

**PERBANDINGAN METODE SINTESIS REFLUKS, PENGGERUSAN,
PELARUT AIR (*STIRRER*) DAN SONIKASI PADA SINTESIS SENYAWA
BASA SCHIFF DARI O-VANILIN DAN P-ANISIDINA**

SKRIPSI

oleh:
ANDREAN JOVIANTO
NIM.16630004



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

**PERBANDINGAN METODE SINTESIS REFLUKS, PENGGERUSAN,
PELARUT AIR (*STIRRER*) DAN SONIKASI PADA SINTESIS SENYAWA
BASA SCHIFF DARI O-VANILIN DAN P-ANISIDINA**

SKRIPSI

oleh:
ANDREAN JOVIANTO
NIM.16630004



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

**PERBANDINGAN METODE SINTESIS REFLUKS, PENGGERUSAN,
PELARUT AIR (*STIRRER*) DAN SONIKASI PADA SINTESIS
SENYAWA BASA SCHIFF DARI O-VANILIN DAN P-ANISIDINA**

SKRIPSI

Oleh:
ANDREAN JOVIANTO
NIM. 16630004

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 SINTESIS REFLUKS, PENGGERUSAN,
PELARUT AIR (*STIRRER*) DAN SONIKASI PADA SINTESIS SENYAWA
BASA SCHIFF DARI *O*-VANILIN DAN *P*-ANISIDINA**

SKRIPSI

Oleh:
ANDREAN JOVIANTO
NIM.16630004

Telah disetujui oleh:

Pembimbing I



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

Pembimbing II



A. Gharamasy M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan



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

**PERBANDINGAN METODE SINTESIS REFLUKS, PENGGERUSAN,
PELARUT AIR (*STIRRER*) DAN SONIKASI PADA SINTESIS SENYAWA
BASA SCHIFF DARI *O*-VANILIN DAN *P*-ANISIDINA**

SKRIPSI

Oleh
ANDREAN JOVIANTO
NIM. 16630004

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 29 Desember 2020

Penguji Utama : Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

(.....)

Ketua Penguji : Febi Yusniyanti, M.Si
NIP. LB 68004

(.....)

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

(.....)

Anggota Penguji : A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 2006041 002

(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan,


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Andrean Jovianto
NIM : 16630004
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : "Perbandingan metode Sintesis Refluks, penggerusan, pelarut air (*stirrer*) dan sonikasi pada sintesis Senyawa Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Anisidina"

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, Desember 2020

Yang membuat pernyataan,




Andrean Jovianto
NIM. 16630004

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah yang telah memberikan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan Judul **“Perbandingan Metode Sintesis Refluks, Penggerusan, Pelarut Air (*Stirrer*) dan Sonikasi pada Sintesis Senyawa Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Anisidina”**. Sholawat serta salam tak lupa penulis ucapkan kepada baginda besar Nabi Muhammad SAW, yang telah membimbing umatnya menuju jalan yang penuh cahaya.

Pada penyusunan skripsi ini, banyak berbagai kendala yang dialami penulis. Namun, atas berkat rahmat Allah SWT, kemudian dibantu pula oleh berbagai pihak yang terlibat, tugas akhir ini dapat terselesaikan pada waktunya. Penulis mengucapkan banyak terima kasih yang ditujukan kepada seluruh pihak yang telah membantu dalam proses pembuatan tugas akhir ini, baik secara langsung maupun tidak. Ucapan terima kasih ini, diantaranya penulis sampaikan kepada :

1. Bapak Amanto H.P. dan Ibu Atik Widarti selaku kedua orang tua penulis yang telah mendoakan penulis, memberikan semangat dan nasihatnya.
2. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen pembimbing penulis yang telah mengarahkan, memberikan saran serta masukkan kepada penulis.
3. Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen pembimbing agama penulis yang telah mengarahkan, memberikan saran serta masukkan kepada penulis.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen penguji utama penulis dan kepala laboratorium Kimia Organik, yang telah memberikan saran serta masukkan kepada penulis.

5. Ibu Febi Yusniyanti, M.Si selaku dosen konsultan penulis yang telah memberikan saran serta masukan kepada penulis.
6. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
7. Kakak tingkat angkatan 2013, 2014, dan 2015 yang telah bekerja sama, membantu, dan memberikan informasinya kepada penulis.
8. Teman-teman seperjuangan penulis yang telah bekerja sama dengan penulis.
9. Teman-teman satu angkatan yang saling memperhatikan satu sama lain.
10. Bapak Prof. Dr. H. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Terlebih lagi, penulis juga masih dalam proses belajar. Oleh sebab itu, mohon kiranya dimaklumi kepada para pembaca bila menemukan kesalahan-kesalahan dalam penulisan tugas akhir ini. Walaupun demikian, penulis tetap berharap skripsi yang ditulisnya ini dapat bermanfaat, dan dapat pula digunakan sebagai salah satu referensi yang berguna untuk memudahkan para peneliti kedepannya, khususnya untuk para peneliti selanjutnya yang melanjutkan penelitian tentang sintesis basa Schiff.

Malang,.....2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
ABSTRACT	xiii
المخلص	xiv
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
1.1 LatarBelakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan	4
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat	5
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 6
2.1 <i>orto</i> -vanilin.....	6
2.2 <i>para</i> -Anisidina	7
2.3 Senyawa Basa Schiff.....	8
2.4 Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode <i>green synthesis</i>	9
2.4.1 Sintesis senyawa basa Schiff metode penggerusan	10
2.4.2 Sintesis senyawa basa Schiff metode pelarut air (<i>stirrer</i>)	10
2.4.3 Sintesis senyawa basa Schiff metode sonikasi.....	11
2.5 Teknik –teknik Karakterisasi basa Schiff	12
2.5.1 Spektrofotometri FT-IR	12
2.5.2 Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-SM)	13
2.6 Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dalam Prespektif islam.....	15
 BAB III METODE PENELITIAN.....	 18
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian	18
3.2 Alat dan Bahan.....	18
3.2.1 Alat.....	18
3.2.2 Bahan	18
3.3 Rancangan Penelitian	19
3.4 Tahapan Penelitian	19
3.5 Cara Kerja	20
3.5.1 Sintesis senyawa basa Schiff dari <i>orto</i> -vanilin dan <i>para</i> -anisidina dengan metode refluks	20
3.5.2 Sintesis senyawa basa Schiff dari <i>orto</i> -vanilin dan <i>para</i> -anisidina dengan metode penggerusan	20

3.5.3 Sintesis senyawa basa Schiff dari <i>orto</i> -vanilin dan <i>para</i> -anisidina dengan metode pelarut air (stirer)	21
3.5.4 Sintesis senyawa basa Schiff dari <i>orto</i> -vanilin dan <i>para</i> -anisidina dengan metode sonikasi	21
3.5.5 Uji titik leleh masing-masing produk dengan <i>Melting Point Apparatus</i>	21
3.5.6 Uji kelarutan masing-masing produk dengan larutan NaOH 2M	22
3.5.7 Karakterisasi masing-masing produk dengan Spektrofotometer FTIR	22
3.5.8 Analisa kuantitatif dan karakterisasi masing-masing produk dengan KG-SM.....	22
3.5.9 Analisis Data	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Sintesis senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol.....	24
4.2 Karakterisasi Produk Sintesis.....	31
4.2.1 Uji Kelarutan Produk Sintesis dengan NaOH 2M	31
4.2.2 Karakterisasi Produk Sintesis dengan FTIR	32
4.2.3 Karakterisasi Produk Sintesis dengan KG-SM	36
4.3 Tinjauan Penelitian Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksi fenilimino)metil)fenol dalam Prespektif Islam	40
BAB V PENUTUP	43
5.1 Kesimpulan	43
5.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA.....	44
LAMPIRAN.....	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur <i>orto</i> -vanilin (Wu, 2018).....	6
Gambar 2.2	Struktur <i>para</i> -anisidina (Patnaik, 2007)	7
Gambar 2.3	Reaksi Pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol dari <i>o</i> -vanilin dengan <i>p</i> -anisidina secara <i>green synthesis</i> (Maila, 2016)	9
Gambar 2.4	Mekanisme reaksi Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol dari <i>o</i> -vanilin dengan <i>p</i> -anisidina secara <i>green synthesis</i> (Maila, 2016).....	9
Gambar 4.1	Reaksi Asam Basa Bronsted-Lowry pada Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol	31
Gambar 4.2	Hasil Uji Kelarutan Keempat Produk Sintesis (a) P ₁ dalam aquades (kiri) dan larutan NaOH (kanan) (b) P ₂ dalam aquades (kiri) dan larutan NaOH (kanan) (c) P ₃ dalam aquades (kiri) dan larutan NaOH (kanan) (d) P ₄ dalam aquades (kiri) dan larutan NaOH (kanan).....	32
Gambar 4.3	Hasil Spektra FTIR dari reaktan dan keempat produk sintesis	33
Gambar 4.4	Hasil Kromatogram keempat Produk Sintesis (a) Kromatogram P ₁ (b) Kromatogram P ₂ (c) Kromatogram P ₃ (d) Kromatogram P ₄	37
Gambar 4.5	Spektra Massa Puncak Utama (a) Spektra Massa P ₁ (b) Spektra Massa P ₂ (c) Spektra Massa P ₃ (d) Spektra Massa P ₄	38
Gambar 4.6	Pola fragmentasi puncak utama.....	39

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik keempat produk sintesis	25
Tabel 4.2 Parameter waktu keempat metode sintesis	29
Tabel 4.3 Gugus-gugus fungsi keempat produk sintesis.....	34
Tabel 4.4 Perbandingan serapan gugus-gugus fungsi senyawa target dengan literatur	35
Tabel 4.5 Hasil karakterisasi KG-SM	36



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir.....	49
Lampiran 2 Perhitungan.....	53
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi.....	55
Lampiran 4 Dokumentasi.....	66



ABSTRAK

Jovianto, A. 2020. **Perbandingan Metode sintesis Refluks, Penggerusan, Pelarut Air (*Stirrer*) dan Sonikasi pada Sintesis Senyawa Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Anisidina** .*Laporan hasil penelitian*. Jurusan Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M. Sc.; Pembimbing II: A. Ghanaim Fasya, M.Si.

Kata kunci: *o*-Vanilin, *p*-Anisidina, Senyawa basa Schiff, metode Refluks, metode penggerusan, metode pelarut air (*stirrer*), metode sonikasi

Senyawa basa Schiff merupakan suatu senyawa yang dapat dihasilkan dari reaksi adisi eliminasi antara senyawa aldehida/keton dengan senyawa amina primer. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol dapat disintesis dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina melalui metode konvensional (refluks), metode penggerusan, metode pelarut air (*stirrer*), dan metode sonikasi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui rendemen dan karakter masing-masing produk basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina yang dihasilkan dari keempat metode yang dilakukan.

Pada penelitian ini, senyawa basa Schiff disintesis melalui empat teknik yaitu teknik refluks, teknik penggerusan, teknik pelarut air (*stirrer*), dan teknik sonikasi. Produk hasil sintesis basa Schiff melalui setiap metode diuji titik lebur dan kelarutannya. Produk hasil sintesis juga dikarakterisasi secara spektral dengan FTIR, dan KG-SM. Melalui identifikasi dan karakterisasi tersebut, akan diketahui masing-masing rendemen dan karakter produk-produk yang terbentuk melalui keempat metode sintesis yang telah dilakukan.

Hasil Penelitian menunjukkan bahwa masing-masing produk sintesis yang dihasilkan umumnya berwujud padatan, berwarna Kuning Kecoklatan, memiliki titik leleh dengan kisaran 83-92 °C, larut dalam NaOH 2M dan Tidak larut dalam Akuades. Karakterisasi dengan Spektrofotometer FTIR menunjukkan bahwa tiap produk memiliki serapan khas imina (C=N) dengan intensitas kuat pada bilangan gelombang 1615 cm⁻¹. Terakhir, karakterisasi dengan KG-SM menunjukkan adanya satu puncak utama pada waktu retensi sekitar 44,200 menit dengan ion molekular pada *m/z* 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target. Sehingga, semakin memperkuat indikasi bahwa puncak utama tersebut merupakan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol.

ABSTRACT

Jovianto, A. 2020. **Comparison of reflux, Grindstone, Water Solvents (*Stirrer*) dan Sonication Synthesis Method on Synthesis of Schiff Base Compounds from *o*-Vanillin and *p*-Anisidine.** Thesis. Departement of Chemistry, Faculty of Sains and Technology, State Islamic Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Supervisor II: A. Ghanaim Fasya, M.Si.

Keywords: *o*-Vanillin, *p*-Anisidine, Schiff Base Compound, reflux method, grindstone method, water solvent method (*stirrer*), sonocation method

Schiff base compound is a compound that can be produced from an elimination addition reaction between an aldehyde/ketone compound dan a primary amine compound. Schiff base compound 2-methoxy-6-((4 methoxyphenylimino)methyl)phenol can be synthesized from *o*-vanillin dan *p*-anisidine through conventional methods (reflux), grinding method, water solvent method (*stirrer*), dan sonication method. The purpose of this study was to determine the yield dan character of each Schiff base product from *o*-vanillin dan *p*-anisidine reactants produced from the four methods performed.

