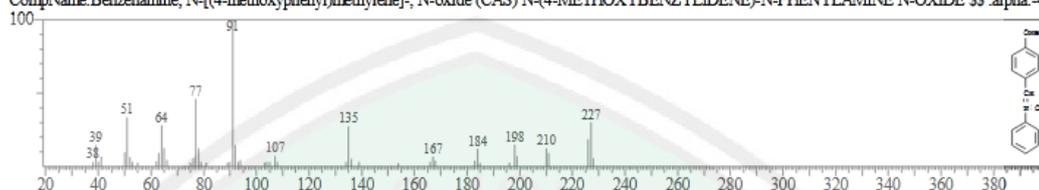
Hit#:2 Entry: 48566 Library: WILEY229.LIB
 SI: 67 Formula: C7 H6 N4 O2 CAS: 40515-19-3 MolWeight: 178 RetIndex: 0
 CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- (CAS) 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide \$\$



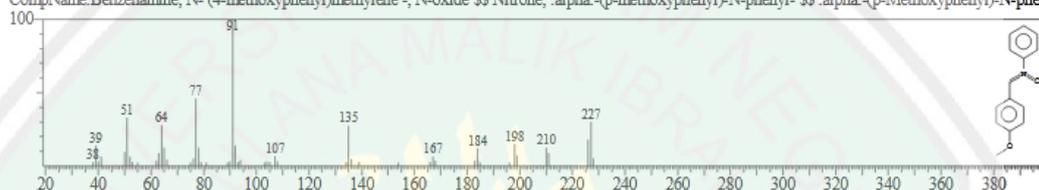
Hit#3 Entry:17024 Library:NIST62.LIB
 SI:67 Formula:C7H6N4O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0
 CompName:Benzenzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- SS 2-Methyl-5-nitroazidobenzene SS 6-Methyl-3-nitrophenyl azide



Hit#4 Entry:90713 Library:WILEY229.LIB
 SI:65 Formula:C14H13NO2 CAS:3585-93-1 MolWeight:227 RetIndex:0
 CompName:Benzenamine, N-[(4-methoxyphenyl)methylene]-, N-oxide (CAS) N-(4-METHOXYBENZYLIDENE)-N-PHENYLAMINE N-OXIDE SS .alpha.-4'



Hit#5 Entry:29351 Library:NIST62.LIB
 SI:65 Formula:C14H13NO2 CAS:3585-93-1 MolWeight:227 RetIndex:0
 CompName:Benzenamine, N-(4-methoxyphenyl)methylene-, N-oxide SS Nitrone, .alpha.-(p-methoxyphenyl)-N-phenyl- SS .alpha.-(p-Methoxyphenyl)-N-phenyl-



L.4.2.5 Metode Sonikasi

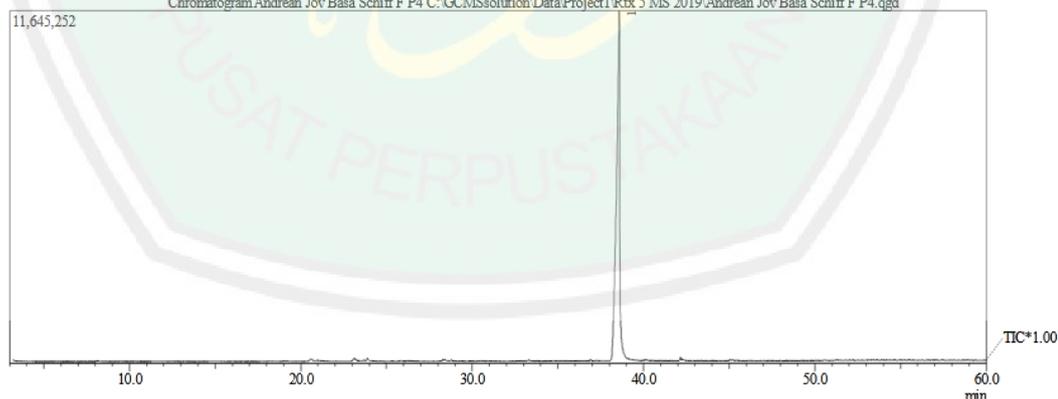


Lab Kimia Organik FMIPA - UGM

Sample Information

Analyzed by : Admin
 Sample Name : Andrian Jov Basa Schiff F P4
 Sample ID :
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Andrian Jov Basa Schiff F P4.qgd
 Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Organik baru basa Schiff.qgm
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune1\juni 30 2020.qgt