In this Research, Schiff base compounds is synthesized through four techniques, namely reflux technique, grinding technique, water solvent technique (*stirrer*), dan sonication technique. The product of Schiff base synthesis through each method was tested for its melting point and solubility. The synthesized products were also characterized spectrally by FTIR, and GC-MS. Through the identification and characterization, each yield and character of the products formed through the four synthesis methods will be known.

The result showed that each synthesis product produced was generally in the form of solid, brownish yellow, has a melting point ranging from 83-92 ° C, soluble in NaOH 2M and insoluble in aquades. Characterization by FTIR spectrophotometer showed that each product has a unique imine absorption (C = N) with a strong intensity at a wave number of 1615 cm⁻¹. Finally, characterization with GC-MS showed the presence of a major peak at a retention time of about 44,200 minutes with molecular ions at *m/z* 257 corresponding to the molecular weight of the target compound. Thus, it further strengthens the indication that the main peak is a basic compound Schiff 2-methoxy-6-((4 methoxyphenylimino)methyl)phenol.

الملخص

جوفي أنطا، أ. ٢٠٢٠. مقارنة بين طرق تخليق الارتجاع والطحن والمذيبات المائية (التحريك) والتصنيع في تخليق مركب باسا شيف من أو- الفانيلين و ف- الأنيسيدينز. تقرير البحث. قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول : أحمد حنفي الماجستير العالمي، المشرف الثاني : أحمد غنانم ف شا الماجستير العالمي.

كلمات البحث : أو- الفانيلين ، ف- الأنيسيدين، مركب باسا شيف ، طريقة ارتداد ، طريقة الطاحن، طريقة المذيبات المائية (التحريك)، طريقة الصوتنة.

مركب باسا شيف هو مركب يمكن إنتاجه من تفاعل إضافة التخلص بين مركب الألدهيد / الكيتون ومركب أمين أولي. يمكن تخليق مركب باسا شيف ٢- ميثوكسي -٦- ((٤ ميثوكسي فينيل إيمينوا) ميثيل) الفينول من أو- الفانيلين و ف- الأنيسيدين من خلال الطرق التقليدية (ارتداد)، طرق الطاحن، طرق المذيبات المائية (التحريك)، وطرق الصوتنة. بهدف هذا البحث لاكتشاف أفضل طريقة تخليقية تستخدم لتجميع مركب باسا شيف من متفاعلات أو- الفانيلين و ف- الأنيسيدين، ولتحديد خصائص مركب باسا شيف الأساسية المنتجة.

في هذه البحث، سيتم تخليق مركب باسا شيف من خلال أربعة تقنيات، هي تقنية الارتداد، تقنية الطاحن، تقنية المذيبات المائية (التحريك)، وتقنية الصوتنة. تم اختبار ناتج تخليق قاعدة شيف من خلال كل طريقة من أجل نقطة الانصهار وقابلية الذوبان. كما تم تمييز المنتجات المُصنَّعة بشكل طيفي بواسطة تحويل فورييه مطياف أشع تحت الحمراء (FTIR) و الكتلي للغازي- مطياف الكتلي (KG-SM). كما سيتم تمييز أفضل النتائج التوليفية بواسطة الرنين المغناطيسي النووي الهيدروجيني. من خلال التعريف والتوصيف، سيتم تعريف كل حرف من المنتج وأفضل منتج تخليقي. وبهذه الطريقة، ستكتشف أية الطريقة أفضل لتخليقها.

أظهرت النتائج أن كل منتج تم تصنيعه كان صلبًا بشكل عام، اصفر مسمر، نقطة انصهار في حدود ٨٣-٩٢ درجة مئوية، يذوب في صوديوم الهيدروكسيد ٢ مولار (NaOH 2M) وغير قابل للذوبان في الماء المقطر. أظهر التوصيف باستخدام مقياس الطيف الضوئي تحويل فورييه مطياف أشع تحت الحمراء (FTIR) أن كل منتج له امتصاص إيميني فريد ($C = N$) بكثافة قوية عند رقم موجة ١٦١٥ سنتيميتير^{-١}. أخيرًا، أظهر التوصيف بواسطة الكتلي للغازي- مطياف الكتلي (KG-SM) وجود ذروة كبيرة في وقت احتجاز يبلغ حوالي ٢٠٠,٤٤ دقيقة مع أيونات جزيئية عند م/ز ٢٥٧ المقابلة للوزن الجزيئي للمركب المستهدف. وبالتالي، فإنه يقوي بشكل إضافي الإشارة إلى أن الذروة الرئيسية هي مركب باسا شيف ٢- ميثوكسي -٦- ((٤ ميثوكسي فينيل إيمينوا) ميثيل) الفينول.

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Basa Schiff merupakan suatu senyawa Imina yang tersubstitusi (Makfoeld, 2002), yang dapat terbentuk melalui reaksi kondensasi antara senyawa amina primer dengan senyawa karbonil (Fessenden dan Fessenden, 1982). Senyawa hasil kondensasi tersebut diketahui memiliki berbagai manfaat, diantaranya yaitu dapat digunakan sebagai penghambat korosi pada logam (Dadgarinezhad dan Baghae, 2010). Senyawa basa Schiff juga dapat digunakan dalam bidang biologis, seperti sebagai antijamur (Govindaraj dan Rasikamary, 2018), antioksidan, antibakteri (Cahyana dan Pratiwi, 2015), aktivitas antikonvulsan (Kulkarni, dkk., 2012), agen antikanker (Li, dkk., 2012), antivirus (Jarrahpour, dkk., 2007), dan antimalaria (Sharma, dkk., 2016). Selain itu, senyawa basa Schiff juga dapat digunakan sebagai ligan dalam pembentukan kompleks basa Schiff yang manfaatnya sangat luas (Kapadnis, dkk., 2016 ; Sirumapea, dkk., 2015 ; Zhang, dkk., 2013). Oleh sebab itu, senyawa ini semakin banyak disintesis, sebab banyak sekali manfaat senyawa ini, seperti yang telah disebutkan.

Secara konvensional, reaksi pembentukan senyawa basa Schiff adalah reversibel. Reaksi ini dikatalisis oleh asam dan dilakukan dalam pelarut organik volatil, dimana dalam reaksinya terjadi penambahan nukleofil amina primer ke dalam gugus karbonil dari senyawa aldehida atau keton, sehingga terbentuklah basa Schiff imina (McMurry dkk., 2005). Walaupun basa Schiff memiliki banyak manfaat, namun metode sintesis konvensional yang sesuai teori tersebut,

dimungkinkan dapat menyebabkan peningkatan limbah kimia akibat penggunaan katalis asam dan pelarut organik, sehingga berpotensi untuk mencemari lingkungan bila tidak ditangani secara baik. Allah SWT telah berfirman dalam surat al A'raf ayat 56, yang berbunyi :

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ ﴿٦٥﴾

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

Pada ayat tersebut, Allah SWT melarang hambanya untuk merusak lingkungan bagaimanapun bentuknya, termasuk memperbanyak limbah kimia akibat proses sintesis. Dalam hal ini, haruslah dipertimbangkan dalam melakukan suatu hal, apakah lebih banyak *faedahnya*, ataukah *mudaratnya*. Sehingga, dengan begitu, dapat dipikirkan jalan termurni untuk melakukan suatu hal.

Sebagai antisipasi akan hal tersebut, maka metode yang digunakan untuk mensintesis senyawa basa Schiff semakin banyak dikembangkan. Salah satu metode yang digunakan untuk mensintesis senyawa tersebut adalah metode *green synthesis*. Metode green synthesis merupakan salah satu metode sintesis yang digunakan tanpa penggunaan pelarut organik volatil, namun dengan hasil sintesis yang berendemen tinggi. Metode tersebut semakin sering digunakan sebab ramah lingkungan, murah, serta efisien (Zhang dan Cue, 2018).

Sintesis basa Schiff sebelumnya telah banyak dilakukan dengan berbagai metode. Salah satunya seperti yang telah dilakukan oleh Yang dan Sun (2006),

dimana mereka mensintesis senyawa basa Schiff dengan metode konvensional (refluks) menggunakan pelarut benzena dari 3,4,5-trimetoksibenzaldehida dan *p*-toluidina. Pada percobaannya, mereka memerlukan waktu lebih dari 7 jam. Hasil sintesis yang mereka peroleh melalui metode ini adalah sebesar 72 %. Shukla, dkk (2017) juga mensintesis senyawa basa Schiff dengan metode konvensional dari 4-fluoro-2-metilanilina dan 4-bromo-2-fluorobenzaldehida menggunakan pelarut etil alkohol. Percobaan tersebut dilakukan selama 1-2 jam. Hasil sintesis basa Schiff yang diperoleh adalah sebesar 72,46 %. Produk sintesis yang terbentuk diuji aktivitas antimikrobanya untuk mengetahui kinerja hasil sintesis.

Tidak hanya secara konvensional, sintesis basa Schiff juga sebelumnya telah banyak dilakukan pula secara *green synthesis*. Seperti yang dilakukan oleh Chavan, dkk (2010) yang mensintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan dari 1,2-etilendiamina dan 3,5-dibromo-2-hidroksibenzaldehida selama 1 menit. Hasil sintesis yang diperoleh adalah sebesar 83 %. Vibhute, dkk (2009) juga mensintesis senyawa basa Schiff dari berbagai seri 3,5-dikloro-2,4-dihidroksi benzaldehida dan anilina tersubstitusi dengan metode penggerusan. Sintesis dilakukan sekitar 15-20 menit. Hasil sintesis basa Schiff yang mereka peroleh masing-masing adalah 78%-96%. Sachdeva, dkk (2012) mensintesis senyawa basa Schiff dari DL-Asam Amino Alanin dan 4-HidroksiBenzaldehida menggunakan pelarut air dengan metode *stirrer* selama 40 menit. Hasil sintesis yang diperoleh yaitu sebesar 73%. Rao, dkk (2010) juga mensintesis senyawa basa Schiff dari 1,2-diaminobenzena dan salisilaldehida menggunakan pelarut air dengan metode *stirrer* dengan variasi waktu dari 5 hingga 22 menit. Hasil sintesis yang diperoleh adalah antara 94-98%. Nagar, dkk (2011) mensintesis senyawa

basa Schiff dari salisialdehida dan berbagai macam aril amina dengan metode sonikasi. Sintesis dilakukan kurang dari 1 jam dalam sonikator. Hasil sintesis yang diperoleh adalah 78-92%. Bendale, dkk (2011) juga mensintesis senyawa basa Schiff dari reaktan *p*-toulidina dan *o*-vanilin dengan metode sonikasi. Sintesis dilakukan dalam sonikator pada suhu 45°C selama 13-15 menit. Hasil sintesis yang diperoleh adalah sebesar 97%.

Perbandingan metode perlu dilakukan untuk mengetahui rendemen dan karakter struktur masing-masing produk senyawa basa Schiff yang terbentuk melalui metode-metode yang digunakan. Pada penelitian ini, akan dilakukan sintesis senyawa basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dengan *p*-anisidina tanpa katalis. Sintesis tersebut dilakukan dengan empat metode yaitu melalui metode refluks, penggerusan, pelarut air (*stirrer*), dan sonikasi. Setiap hasil sintesis basa Schiff dari keempat metode tersebut diidentifikasi secara fisik dan spektral dengan IR dan KG-SM.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana rendemen dan karakter masing-masing produk basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina yang dihasilkan dari keempat metode yang dilakukan.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan pada Penelitian ini, yaitu untuk mengetahui rendemen dan karakter masing-masing produk basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina yang dihasilkan dari keempat metode yang dilakukan.

1.4 Batasan Masalah

Batasan Masalah pada penelitian ini, diantaranya adalah :

1. Reaktan utama yang digunakan adalah *o*-vanilin dan *p*-anisidina.
2. Perbandingan metode sintesis yang dilakukan hanya pada metode refluks, penggerusan, pelarut air (*stirrer*), dan sonikasi.
3. Identifikasi secara spektral hanya dilakukan dengan instrumen IR dan KG-SM

1.5 Manfaat

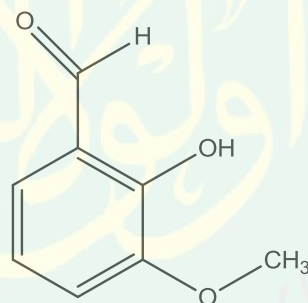
Manfaat dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengetahui informasi ilmiah berupa hasil rendemen beserta karakter masing-masing produk senyawa basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina yang dihasilkan melalui keempat metode yang dilakukan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

1.1 *orto*-Vanilin

orto-Vanilin (2-hidroksi-3-metoksibenzaldehida) merupakan suatu senyawa organik dengan rumus kimia $C_8H_8O_3$ (Feigl dan Anger, 2012). Senyawa ini secara fisik berwarna kuning kehijauan/ kuning pucat (Kerton and Marriott, 2013), memiliki berat molekul = 152,15 g/mol, densitas = $1,23143 \text{ g/cm}^3$ (25 °C), indeks bias = 1,4945 (25 °C), titik didih = 265,65 °C (Yaws, 2015), dan titik leleh = 40-42 °C (Kolb, 2017). *o*-Vanilin larut dalam etanol, eter, dan hidrokarbon ringan (Stephenson, 2012).



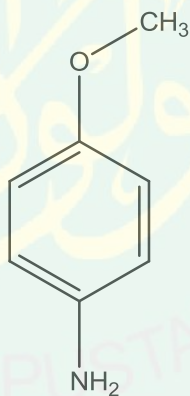
Gambar 2.1 Struktur *orto*-vanilin (Wu, 2018)

o-Vanilin dapat berperan sebagai reaktan utama (yang memiliki gugus C=O) dalam pembentukan senyawa basa Schiff. Senyawa ini merupakan senyawa aldehida yang memiliki gugus karbonil yang dapat terkondensasi oleh gugus amina primer. Terkondensasinya senyawa *o*-vanilin, akibat terserang gugus amina

primer, merupakan langkah awal dalam pembentukan senyawa basa Schiff (Schmidt, 2006).

1.2 *para*-Anisidina

para-Anisidina (4-metoksibenzenamina) merupakan suatu senyawa organik yang memiliki rumus kimia C_7H_9NO . Secara fisik, senyawa ini berwarna hitam, berwujud kristal padatan, berbau amina, sedikit larut dalam air, dan sangat larut dalam metanol dan etanol. *p*-Anisidina memiliki berat molekul = 123,17 g/mol, titik didih = 246 °C, titik leleh = 57,2 °C, dan densitas = 1,089 g/cm³. Secara kimia, *p*-anisidina umumnya stabil, dapat berpolimerisasi saat dipanaskan, dan volatil (Spero et al., 2000).



Gambar 2.2 Struktur *para*-anisidina (Patnaik, 2007)

p-Anisidina merupakan reaktan utama (yang memiliki gugus NH_2) dalam pembentukan senyawa basa Schiff. Sebagai senyawa amina primer, reaktan ini

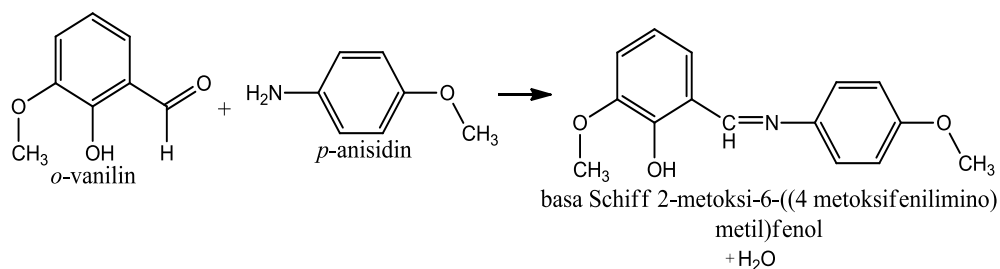
dapat bereaksi dengan suatu senyawa karbonil hingga terbentuk suatu basa Schiff (Al-Hakimi, dkk,2017).

1.3 Senyawa Basa Schiff

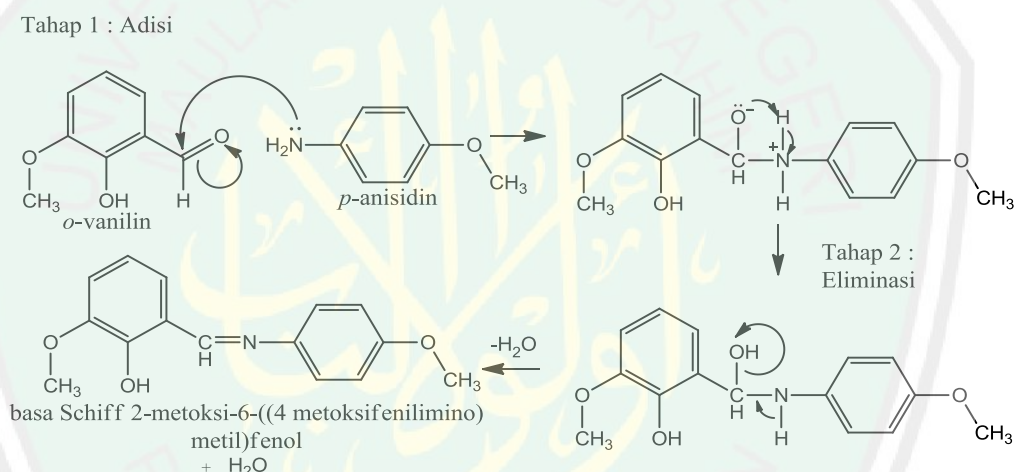
Basa Schiff merupakan suatu senyawa hasil reaksi kondensasi (adisi-eliminasi) antara senyawa aldehida/keton dengan senyawa amina primer. Senyawa amina primer memiliki gugus NH_2 , sedangkan aldehida/keton memiliki gugus C=O . Senyawa basa Schiff memiliki ikatan -C=N- dalam senyawanya, yang terbentuk akibat reaksi antara gugus amina primer senyawa amina dengan gugus karbonil aldehida/keton (Brown et al., 2008).

Secara umum, reaksi pembentukan senyawa basa Schiff terjadi secara reversibel. Reaksi ini terkatalisasi oleh suatu asam dan dilakukan dalam pelarut organik volatil. Walaupun demikian, Senyawa basa Schiff juga dapat dilakukan tanpa menggunakan katalis dan pelarut, metode ini disebut metode *green synthesis*. Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dengan metode ini, umumnya berjalan ireversibel (Griesbeck et al., 2012). Reaksi yang terjadi dengan metode ini, ditunjukkan pada Gambar 2.3.

Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff terjadi dalam dua tahapan. Tahap pertama yaitu adisi amina primer terhadap gugus karbonil. Tahapan pertama ini disertai pula dengan serah terima H^+ dari nitrogen ke oksigen. Sedangkan, Tahap kedua berupa reaksi eliminasi H_2O , hingga terbentuk ikatan -C=N- basa Schiff. Mekanisme reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 2.4. (Maila, 2016).



Gambar 2.3 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)methyl)fenol dari *o*-vanilin dengan *p*-anisidina secara *green synthesis* (Maila, 2016)



Gambar 2.4 Mekanisme Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)methyl)fenol dari *o*-vanilin dengan *p*-anisidina secara *green synthesis* (Maila, 2016)

2.4 Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode *green synthesis*

Metode *green synthesis* salah satunya adalah metode sintesis yang dilakukan tanpa pelarut atau dengan pelarut yang ramah lingkungan. Metode ini memiliki beberapa kelebihan, yaitu ramah lingkungan, mudah, murah secara

ekonomis, serta efisien (Zhang dan Cue, 2018). Pada proses sintesis basa Schiff, metode ini dapat dipraktekkan dengan berbagai teknik. Teknik-teknik sintesis tersebut diantaranya adalah teknik penggerusan, teknik pelarut air (*stirrer*) (Yang dan Sun, 2006) dan sonikasi (Zhang dan Cue, 2018). Untuk teknik refluks, tidak termasuk dalam *green synthesis*, sebab dalam prosesnya menggunakan pelarut etanol (Ningtyas dan Martak, 2016).

2.4.1 Sintesis senyawa basa Schiff metode penggerusan

Metode penggerusan merupakan salah satu metode sintesis basa Schiff yang dapat digolongkan ke dalam metode *green synthesis*. Pada metode ini, reaktan-reaktan yang digunakan dicampur dan digerus selama waktu tertentu (umumnya singkat). Kemudian, campuran reaktan-reaktan tersebut akan membentuk produk basa Schiff (Luque and Lam, 2018).

2.4.2 Sintesis senyawa basa Schiff metode pelarut air (*stirrer*)

Metode pelarut air (*stirrer*) merupakan salah satu metode sintesis basa Schiff (selain metode penggerusan) yang dapat pula digolongkan dalam metode *green synthesis*. Pada metode ini reaktan-reaktan utama dapat dicampur dan diaduk dengan stirer dalam pelarut air (Yang dan Sun, 2006). Pengadukan ini dapat dilakukan sekitar 40-45 menit dalam suhu ruang, hingga terbentuk suatu produk basa Schiff, yang dapat dimurnikan lebih lanjut (Sachdeva, dkk, 2012).

2.4.3 Sintesis senyawa basa Schiff metode Sonikasi

Metode Sonikasi merupakan salah satu metode yang dapat digolongkan dalam metode *green synthesis* (Bendale, dkk, 2011). Metode ini memiliki prinsip pemanfaatan efek gelombang ultrasonik (gelombang suara) yang berfrekuensi tinggi dan daya inputnya ke dalam campuran zat pada sistem kimia. Pada proses sintesis, umumnya tidak ada interaksi langsung antara gelombang ultrasonik dengan spesies molekuler (Ameta et al., 2018). Namun, efek kimia dari gelombang ultrasonik dapat menyebabkan kavitasi akustik, yaitu terjadinya pembentukan dan pertumbuhan busa pada medium cairan (Ningsih, 2016). Akibatnya kondisi suhu dan tekanan meningkat drastis secara lokal. Hal itu menyebabkan pembentukan berbagai spesies kimia, yang tidak mudah dicapai dalam kondisi konvensional. Terkadang, spesies ini bertanggung jawab untuk mendorong ke arah reaktivitas yang tidak biasa dalam entitas molekul (Ameta et al., 2018).

Proses sintesis diawali ketika gelombang suara berfrekuensi tinggi dilewatkan melalui media cair, akibatnya molekul-molekul dalam larutan berosilasi terhadap posisi rata-ratanya. Osilasi molekul-molekul tersebut dapat menyebabkan rapatan dan renggangan pada larutan yang apabila diberikan energi gelombang ultrasonik yang cukup besar, maka dapat menimbulkan pemutusan ikatan-ikatan antar molekul didalamnya. Molekul-molekul yang telah terputus ikatannya dapat memerangkap gas-gas terlarut dalam larutan hingga timbul gelembung (kavitasi) ketika rapatan larutan terjadi. Saat gelembung mengecil, tekanan dan suhu akan semakin besar. Reaksi kimia akan berlangsung seketika

dalam gelembung akibat tekanan dan suhu yang tinggi didalamnya (Ameta et al., 2018).

2.5 Teknik –teknik Karakterisasi basa Schiff

2.5.1 Spektrofotometri FT-IR

FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) Spektroskopi merupakan suatu teknik identifikasi spektral yang digunakan untuk menganalisa suatu gugus fungsi atau ikatan antar atom dalam molekul, yang didasarkan pada gerakan vibrasi suatu atom dalam molekul. Prinsip kerja teknik FTIR adalah interaksi antara radiasi IR dengan suatu molekul bervibrasi yang bermomen dipol, dimana saat radiasi IR (dengan frekuensi tertentu) dikenakan sampel maka sampel akan menyerap sinar tersebut. Disisi lain sampel juga akan meneruskan gelombang IR yang dilewatkannya dan sinar yang diteruskan (transmisikan) tersebut akan terdeteksi dalam detektor, dengan begitu akan dapat diketahui ikatan antar gugus fungsi senyawa melalui bilangan gelombang serta bentuk puncak yang timbul (Dachriyanus, 2004).

Senyawa basa Schiff umumnya memiliki ikatan-ikatan antar atom tertentu yang dapat terdeteksi oleh detektor IR, ikatan-ikatan tersebut diantaranya adalah C=N, C=C (Aromatis), C-O (Eter), dan -O-H (Al-Hakimi, dkk,2017). Al-Hakimi, dkk (2017) mengetahui serapan khas dari senyawa basa Schiff hasil sintesis dari reaktan vanilin dan anilina, diantaranya melalui ikatan C=N pada daerah bilangan gelombang 1584 cm^{-1} , C=C (Aromatis) pada bilangan gelombang 1515 cm^{-1} , C-O (Eter) pada daerah bilangan gelombang 1285 serta 1030 cm^{-1} , dan -O-H pada rentang bilangan gelombang $2800\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$. Adawiyah (2017) juga mengetahui serapan khas dari senyawa basa Schiff hasil sintesis dari reaktan

vanilin dan *p*-anisidina, diantaranya melalui ikatan C=N pada daerah bilangan - gelombang 1590 cm^{-1} , C=C (Aromatis) pada bilangan gelombang 1623 serta 1507 cm^{-1} , C-O (Eter) pada daerah bilangan gelombang 1247 cm^{-1} , dan -O-H pada bilangan gelombang sekitar 3440 cm^{-1} .