Chromatogram Andrian Jov Basa Schiff F P4 C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Andrian Jov Basa Schiff F P4.qgd

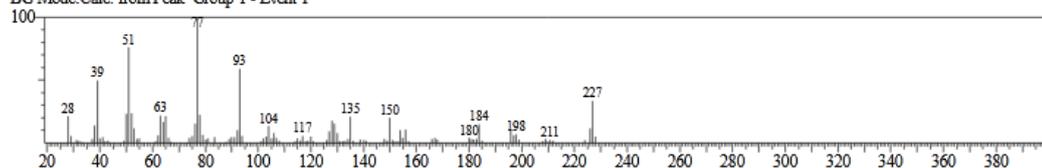


Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	38.582	38.092	38.892	149747132	100.00	11137350
				149747132	100.00	11137350

Library

<< Target >>

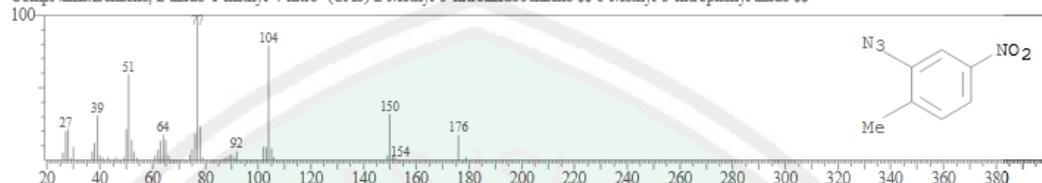
Line# 1 R.Time:38.583(Scan#:4247) MassPeaks:104
 RawMode:Averaged 38.575-38.592(4246-4248) BasePeak:77.00(1187238)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry:48567 Library:WILEY229.LIB

SI:68 Formula:C7 H6 N4 O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0

CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- (CAS) 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide \$\$



Hit# 2 Entry:48566 Library:WILEY229.LIB

SI:67 Formula:C7 H6 N4 O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0

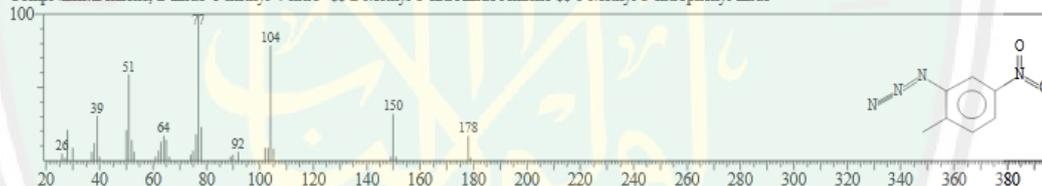
CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- (CAS) 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide \$\$



Hit# 3 Entry:17024 Library:NIST62.LIB

SI:67 Formula:C7H6N4O2 CAS:40515-19-3 MolWeight:178 RetIndex:0

CompName: Benzene, 2-azido-1-methyl-4-nitro- \$\$ 2-Methyl-5-nitroazidobenzene \$\$ 6-Methyl-3-nitrophenyl azide