2.5.2 Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-SM)

KG-SM merupakan instrumen gabungan yang terintegrasi dari Kromatografi Gas (KG) dengan Spektroskopi Massa (SM). Kromatografi Gas (KG) berfungsi untuk memisahkan setiap komponen senyawa yang akan dianalisis (Rubiyanto, 2017). Prinsip kerja KG adalah distribusi suatu komponen senyawa terhadap fasa diam dalam kolom dan fasa gerak (gas pembawa), dimana nantinya senyawa tersebut akan terelusi berdasarkan kenaikan titik didih serta interaksi komponen senyawa dengan fasa diam. Pada proses pemisahan, terdapat pengaruh suhu dalam proses pemisahan suatu senyawa (Leba, 2017). Sedangkan, Spektroskopi Massa (SM) berfungsi untuk mendeteksi senyawa-senyawa kimia yang telah terpisah sebelumnya dalam Kromatografi Gas (Rubiyanto, 2017). Prinsipnya adalah penentuan struktur suatu senyawa beserta elusidasinya, melalui proses ionisasi molekul, dimana pada prosesnya, suatu sampel akan digaskan terlebih dahulu, kemudian dionisasi hingga menjadi ion-ion. Ion-ion tersebut diseleksi berdasarkan massanya dalam penganalisa massa. Ion-ion positif atau radikal positif akan lolos dalam seleksi penganalisa massa dan diarahkan ke detektor untuk diidentifikasi dan diterjemahkan menjadi spektra yang dapat diinterpretasikan oleh Recorder (Dachriyanus, 2004).

Penetapan kadar suatu senyawa dalam sampel dapat dilakukan dengan kromatografi gas (Sembiring dkk., 2019). Kadar suatu senyawa dalam sampel dapat diketahui dengan membandingkan luas senyawa sampel dengan total luas keseluruhan senyawa sampel. Kadar suatu senyawa dalam sampel dapat ditentukan dengan persamaan 2.2 (Trisunaryanti, 2018).

$$\text{Persen (\%) komponen} = \frac{\text{Luas area senyawa}}{\text{Luas area total senyawa}} \times 100\% \dots \dots \dots (2.2)$$

Elusidasi suatu senyawa hasil pemisahan Kromatografi Gas dapat dilakukan dengan Spektroskopi Massa. Pada Spektroskopi Massa akan diperoleh spektra massa dengan berbagai nilai m/z yang memiliki intensitas yang berbeda. Pada spektra massa akan diketahui informasi berupa ion molekular (berat molekul senyawa sampel) dan *base peak* dari suatu senyawa yang akan diidentifikasi (Dachriyanus, 2004).

Adawiyah (2017) mengetahui produk hasil sintesis basa Schiff dari reaktan vanilin dan *p*-anisidina melalui 2 puncak kromatogram yang muncul. Puncak 1 memiliki waktu retensi 2,174 menit dengan % luas area sebesar 2,34, puncak tersebut diduga merupakan pelarut kloroform yang digunakan dalam proses analisis. sedangkan, puncak 2 memiliki waktu retensi 23,624 menit dengan % luas area sebesar 97,66, puncak tersebut diduga merupakan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol yang telah terbentuk. Dugaan-dugaan tersebut diperkuat dengan hasil spektra spektroskopi massa dari kedua puncak tersebut. Dimana puncak 1 memiliki ion molekular dengan m/z 118. Nilai m/z tersebut mirip seperti berat molekul kloroform. Sehingga menguatkan dugaan bahwa puncak 1 merupakan senyawa kloroform. Sedangkan, puncak 2

kromatogram memiliki ion molekular sekaligus *base peak* pada m/z 257. Nilai m/z tersebut mirip seperti berat molekul senyawa target sintesis. Sehingga semakin menguatkan dugaan bahwa puncak 2 merupakan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol. Al-Kahraman, dkk (2010) juga mengetahui produk senyawa basa Schiff terbentuk dari vanilin dan *p*-anisidina melalui Spektro Massa pada m/z 257 (ion molekular). Fragmen-fragmen lain yang umumnya muncul adalah pada m/z 242, 227, 198, 170, 154, 134, 115, 77, dan 64.

2.6 Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol dalam Prespektif Islam

Pada surat Shad ayat 27 Allah SWT berfirman :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya dengan batil. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka kecelakaan menimpa orang-orang kafir karena mereka akan masuk neraka (QS. Shad 27).”

Allah SWT tidak menciptakan langit dan bumi serta apa yang ada diantaranya secara sia-sia, terdapat hikmah dalam penciptaan langit dan bumi tersebut. Hanya orang-orang kafir terdahulu (dari penduduk mekkah) yang menganggap bahwa penciptaan langit dan bumi adalah sia-sia. Sehingga mereka akan celaka dan masuk neraka akibat dugaan mereka tersebut (Al-Mahalliy dan As-Suyuthi, 1990). Kandungan ayat ini dapat diperkuat dengan ayat 190-191 dalam surat Ali

Imran. Dimana pada ayat-ayat tersebut, dijelaskan bahwa terdapat tanda-tanda kekuasaan Allah disetiap ciptaannya.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

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

Ciri khas bagi orang yang berakal dalam surat Ali Imran ayat 190-191, adalah mereka yang memperhatikan ciptaan-ciptaan Allah, seperti langit dan bumi beserta isinya. Lalu, mereka juga mengingat Allah SWT sebagai penciptanya. Mereka memikirkan hal-hal demikian dalam segala keadaan, baik itu sambil berdiri, duduk, ataupun berbaring. Mereka pula memikirkan keindahan ciptaan Allah, rahasia-rahasia kejadiannya, manfaat, hikmah dan segalanya yang dikandung dalam alam ini. Semua itu merupakan bukti jelas yang menunjukkan kekuasaan dan keesaan Allah SWT, bagi orang-orang yang berakal (Ash-Shiddieqy, 1987).

Salah satu aplikasi dalam hal ini adalah melakukan sintesis basa Schiff dari senyawa-senyawa ciptaan Allah. Bila memperhatikan dan berpikir tentang senyawa-senyawa tersebut, pasti senyawa-senyawa yang Allah ciptakan tersebut memiliki manfaat dan potensi yang baik dalam kehidupan manusia. Sehingga,

salah satu cara untuk meningkatkan potensi dari senyawa-senyawa tersebut adalah dengan melakukan proses sintesis. pada proses sintesis, digunakan senyawa *o*-vanilin dan *p*-anisidina. Senyawa basa Schiff yang terbentuk memiliki banyak sekali manfaat untuk kepentingan manusia. Sehingga, apabila kita berpikir, benarlah bahwa apa yang Allah ciptakan penuh dengan hikmah dan tidak sia-sia.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian

Keseluruhan rancangan penelitian ini dilakukan pada bulan Mei – Oktober pada tahun 2020, di Laboratorium Kimia Organik UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Sintesis dengan sonikator dilaksanakan di Laboratorium kimia Anorganik UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakteristik setiap hasil sintesis dengan KG-SM, dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik FMIPA Universitas Gadjah Mada.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, diantaranya adalah seperangkat alat refluks, seperangkat alat gelas, rak tabung reaksi, bola hisap, mortar beserta alu, neraca analitik, cawan porselen, botol semprot, termometer, *Melting Point Apparatus* (MPA), oven, pipa kapiler, seperangkat alat sonikasi (sonikator), spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000, mortar agate, desikator, dan seperangkat instrumen KG-SM QP2010S SHIMADZU.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini, diantaranya adalah senyawa *orto*-vanilin 99%, *para*-anisidina 99%, akuades, dan NaOH 2M.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini diawali dengan sintesis senyawa basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan 4 metode, yaitu metode refluks, penggerusan, pelarut air (*stirrer*), dan sonikasi. Hasil-hasil sintesis melalui 4 metode tersebut, kemudian diidentifikasi dan dikarakterisasi secara fisik, kimia dan spektral. Pada identifikasi fisik, akan dilakukan penentuan titik lelehnya dengan *Melting Point Apparatus*. Pada uji sifat kimia, masing-masing produk hasil sintesis akan diuji kelarutannya dalam NaOH 2M. Terakhir, pada karakterisasi secara spektral, setiap hasil sintesis yang diperoleh dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR dan KG-SM. Dimana, pada analisa secara spektral tersebut akan diperoleh data-data berupa spektra yang dapat diinterpretasikan untuk memperkuat bukti bahwa senyawa basa Schiff imina berhasil disintesis. Analisis hasil sintesis dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Secara kualitatif, setiap hasil sintesis akan diidentifikasi dan dikarakterisasi. Sedangkan secara kuantitatif, setiap hasil sintesis akan ditentukan % rendemennya.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode refluks.
2. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode penggerusan.
3. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode pelarut air (*stirrer*).

4. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode sonikasi.
5. Uji titik leleh masing-masing produk dengan *Melting Point Apparatus*.
6. Uji kelarutan masing-masing produk dengan larutan NaOH 2M.
7. Karakterisasi masing-masing produk dengan Spektrofotometer FTIR.
8. Analisa kuantitatif dan karakterisasi masing-masing produk dengan KG-MS.
9. Analisis Data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis senyawa basa Schiff dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode refluks (Govindaraj dan Rasikamary, 2018)

o-Vanilin 99% 0,77 g (5 mmol) dan *p*-anisidina 99% 0,62 g (5 mmol) dilarutkan dalam akuades (25 mL). Kemudian direfluks campuran pada suhu 100 °C selama 3 jam. Produk yang dihasilkan disaring dan dikeringkan dengan desikator hingga massa konstan. Ditentukan rendemen hasil sintesis dengan persamaan 3.1:

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{massa produk}}{\text{massa teoritis}} \times \text{kemurnian KG}(\%) \dots \dots \dots (3.1)$$

3.5.2 Sintesis senyawa basa Schiff dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode penggerusan (Hasanah, dkk, 2017)

p-Anisidina 99% sebanyak 0,62 g (5 mmol) dan *o*-vanilin 99% sebanyak 0,77 g (5 mmol) dilarutkan dalam 0,25 mL akuades. Kemudian, digerus dalam mortar pada suhu ruang selama 20 menit. Produk yang dihasilkan kemudian

dikeringkan dalam desikator. Rendemen hasil sintesis ditentukan dengan persamaan 3.1.

3.5.3 Sintesis senyawa basa Schiff dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode pelarut air (*stirrer*) (Rao, dkk, 2010)

p-Anisidina 99% sebanyak 0,62 g (5 mmol) dan *o*-vanilin 99% sebanyak 0,77 g (5 mmol) dicampurkan dalam Erlenmeyer. Campuran tersebut ditambahkan dengan akuades 10 mL. Kemudian, diaduk dengan stirer dalam suhu kamar selama 10 menit. Endapan yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan. Ditentukan rendemen hasil sintesis dengan persamaan 3.1.

3.5.4 Sintesis senyawa basa Schiff dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode sonikasi (Bendale, dkk, 2011)

p-Anisidina 99 % sebanyak 0,62 g (5 mmol) dilarutkan dalam air 5 mL. Pada gelas beaker lainnya, dilarutkan pula *o*-vanilin 99% sebanyak 0,77 g (5 mmol) dalam air 5 mL. Dicampurkan kedua larutan tersebut dalam gelas beaker, kemudian dimasukkan dalam sonikator selama 6-8 menit. Produk yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan. Ditentukan rendemen hasil sintesis dengan persamaan 3.1.

3.5.5 Uji titik leleh masing-masing produk dengan *Melting Point Apparatus*

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 mencair.

3.5.6 Uji kelarutan masing-masing produk dengan larutan NaOH 2M

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

3.5.7 Karakterisasi masing-masing produk dengan Spektrofotometer FTIR

Masing-masing sedikit produk basa Schiff hasil sintesis dicampur dengan KBr (dilakukan secara bergantian) dan digerus dengan mortar agate. Ditekan dan dibentuk pelet hasil gerusan tersebut 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 Analisa kuantitatif dan karakterisasi masing-masing produk dengan KG-MS (Adawiyah, 2017)

Masing-masing 1 µL produk hasil sintesis dari berbagai metode tersebut dilarutkan dengan pelarut kloroform 70.000 ppm. Campuran tersebut di*inject* kedalam injektor KG-SM QP2010S SHIMADZU dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis Kolom	: AGILENT J&W VF-5MS
Panjang Kolom	: 30 meter
Detektor	: CP 3800 (GC) Saturn 2200 (MS)
Oven	: Terprogram 100 °C (5 menit) → 310 °C (15 menit)
Temperatur injektor	: 310 °C
Tekanan gas	: 20,8 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,49 mL/menit (Konstan)
Gas pembawa	: Helium

Ditunggu beberapa saat, hingga muncul kromatogram dan spektra MS yang dapat diinterpretasikan. Masing-masing hasil kromatogram yang muncul ditentukan (%) kemurnian dengan persamaan 3.2:

$$\% \text{ Kemurnian} = \frac{\text{luas area senyawa}}{\text{luas area total senyawa}} \times 100\% \dots \dots \dots (3.2)$$

3.5.9 Analisis Data

Keberhasilan sintesis dilihat dari karakter produknya. Dimana produk hasil sintesis sedikit larut dalam air, dapat larut dalam NaOH 2M. 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 lebih lanjut dengan KG-SM, senyawa target memiliki ion molekular pada *m/z* 257. Senyawa target dapat diduga pula melalui pola fragmentasinya.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol

Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metilfenilimino)metil)fenol dilakukan menggunakan reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina. Reaktan *o*-vanilin bertindak sebagai senyawa aldehida yang memiliki gugus C=O, sedangkan *p*-anisidina bertindak sebagai senyawa amina primer yang memiliki gugus NH₂. Reaksi dari kedua reaktan tersebut akan menghasilkan suatu senyawa basa Schiff yang memiliki gugus -C=N- dalam senyawanya.

Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metilfenilimino)metil)fenol dilakukan melalui empat metode sintesis. Dari keempat metode sintesis tersebut, diantaranya ada yang dilakukan secara konvensional dan ada juga yang dilakukan secara *green synthesis*. Metode sintesis yang dilakukan secara konvensional yaitu metode refluks (P₁). Sedangkan, ketiga metode lainnya yang dilakukan secara *green synthesis* yaitu metode penggerusan (P₂), pelarut air (*stirrer*) (P₃), dan sonikasi (P₄). Berdasarkan laporan sebelumnya, diketahui bahwa sintesis senyawa basa Schiff melalui metode *green synthesis* memiliki efisiensi yang tinggi, dengan (%) hasil yang relatif tinggi, dan dengan waktu yang relatif singkat dalam prosesnya (Bendale, dkk., 2011 ; Rao, dkk., 2010 ; Sachdeva, dkk., 2012). Pada penelitian ini, hasil sintesis produk basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metilfenilimino)metil)fenol yang dibentuk melalui keempat metode sintesis, telah dirangkum pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik keempat produk sintesis

Pengamatan	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Coklat Kekuningan	Kuning Kecoklatan	Kuning Kecoklatan	Kuning Kecoklatan
Massa (g)	1,2127	1,2827	1,2612	1,2745
Rendemen (%)	94,2708	99,7123	98,0410	99,0749
Titik Lebur (°C)	83-89,5 °C	89,9-90,2 °C	88,3-91,8 °C	87,5-88,4 °C

Keterangan:

P₁ = Produk sintesis dengan metode refluks

P₂ = Produk sintesis dengan metode penggerusan

P₃ = Produk sintesis dengan metode pelarut air (*stirrer*)

P₄ = Produk sintesis dengan metode sonikasi

Berdasarkan hasil yang ditunjukkan pada Tabel 4.1, dapat diketahui bahwa produk basa Schiff yang terbentuk secara fisik memiliki karakter yang serupa, yaitu berwujud padatan dan memiliki warna kuning kecoklatan atau coklat kekuningan. Warna dari produk-produk target yang terbentuk berbeda dengan warna reaktan yang digunakan, dimana *o*-vanilin merupakan padatan berwarna kuning kehijauan/ kuning pucat, sedangkan *p*-anisidina merupakan padatan berwarna hitam mengkilap. Perbedaan warna tersebut merupakan salah satu indikasi bahwa produk basa Schiff berhasil sintesis melalui empat metode yang berbeda.

Massa produk yang dihasilkan sebanding dengan % hasil yang diperoleh, dimana semakin besar massa produk, maka semakin besar juga % hasilnya. Pada Tabel 4.1, terlihat bahwa sintesis basa Schiff yang dilakukan menggunakan metode *green synthesis* seperti produk P₂, P₃, dan P₄ memiliki % hasil rendemen yang relatif tinggi, sedangkan sintesis yang dilakukan dengan metode konvensional seperti produk P₁ memiliki % hasil rendemen yang lebih rendah. Hal ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Bendale, dkk. (2011), Rao, dkk. (2010) dan

Sachdeva, dkk. (2012) bahwa sintesis senyawa basa Schiff melalui metode *green synthesis* menghasilkan % hasil yang lebih tinggi dibandingkan dengan sintesis melalui metode konvensional.

Pada sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina, diketahui bahwa hasil sintesis P₂ memiliki % hasil tertinggi yaitu sebesar 99,71 %. Sedangkan, P₁ memiliki hasil terendah yaitu sebesar 94,27 %. P₄ dan P₃ memiliki % hasil yang tinggi pula yaitu masing-masing sebesar 99,07 % dan 98,04 %. Hal demikian terbukti dengan % hasilnya yang tidak memiliki perbedaan signifikan dari % hasil P₂. Bila diurutkan % hasil produk basa Schiff dari yang tertinggi hingga terendah, maka diperoleh urutan yaitu P₂, P₄, P₃, dan P₁.

Pada P₂, produk sintesis dihasilkan menggunakan metode penggerusan dalam media air. Adanya penggerusan dapat menyebabkan tumbukan antar molekul reaktan yang menghasilkan energi kinetik sebagai pemicu terjadinya suatu reaksi kimia. Adanya energi kinetik tersebut dapat menyebabkan molekul *o*-vanilin dan *p*-anisidina saling bertumbukan dan bereaksi membentuk suatu produk senyawa target (Singh, dkk, 2008). Akselerasi tersebut dapat dijelaskan bahwa terjadi perubahan energi mekanik menjadi energi panas, yang menjadikan pendorong untuk mengaktivasi molekul-molekul reaktan untuk saling bereaksi. Energi kinetik yang dipasok selama penggerusan menyebabkan efek pada padatan reaktan, yaitu pembentukan cacat padatan dan pengurangan ukuran partikel (dengan peningkatan luas permukaan secara beruntun) (Sana, dkk, 2012). Pada prakteknya, penggerusan reaktan dilakukan pula dalam media air untuk lebih mempermudah proses sintesis. Sehingga % hasil yang diperoleh sangat tinggi, yaitu 99,71 %.

Pada P₄, produk sintesis dihasilkan menggunakan metode sonikasi dalam media air. Pada proses sintesis, gelombang ultrasonik memainkan peran penting dalam pengurangan waktu sintesis (Ahmed, dkk, 2014) dan peningkatan % hasil sintesis senyawa target (Lancaster, 2002). Adanya penambahan gelombang ultrasonik yang kuat dapat menyebabkan osilasi-osilasi ikatan-ikatan reaktan semakin meningkat. Hal demikian menyebabkan ikatan-ikatan reaktan terputus, sehingga reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina semakin reaktif untuk bereaksi dan menyebabkan semakin meningkatnya tumbukan antar reaktan. Pada proses tersebut, produk target akan lebih cepat terbentuk yang disebabkan oleh energi akustik yang dihasilkan (Bakht, 2015). Proses sintesis juga dipermudah dengan adanya media air sebagai medium pembentuk gelembung kavitasi (Puri, dkk, 2013). Sehingga % hasil senyawa target yang diperoleh juga sangat tinggi, yaitu 99,07 %. % Hasil dari P₄ bisa dikatakan setara dengan % hasil P₂. Hanya saja , saat proses penyaringan masih terdapat sisa-sisa produk yang ikut dalam filtrat, walaupun sedikit sekali. Namun, tetap keefektifan metode sonikasi dalam mensintesis senyawa target dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina sangat tinggi, sama efektifnya seperti metode penggerusan.

Pada P₃, produk sintesis yang dihasilkan dilakukan menggunakan metode pelarut air (*stirrer*). Penggunaan air sebagai pelarut memungkinkan reaksi lebih cepat akibat peningkatan difusi (Knochel, 2003). Dengan kata lain, sintesis dengan metode *stirrer* jauh lebih mudah dalam air. Pada proses *stirrer*, manfaat air dalam sintesis sangat penting. Proses reaksi hampir meningkat 300 kali lebih cepat bila dibandingkan dengan reaksi dalam pelarut organik. Hal demikian dapat dikaitkan dengan efek hidrofobik. Karena perbedaan polaritas antara air dan

reaktan, molekul air cenderung berasosiasi di antara mereka sendiri, sedangkan reaktan berasosiasi dengan reaktan-reaktan itu sendiri. Tidak seperti pelarut organik dan memaksanya berasosiasi bersama dengan reaktan (Lancaster, 2002). Walaupun demikian, % hasil dan massa produk Target P₃ sedikit lebih kecil dari pada P₂, hal demikian disebabkan masih terdapat sisa-sisa produk yang terdapat pada filtrat (filtrat sedikit kekuningan) saat proses penyaringan. Sehingga hasil produk basa Schiff P₃ sedikit lebih kecil daripada % hasil produk hasil sintesis melalui metode penggerusan, yaitu sebesar 98,04 %.

Pada P₁, produk sintesis yang dihasilkan dilakukan menggunakan metode refluks dengan pelarut air. Pada proses refluks, terjadi suatu reaksi antara *o*-vanilin dengan *p*-anisidina dengan melibatkan pengaturan suhu. Penggunaan panas dimaksudkan untuk mempercepat reaksi dan diharapkan dapat memperoleh % hasil yang tinggi. Namun, menurut Sana, dkk (2012) dan Loupy, dkk (2001) peningkatan suhu hanya akan meningkatkan sebagian kecil molekul yang diaktifkan. Pada waktu tertentu suhu pada permukaan bejana reaksi lebih besar dari suhu internal, dan energi panas ditransfer ke campuran reaksi melalui konduksi termal. Di sisi lain, saat proses penyaringan masih terdapat sisa-sisa produk yang ikut dalam filtrat. Hal demikian merupakan sebab-sebab, mengapa % hasil P₁ merupakan yang terendah bila dibandingkan dengan % hasil produk yang disintesis melalui metode *green synthesis*, yaitu sebesar 94,27 %.

Titik leleh produk yang dihasilkan yaitu berkisar 83 hingga 92°C. Hasil titik leleh tersebut berbeda dengan titik leleh reaktan-reaktan, dimana *o*-vanilin memiliki titik leleh sebesar 40-42 °C (Kolb, 2017), sedangkan *p*-anisidina memiliki titik leleh sebesar 57,2 °C (Spero dkk., 2000). Perbedaan titik leleh

tersebut mengindikasikan bahwa senyawa target berhasil terbentuk melalui keempat metode sintesis yang dilakukan.

Hasil titik leleh yang dihasilkan dapat digunakan sebagai salah satu pengidentifikasi tingkat kemurnian suatu padatan zat kimia. Tingkat kemurnian suatu padatan zat kimia dapat dilihat dari kisaran titik leleh yang dihasilkan. Senyawa padatan kimia murni biasanya meleleh secara keseluruhan pada kisaran suhu yang sempit (Reddy, dkk.,2016). Pada Tabel 4.1, terlihat bahwa setiap keempat produk sintesis yang dihasilkan, masing-masing memiliki perbedaan dalam kisaran titik lelehnya. Kisaran hasil titik leleh paling sempit terlihat pada produk sintesis metode penggerusan (P_2), kemudian disusul dengan produk sintesis metode sonikasi (P_4), produk sintesis metode pelarut air (P_3), dan yang paling renggang kisaran titik lelehnya terlihat pada produk sintesis hasil metode refluks (P_1). Hasil-hasil tersebut menunjukkan bahwa produk target yang disintesis melalui metode *green synthesis* tidak hanya memiliki (%) hasil yang tinggi, namun memiliki tingkat kemurnian yang relatif tinggi.

Tabel 4.2 Parameter waktu keempat metode sintesis

Metode Sintesis	Lama waktu sintesis	Rendemen (%)
Refluks	180 menit	94,2708
Penggerusan	20 menit	99,7123
Strirrer	10 menit	98,0410
Sonikasi	6-8 menit	99,0749

Selain parameter rendemen dan kisaran titik leleh, keefektifan dari metode sintesis yang dilakukan juga dapat dilihat dari lamanya waktu sintesis yang dilakukan. Pada setiap metode sintesis yang dilakukan, umumnya metode *green synthesis* hanya memerlukan waktu yang relatif singkat dalam prosesnya bila

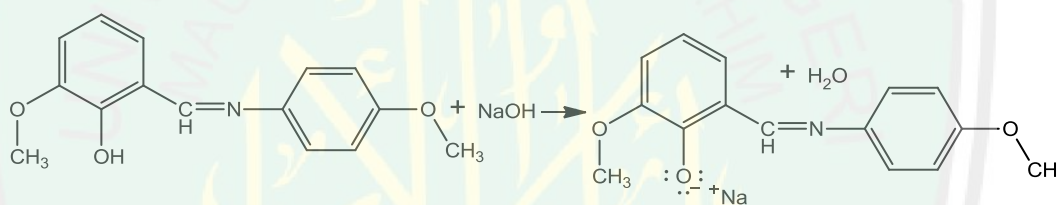
dibandingkan dengan metode konvensional (Bendale, dkk., 2011 ; Rao, dkk., 2010 ; Sachdeva, dkk., 2012). Pada Tabel 4.2, terbukti bahwa sintesis dengan metode *green synthesis* hanya memerlukan waktu yang relatif singkat dalam prosesnya, namun tetap menghasilkan % hasil yang lebih tinggi daripada % hasil yang dihasilkan melalui metode konvensional (dengan waktu yang relatif lama).