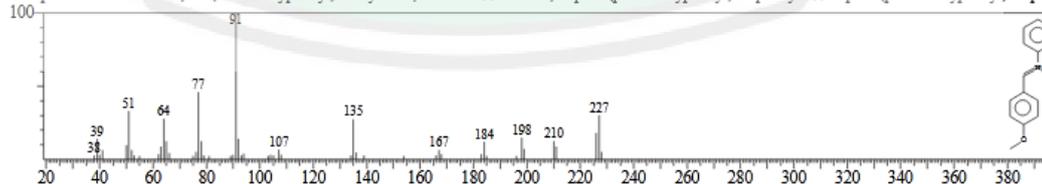
Hit# 4 Entry:90713 Library:WILEY229.LIB

SI:66 Formula:C14 H13 N O2 CAS:3585-93-1 MolWeight:227 RetIndex:0

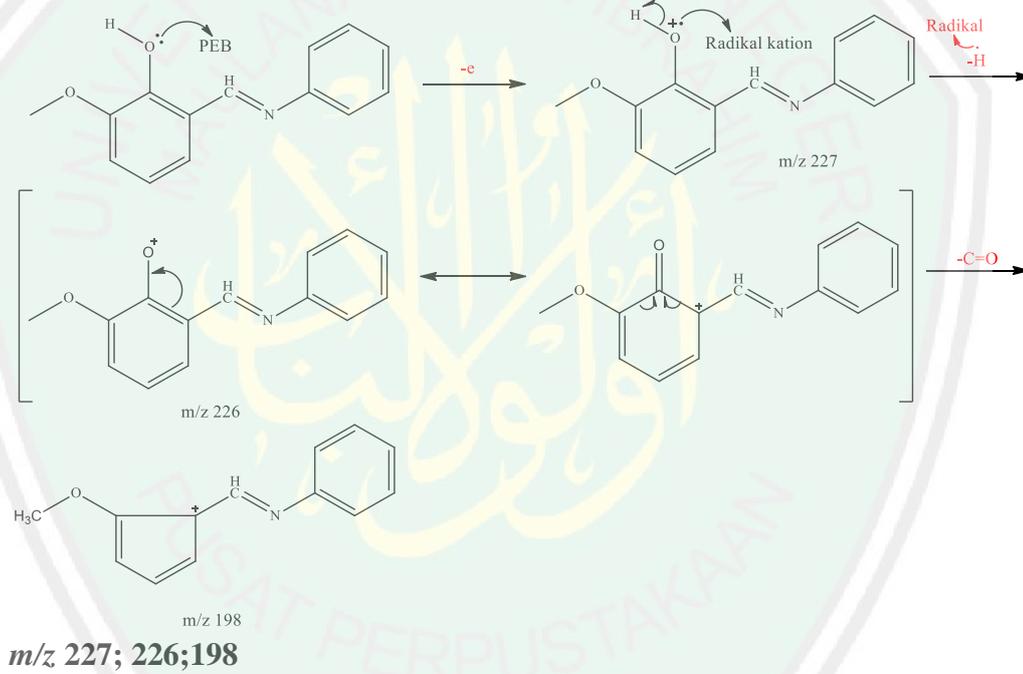
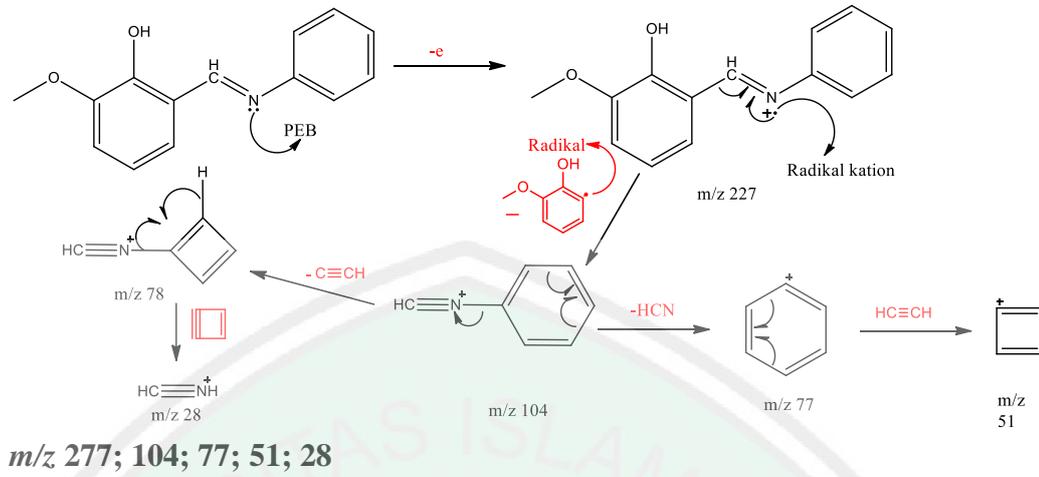
CompName: Benzenamine, N-[(4-methoxyphenyl)methylene]-, N-oxide (CAS) N-(4-METHOXYBENZYLIDENE)-N-PHENYLAMINE N-OXIDE \$\$ α -4-1