Lebih terperinci lagi, sintesis dengan metode refluks memerlukan waktu yang paling lama selama prosesnya. Selain itu, sumber energi yang digunakan juga tidak efisien, memerlukan pelarut yang banyak, dan juga digunakan alat khusus (seperangkat alat refluks). Berlainan dengan 3 metode *green synthesis* yang dilakukan, dimana masing-masing hanya memerlukan waktu yang relatif singkat dengan % hasil diatas 98 %. Namun, bila dibandingkan diantara ketiga metode *green synthesis*, metode penggerusan bisa dikatakan merupakan metode yang paling efisien. Karena metode tersebut dalam proses sintesisnya hanya menggunakan alat yang sederhana, yaitu mortar dan alu yang dapat difungsikan secara langsung sebagai alat gerus. Pelarut yang digunakan juga sangat sedikit pada metode ini. Untuk metode *stirrer* dan metode sonikasi masih dibutuhkan pelarut yang lebih banyak daripada sintesis dengan metode penggerusan, dan juga diperlukan alat khusus yaitu *hot plate stirrer* (untuk metode *stirrer*) dan seperangkat alat sonikator (untuk metode sonikasi) yang keduanya memerlukan listrik untuk berfungsi, meskipun proses sintesisnya sangat cepat.

4.2 Karakterisasi Produk Sintesis

4.2.1 Uji Kelarutan Produk Sintesis dengan NaOH 2M

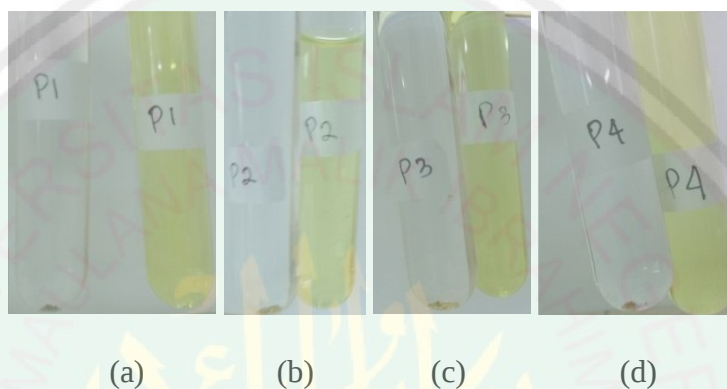
Uji kelarutan secara kimiawi dilakukan untuk mengetahui keberadaan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol melalui keberadaan gugus fenolat pada senyawa target tersebut. Uji Kelarutan ini didasarkan pada prinsip asam basa Bronsted-Lowry, dimana produk sintesis bertindak sebagai asam yang dapat mendonorkan proton H^+ , sedangkan NaOH 2 M bertindak sebagai basa yang dapat menerima H^+ . Persamaan reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Reaksi Asam Basa Bronsted-Lowry pada senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol

Pada penelitian ini, keempat produk masing-masing dilarutkan dalam akuades dan NaOH 2M. Pada Gambar 4.2, hasil uji kelarutan menunjukkan bahwa produk sintesis tidak larut dalam akuades. Hal demikian terbukti dengan warna larutan yang bening, dan disertai dengan adanya padatan dalam larutan. Sedangkan, produk sintesis larut dalam larutan NaOH. Hal demikian terbukti dengan warna larutan berubah menjadi kuning. Reaksi antara produk sintesis dengan larutan NaOH tersebut menghasilkan suatu garam natrium fenolat yang

terlarut dan molekul H_2O . Hal tersebut dapat dijadikan salah satu indikasi bahwa terdapat gugus fenolat pada senyawa basa Schiff yang terbentuk, dengan demikian memperkuat dugaan bahwa senyawa basa Schiff berhasil terbentuk melalui metode refluks, penggerusan, pelarut air (*stirrer*), dan sonikasi.



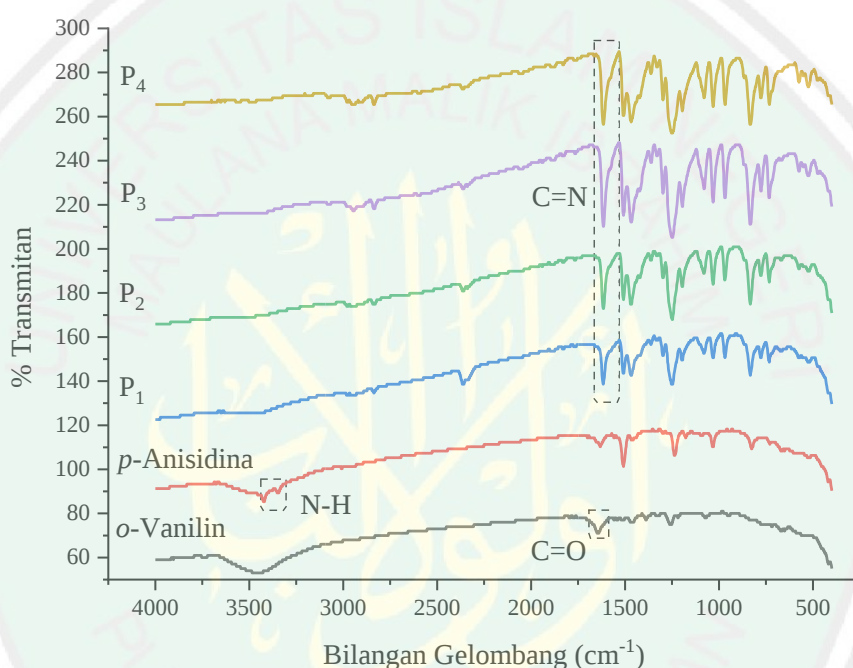
Gambar 4.2 Hasil uji kelarutan keempat produk sintesis (a) P_1 dalam aquades (kiri) dan larutan NaOH (kanan) (b) P_2 dalam aquades (kiri) dan larutan NaOH (kanan) (c) P_3 dalam aquades (kiri) dan larutan NaOH (kanan) (d) P_4 dalam aquades (kiri) dan larutan NaOH (kanan)

4.2.2 Karakterisasi Produk Sintesis dengan FTIR

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan untuk mengetahui serapan gugus fungsi yang terdapat pada senyawa target basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol khususnya gugus fungsi khas imina, melalui suatu puncak yang timbul pada bilangan gelombang tertentu. Pada Gambar 4.3 ditunjukkan spektra dari *o*-vanilin, *p*-anisidina, dan keempat produk sintesis.

Pada Gambar 4.3, diperlihatkan bahwa spektra IR dari keempat produk sintesis memiliki bentuk sama dan serapan gugus fungsi yang sama. Akan tetapi, berbeda dengan spektra IR dari reaktan. Pada spektra IR produk target terdapat

gugus fungsi khas imina ($C=N$) pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} . Hal demikian merupakan salah satu indikasi bahwa senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol telah terbentuk melalui keempat metode yang dilakukan. Untuk serapan gugus fungsi lainnya pada senyawa target, ditunjukkan pada Tabel 4.3.



Gambar 4.3 Hasil Spektra FTIR dari reaktan dan keempat produk sintesis

Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, diketahui bahwa senyawa target memiliki serapan khas $-C=N-$ yang tajam dan kuat pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} . Lebih lengkap lagi, senyawa ini diperkuat dengan adanya beberapa serapan lainnya, seperti pada bilangan gelombang $3480\text{--}3488\text{ cm}^{-1}$ dengan puncak melebar yang mengindikasikan adanya gugus fungsi $-OH$ stretch, bilangan

gelombang 2945-2948 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus $\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$ asimetrik, bilangan gelombang 2836-2857 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus $\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$ simetrik, bilangan gelombang 2054-1765 cm^{-1} dengan puncak-puncak berintensitas lemah yang mengindikasikan adanya *overtone* pada cincin aromatik, bilangan gelombang 1298 dan 1032 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya ikatan C-O-C asimetrik metoksi, bilangan gelombang 1508 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya ikatan C=C aromatis benzena, bilangan gelombang 1248-1250 cm^{-1} dengan puncak serapan berintensitas kuat dan tajam yang mengindikasikan adanya ikatan C-O *stretch* fenol, dan bilangan gelombang 833 cm^{-1} dengan puncak serapan berintensitas kuat dan tajam yang mengindikasikan adanya ikatan -CH_2 *bend* aromatik. Bilangan gelombang gugus-gugus fungsi dari senyawa target sesuai dengan literatur pada Tabel 4.4.

Tabel 4.3 Gugus-gugus fungsi keempat produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})			
	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄
-OH <i>stretch</i>	3486,106	3488,339	3480,705	3481,504
$\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$ asimetrik	2948,451	2945,906	2945,379	2945,847
$\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$ simetrik	2836,743	2836,156	2835,830	2836,180
Overtone aromatik	2054-1767	2054-1767	2053-1766	2053-1765
C=N	1615,850	1615,633	1615,338	1615,383
C=C aromatis	1508,564	1508,524	1508,177	1508,099
C-O-C asimetrik	1298,020	1297,914	1297,914	1297,892
	1032,234	1032,213	1031,703	1031,532
C-O <i>stretch</i> fenol	1249,506	1249,088	1248,851	1248,988
-CH_2 <i>bend</i> aromatik	833,227	833,199	832,904	832,970

Keterangan:

P₁ = Produk sintesis dengan metode refluks

P₂ = Produk sintesis dengan metode penggerusan

P₃ = Produk sintesis dengan metode pelarut air (*stirrer*)

P₄ = Produk sintesis dengan metode sonikasi

Tabel 4.4 Perbandingan serapan gugus-gugus fungsi senyawa target dengan literatur

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹) Literatur	Intensitas	Literatur
-OH <i>stretch</i>	~3484	3403	m	Govindaraj dan Rasikamary 2018
C _{sp3} -H asimetrik	~2946	2962	m-s	Shriner, dkk, 2004
C _{sp3} -H simetrik	~2836	2835	m-s	Shriner, dkk, 2004
<i>Overtone</i> aromatik	~2054-1765	2000-1667	w	Pavia, dkk, 2001
C=N	1616	1616	s	Bendale, 2011
C=C aromatis	~1508	1509	s	Bendale, 2011
C-O-C asimetrik	1298	~1250	s	Pavia, dkk, 2001
	1032	~1040		
C-O <i>stretch</i> fenol	~1249	~1255	s	Bendale, 2011
-CH ₂ <i>bend</i> aromatik	833	900-690	s	Pavia, dkk, 2001

Keterangan:

w = *weak* (lemah)m = *middle* (sedang)s = *strong* (kuat)

Hasil spektra IR dari keempat produk sintesis dibandingkan dengan spektra IR reaktan untuk mengetahui tingkat keberhasilan sintesis. Diketahui bahwa pada spektra *o*-vanilin terdapat serapan khas gugus karbonil C=O pada bilangan gelombang 1644,210 cm⁻¹ (Pavia, dkk, 2001), sedangkan keempat produk sintesis tidak memiliki puncak serapan gugus karbonil tersebut. Pada spektra *p*-anisidina pula terdapat dua puncak serapan khas amina primer N-H dengan intensitas lemah pada bilangan gelombang 3445,900 dan 3347,697 cm⁻¹ (Pavia, dkk, 2001). Serapan khas tersebut tidak dimiliki pula oleh keempat produk sintesis. Hal demikian dapat memperkuat dugaan bahwa senyawa basa Schiff telah terbentuk.

4.2.3 Karakterisasi Produk Sintesis dengan KG-SM

Karakterisasi dengan KG-SM dilakukan untuk mengetahui adanya senyawa target basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol yang terbentuk, kemurniannya, serta kemungkinan struktur kimianya melalui berat molekul yang diperkuat dengan puncak dasar (*base peak*), puncak-puncak lain beserta pola fragmentasinya. Hasil karakterisasi KG-SM untuk keempat produk senyawa target ditunjukkan pada Tabel 4.5 dan hasil kromatogram setiap senyawa target ditunjukkan pada Gambar 4.4.

Tabel 4.5 Hasil karakterisasi KG-SM

Senyawa	Hasil GC-MS			Rendemen (%)
	Waktu retensi (menit)	% Area	Ion molekuler (m/z)	
P ₁	44,277	100,00 %	257	94,3
P ₂	44,247	100,00 %	257	99,7
P ₃	44,210	100,00 %	257	98,0
P ₄	44,247	100,00 %	257	99,1

Keterangan:

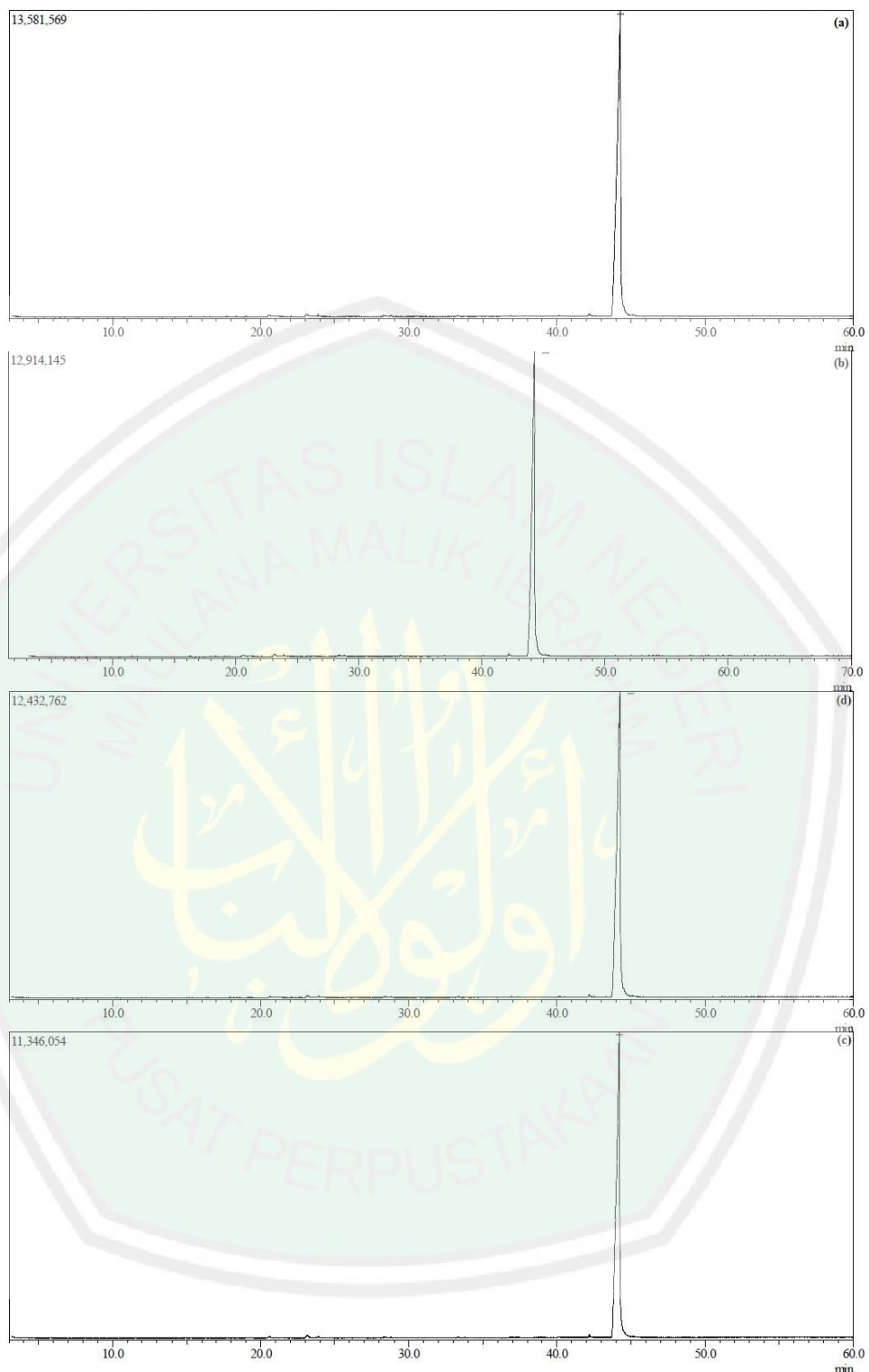
P₁ = Produk sintesis dengan metode refluks

P₂ = Produk sintesis dengan metode penggerusan

P₃ = Produk sintesis dengan metode pelarut air (*stirrer*)

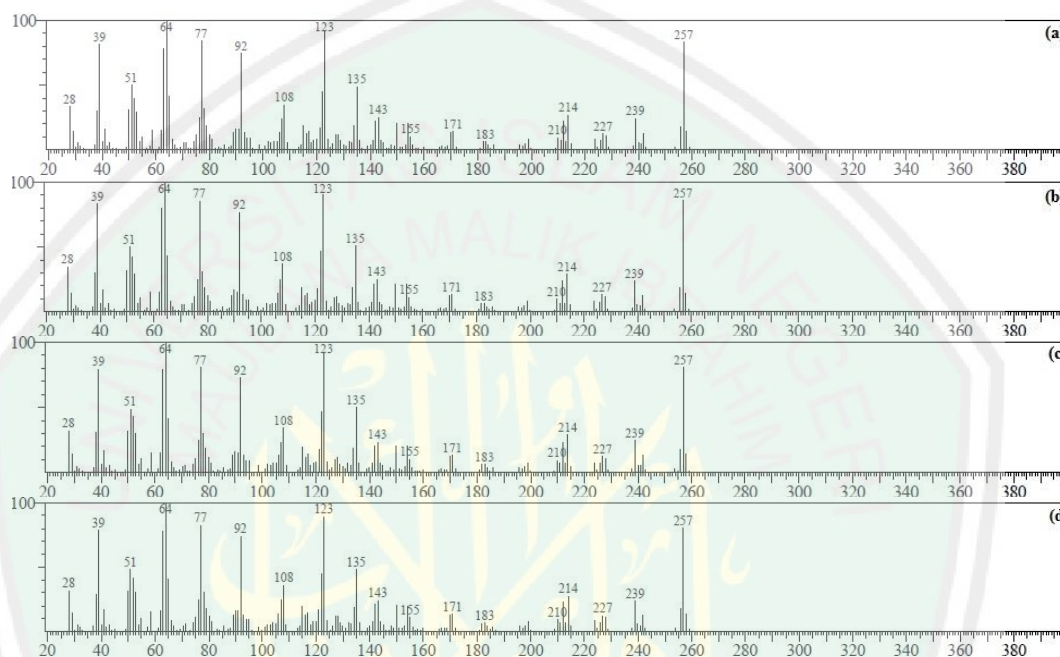
P₄ = Produk sintesis dengan metode sonikasi

Pada Gambar 4.4, ditunjukkan pada hasil kromatogram bahwa setiap produk hanya terdiri dari 1 puncak utama dengan waktu retensi sekitar 44,200 menit dan luas area sebesar 100,00 %. Hasil karakterisasi KG ini menunjukkan bahwa setiap hasil produk sintesis memiliki kemurnian dan kadar senyawa target sebesar 100,00 %.



Gambar 4.4 Hasil Kromatogram keempat Produk Sintesis (a) Kromatogram P_1
(b) Kromatogram P_2 (c) Kromatogram P_3 (d) Kromatogram P_4

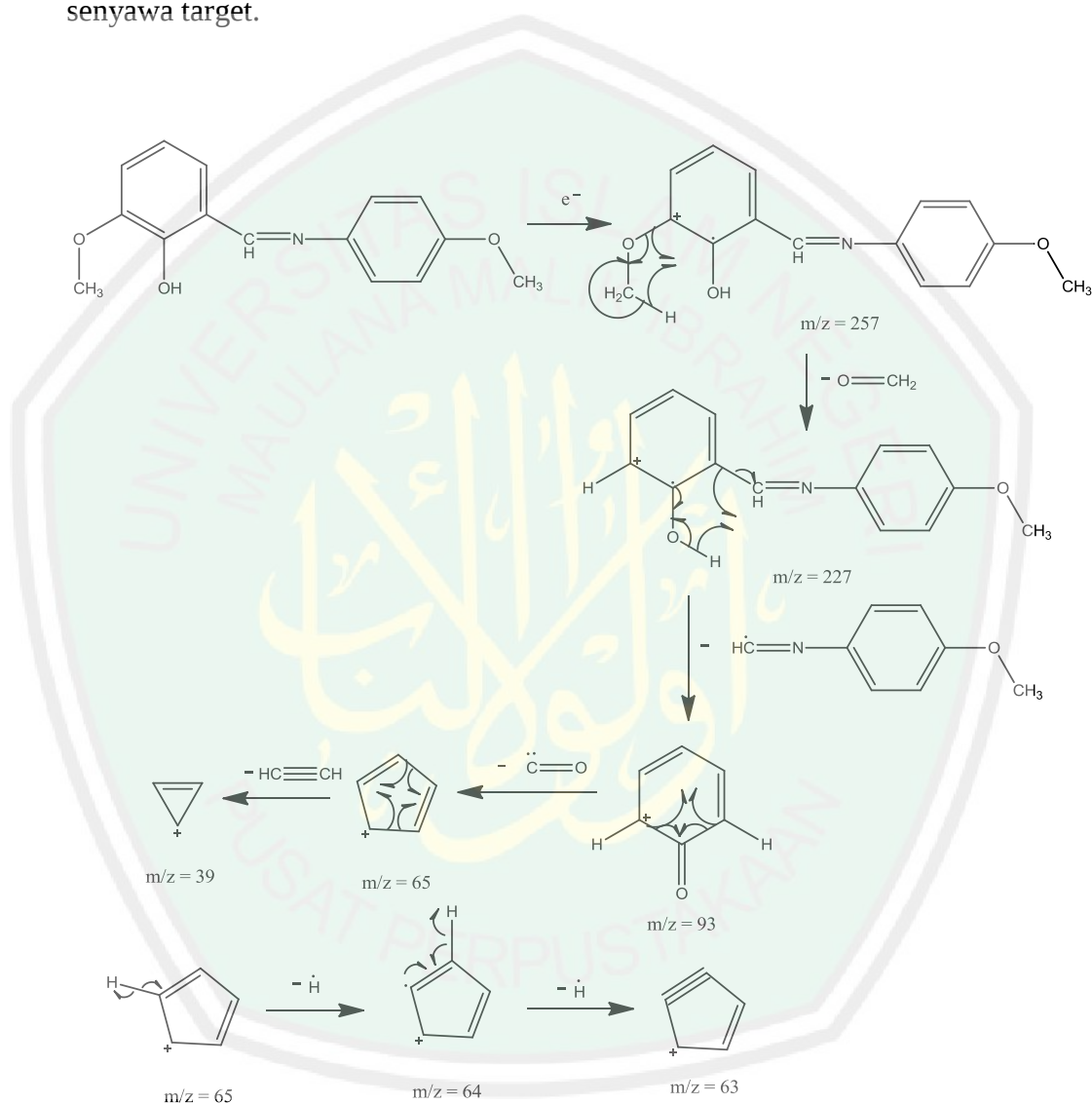
Setelah melalui proses pemisahan kromatogram, setiap produk juga dianalisa dengan SM untuk mengetahui struktur senyawa. Hasil spektra massa dari setiap produk target (puncak utama) juga memiliki hasil yang sama dan serupa. Spektra massa dari setiap puncak utama ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Spektra massa puncak utama (a) Spektra massa P_1 (b) Spektra massa P_2 (c) Spektra massa P_3 (d) Spektra massa P_4

Berdasarkan setiap hasil spektra massa pada Gambar 4.5, diperlihatkan bahwa setiap senyawa target memiliki ion molekular m/z 257 dan *base peak* pada m/z 64. Nilai ion molekular bersesuaian dengan berat molekul dari setiap senyawa target, sehingga semakin memperkuat dugaan bahwa produk basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol berhasil terbentuk melalui keempat metode yang dilakukan. Tidak hanya ion molekular dan *base peak*, pada setiap spektra massa juga ditunjukkan beberapa fragmen lainnya dengan kelimpahan

yang cukup tinggi. Fragmen-fragmen tersebut muncul pada m/z 135, 123, 92, 77, 51, dan 39. Kebanyakan dari fragmen-fragmen tersebut mampu untuk melakukan resonansi, sehingga fragmen-fragmen tersebut dapat muncul dengan kelimpahan yang cukup tinggi. Pada Gambar 4.6 ditunjukkan salah satu pola fragmentasi dari senyawa target.



Gambar 4.6 Pola fragmentasi puncak utama

Berdasarkan hasil identifikasi dan karakterisasi spektra yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa produk target basa Schiff 2-metoksi-6-((4

metoksifenilimino)metil)fenol telah terbentuk. Hal tersebut terbukti dengan perbedaan warna serta titik lelehnya yang berbeda dengan reaktan dan juga hasil kelarutannya terhadap NaOH dan akuades. Pada spektra IR, dugaan terbentuknya produk target semakin diperkuat dengan munculnya serapan khas gugus imina ($C=N$) dengan intensitas kuat pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} dan juga hilangnya serapan gugus-gugus reaktan aldehida ($C=O$) dan amina pimer ($N-H$). Terakhir, pada spektra MS, diketahui juga bahwa target produk memiliki ion molekular pada m/z 257, dimana nilai ion molekular tersebut sesuai dengan berat molekul dari senyawa target yang disintesis.