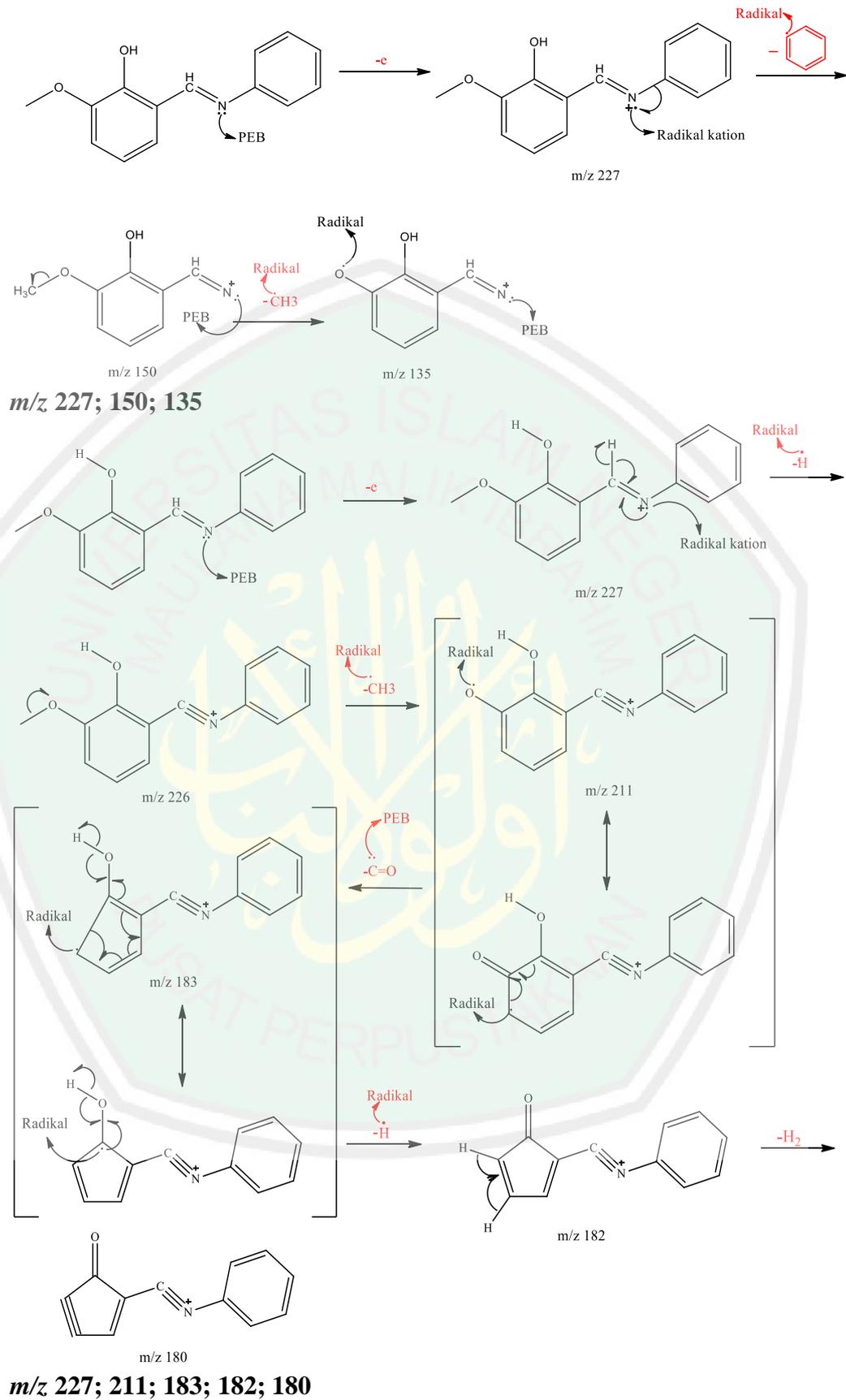
Hit# 5 Entry:29351 Library:NIST62.LIB

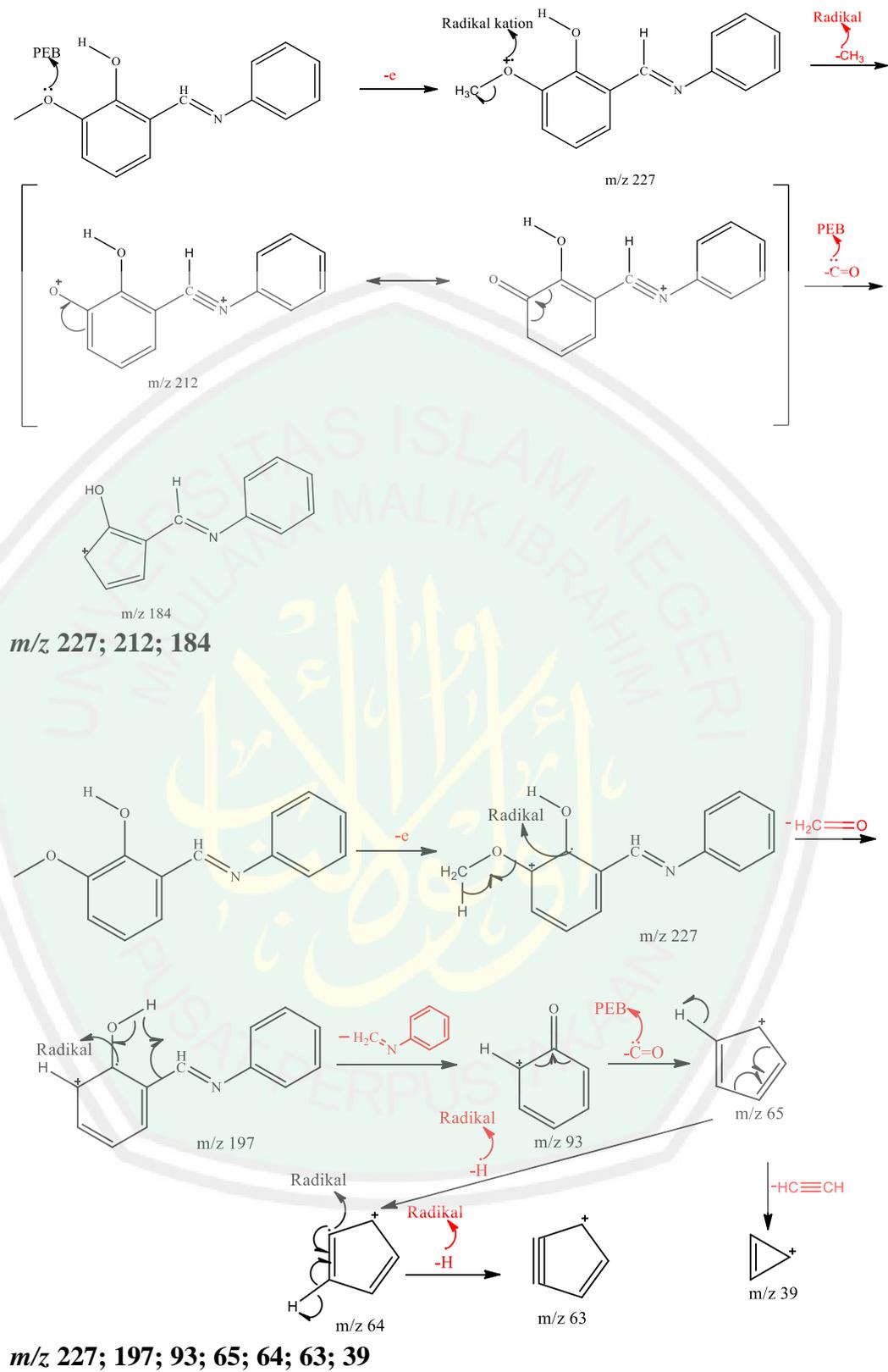
SI:66 Formula:C14H13NO2 CAS:3585-93-1 MolWeight:227 RetIndex:0

CompName: Benzenamine, N-(4-methoxyphenyl)methylene-, N-oxide \$\$ Nitron, α -(p-methoxyphenyl)-N-phenyl- \$\$ α -(p-Methoxyphenyl)-N-phenyl-

L.4.2.6 Hasil Pola Fragmentasi

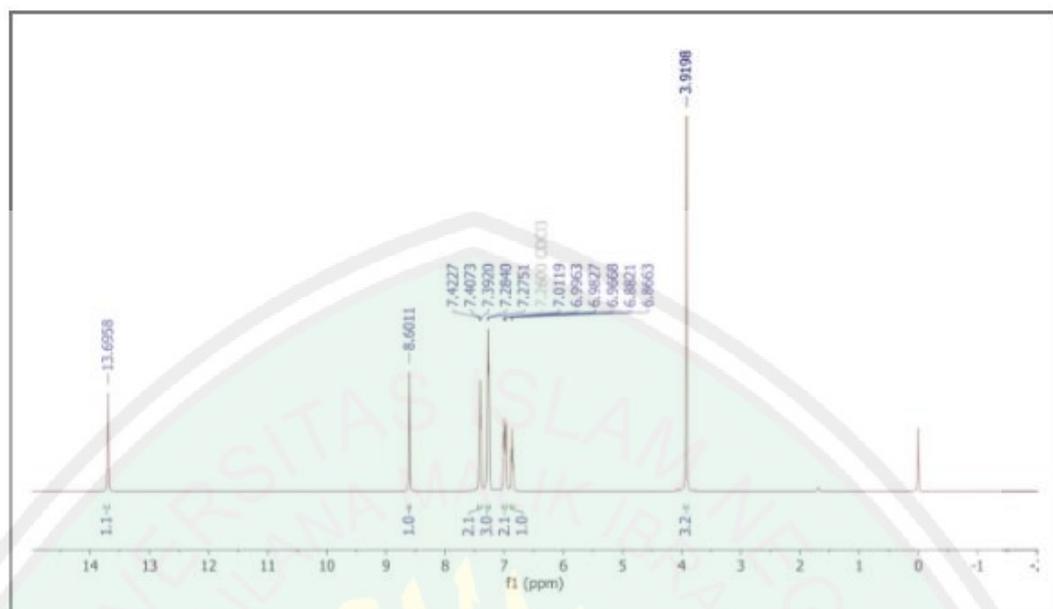




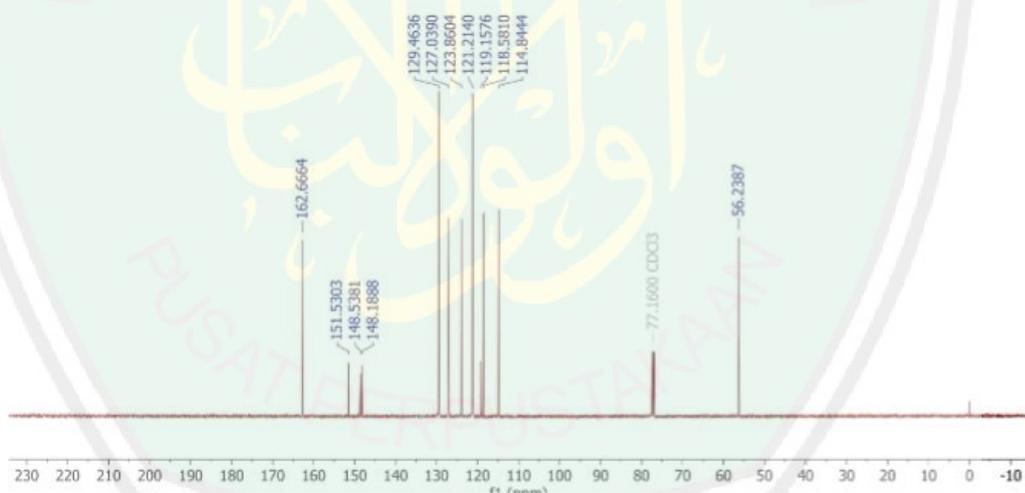


L.4.3 Data NMR

L.4.3.1 $^1\text{H-NMR}$



L.4.3.2 $^{13}\text{C-NMR}$



Lampiran 5. Dokumentasi Penelitian