4.3 Tinjauan Penelitian Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol dalam Prespektif Islam

Upaya untuk tidak berbuat kerusakan lingkungan tetaplah harus dilakukan, walaupun dalam proses penelitian dengan bahan-bahan kimia. Allah SWT berfirman dalam surat ar Ruum ayat 41 yang berbunyi :

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

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

Pada ayat tersebut, Allah SWT berfirman bahwa kerusakan-kerusakan yang terjadi di sekitar kita, baik di daratan, kota-kota, desa-desa, lautan, dan pulau-

pulau telah terlihat jelas akibat perbuatan manusia itu sendiri (Bahreisy dan Bahreisy, 1994). Padahal dalam potongan surat al Qasas ayat 77 Allah SWT berfirman :

وَلَا تَبْغِ الْفُسَادَ فِي الْأَرْضِ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ ﴿٧٧﴾

“dan janganlah engkau berbuat kerusakan di (muka) bumi. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan (QS. Al-Qasas 77).”

Allah SWT melarang hambanya untuk berbuat kerusakan serta berlaku sewenang-wenang di atas bumi Allah SWT, sebab sesekali Allah SWT tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan (Bahreisy dan Bahreisy, 1994). Sehingga jelas bahwa berbuat kerusakan lingkungan dalam bentuk apapun dilarang dalam agama Allah SWT. Pada aspek ini, sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dengan prinsip *green synthesis* bersesuaian dengan firman-firman Allah SWT diatas dalam hal mencegah kerusakan lingkungan yang mungkin terjadi akibat penggunaan bahan-bahan kimia pencemar.

Sintesis basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol juga merupakan suatu bentuk usaha manusia dalam hal memperhatikan dan memikirkan tentang tanda-tanda kekuasaan Allah SWT yang ada di langit dan di bumi. Allah SWT berfirman dalam surat Yusuf ayat 105 yang berbunyi :

وَكَايُنْ مِنْ آيَةٍ فِي السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ يَمُرُّونَ عَلَيْهَا وَهُمْ عَنْهَا مُعْرِضُونَ ﴿١٠٥﴾

“Dan banyak sekali tanda-tanda (kekuasaan Allah) di langit dan di bumi yang mereka melaluinya, sedang mereka berpaling daripadanya (QS. Yusuf 105)”

Banyak sekali tanda-tanda kekuasaan-Nya yang diperlihatkan di langit dan di bumi-Nya, sebagai bahan pembelajaran serta hujjah, seperti pepohonan, tumbuhan, laut, gunung, matahari, bulan, dan bintang. Mereka (penyembah berhala dan patung) melaluinya, akan tetapi mereka berpaling, tidak mengambil pelajaran dan tidak juga memikirkannya. Padahal, hal-hal demikian menunjukkan keesaan Allah, yang telah menciptakan segala sesuatu dan mengatur ciptaan-Nya tersebut (Ath-Thabari, 2009). Kandungan ayat tersebut bersesuaian dengan surat Ali Imran ayat 190-191, yang membahas tentang orang berakal yang memperhatikan dan memikirkan ciptaan-ciptaannya yang ada dilangit dan di bumi (Ash-Shiddieqy, 1987).

Basa Schiff diketahui memiliki banyak sekali manfaat berdasarkan pada penelitian - penelitian terdahulu. Meskipun keberadaannya dialam sangat jarang. Namun, senyawa ini dapat disintesis, terlebih lagi dengan metode sintesis hijau yang ramah lingkungan. Basa Schiff memiliki berbagai macam manfaat, merupakan bukti nyata akan keesaan dan kebesaran Allah SWT. Dimana manusia sebelumnya telah memperhatikan dan berpikir akan basa Schiff yang dahulunya masih belum dapat disintesis. Seiring dengan diketahui banyaknya manfaat dari golongan senyawa ini, akhirnya manusia berpikir dan termotivasi untuk mensintesis senyawa yang berguna tersebut hingga sekarang. Salah satunya seperti yang dilakukan pada penelitian ini, yaitu sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina. Jelaslah, bahwa apabila kita berpikir, memang benar bahwa segala sesuatu yang Allah ciptakan memiliki hikmah, yang menunjukkan akan kekuasaan-Nya.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Rendemen senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina yang dilakukan, yaitu 99,7123 % dengan metode penggerusan, kemudian 99,0749 % dengan metode sonikasi, 98,0410 % dengan metode *stirrer*, dan terakhir 94,2708 % dengan metode refluks. Setiap produk hasil sintesis memiliki kemurnian sebesar 100,00 % berdasarkan hasil KG-SM. Karakter dari setiap senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol yang terbentuk umumnya berwujud padatan, berwarna Kuning Kecoklatan, memiliki titik leleh berkisar antara 83-92°C, larut dalam NaOH, tidak larut dalam Akuades, memiliki serapan gugus fungsi khas -C=N- pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} , dan memiliki ion molekular pada m/z 257.

5.2 Saran

1. Perlu adanya karakterisasi dengan $^1\text{H-NMR}$ untuk memperkuat dugaan terbentuknya produk target basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol.
2. Perlu dilakukannya uji aktivitas senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol sebagai antibakteri, antijamur, dan antivirus dalam bidang farmakologi. Selain itu, senyawa basa Schiff tersebut dapat disintesis menjadi bentuk senyawa kompleksnya untuk meningkatkan aktivitas biologisnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Adawiyah, R. 2017. Sintesis senyawa basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina menggunakan metode penggerusan. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ahmed, N.S., Alfooty, K.O. dan Khalifah, S.S. 2014. An Efficient Sonochemical Synthesis of Novel Schiff's Bases, Thiazolidine, dan Pyrazolidine Incorporating 1,8-Naphthyridine Moiety dan Their Cytotoxic Activity against HePG2 Cell Lines. *The ScientificWorld Journal*. 2014: 2-10.
- Al Hakimi, N.S., Hanapi, A., dan Fasya, A.G. 2017. Green Synthesis Senyawa Imina dari Vanilin dan Anilina dengan Katalis Alami Air Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*). *Alchemy Journal of Chemistry*. 5(4): 120.
- Al-Kahraman, Y.M.S.A., Madkour, H.M.F, Ali, D., dan Yasinzai, M. 2010. Antileishmanial, Antimicrobial and Antifungal Activities of Some New Aryl Azomethines. *Molecules*. 15: 662-663.
- Al-Mahalliy, I.J. dan As-Suyuthi, I.J. 1990. *Terjemah Tafsir Jalalain Jilid 3*. Bandung: Sinar Baru.
- Ameta, S.C., Ameta, R., dan Ameta, G. 2018. *Sonochemistry: An Emerging Green Technology*. CRC Press.
- Ash-Shiddieqy, T.M.H. 1987. *Tafsir Al-Qur'anul Majid An-Nuur 1 (Surat 1-4)*. Semarang: Pustaka Rizki Putra.
- Ath-Thabari, A.J.M.J. 2009. *Tafsir Ath-Thabari (15)*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Bahreisy, H.S. dan Bahreisy, H. S. 1994. *Terjemah Singkat Tafsir Ibnu Katsier Jilid 6*. Kuala Lumpur: Victory Agencie.
- Bakht, M.A. 2015. Lemon Juice catalyzed Ultrasound assisted synthesis of Schiff's base: A Total Green approach. *Bulletin of Environment Pharmacology and Life Sciences*. Vol. 4(10): 80-81.
- Bendale, A.R., Bhatt, R., Nagar, A., Jadhav, A.G. dan Vidyasagar, G. 2011. Schiff base synthesis by unconventional route: An innovative green approach. *Der PHarma Chemica*. Vol. 3(2): 36-37.
- Brown, W., Foote, C., Iverson, B., dan Anslyn, E. 2008. *Organic Chemistry*. USA: Cengage Learning.
- Cahyana, H. dan Pratiwi, P. 2015. Sintesis Ramah Lingkungan Senyawa Imina Turunan Vanilin dan 2-Hidroksi Asetofenon Serta Uji Aktivitas Biologi dan Antioksidan. *PHarm Sci Res*. Vol. 2(No.1): 47.

- Chavan, S.B., Zangade, S.B., Mokle, S.S. dan Vibhute, Y.B. 2010. Synthesis of New Bis-Schiff bases via environmentally benign grindstone technique. *Der PHarma Chemica*. 2(6): 141-142.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik secara Spektroskopi*. Padang: LPTIK.
- Dadgarinezhad, A. dan Baghae, F. 2010. Effect of a New Schiff Base on the Corrosion dan Dezincification of Brass in 1 M HCl. *Gazy University Journal of Science*. 23(3): 287.
- Feigl, F., dan Anger, V. 2012. *Spot Tests in Organic Analysis*. Elsevier.
- Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Griesbeck, A.G., Oelgemöller, M., dan Ghatti, F. 2012. *CRC Handbook of Organic Photochemistry and Photobiology*. CRC Press.
- Govindaraj, V. R. S., dan Rasikamary. 2018. Synthesis, Spectral Characterisation dan MIC Evaluation of Schiff Base Ligands Derived from *o*-Vanillin. *Der Chemica Sinica*. Vol. 9(3): 729.
- 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*. Vol. 8(1): 279.
- Jarrahpour, A., Khalili, D., Clercq, E.D., Salmi, Chanaz S., and Brunel, J.M. 2007. Synthesis, Antibacterial, Antifungal and Antiviral Activity Evaluation of Some New bis-Schiff Bases of Isatin and Their Derivatives. *Molecules*. 12: 1720.
- Kapadnis, K.H., Jadhav, S.P., Patil, A.P., dan Hiray, A.P. 2016. Four Synthesis Methods of Schiff base Ligdands and Preparation of their Metal Complex with IR and Antimicrobial Investigation. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. Vol. 5(2): 1061.
- Kerton, F.M., dan Marriott, R. 2013. *Alternative Solvents for Green Chemistry*. UK: Royal Society of Chemistry.
- Knochel, P. 2003. *Modern Solvents in Organic Synthesis*. Berlin: Springer.
- Kolb, V.M. 2017. *Green Organic Chemistry dan its Interdisciplinary Applications*. Boca Raton: CRC Press.
- Kulkarni, A.A., Wankhede, S.B., Dhawale, N.D., Yadav, P.B., Deore, V.V., dan Gonjari, I.D. 2012. Synthesis, characterization and biological behavior of some Schiff's dan Mannich base derivatives of Lamotrigine. *Arabian Journal of Chemistry*. 10: S184.

- Lancaster, M. 2002. *Green Chemistry: An Introductory Text*. New York: RSC.
- Leba, M.A.U. 2017. *Buku Ajar: Ekstraksi dan Real Kromatografi*. Sleman: Deepublish.
- Loupy, A., Perreux, L., Liagre, M., Burle, K., dan Moneuse, M. 2001. Reactivity and selectivity under microwaves in organic chemistry. Relation with medium effects and reaction mechanisms. *Pure Appl. Chem.* Vol. 73 (1): 161-166.
- Li, X., Li, X.Q., Liu, H.M., Zhou, X.Z. dan Shao, Z.H. 2012. Synthesis and evaluation of antitumor activities of novel chiral 1,2,4-triazole Schiff bases bearing γ -butenolide moiety. *Organic dan Medicinal Chemistry Letters*. 2(26): 1.
- Luque, R., dan Lam, F.L.Y. 2018. *Sustainable Catalysis: Energy-Efficient Reactions and Applications*. Weinheim: John Wiley & Sons.
- Maila, W. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Toulidina menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia S.*). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Makfoeld, D. 2002. *Kamus istilah pangan dan nutrisi*. Yogyakarta: Kanisius.
- McMurry, J., Begley, T.P., dan Begley, T. 2005. *The Organic Chemistry of Biological Pathways*. Colorado: Roberts dan Company Publishers.
- Nagar, A. A., Patel, P.R., Dhobi, A., Bendale, A.R., dan Chugh, N.N. 2011. An Innovative Approach the Sonochemical Solvent Free Synthesis of Schiff Base. *Asian Journal of Current Chemistry*. Vol.1(2): 2-3.
- Ningtyas, A.P. dan Martak, F. 2016. Sintesis and Uji Toksisitas Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan (6E)-(N2)-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina. *Jurnal Sains dan Seni ITS*. Vol.5(2) : C-87.
- Patnaik, P. 2007. *A Comprehensive Guide to the Hazardous Properties of Chemical Substances*. New Jersey: John Wiley & Sons.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S. 2001. *Introduction to Spectroscopy Third Edition*. United States of America: Thomson Learning.
- Puri, S., Kaur, B., Parmar, A. dan Kumar, H. 2013. Applications of Ultrasound in Organic Synthesis - A Green Approach. *Current Organic Chemistry*. 17: 1824.
- Rao, V.K., Reddy, S.S., Krishna, B.S. Naidu, K.R.H., Raju, C.N., dan Ghosh, S.K. 2010. Synthesis of Schiff's bases in aqueous medium: a green

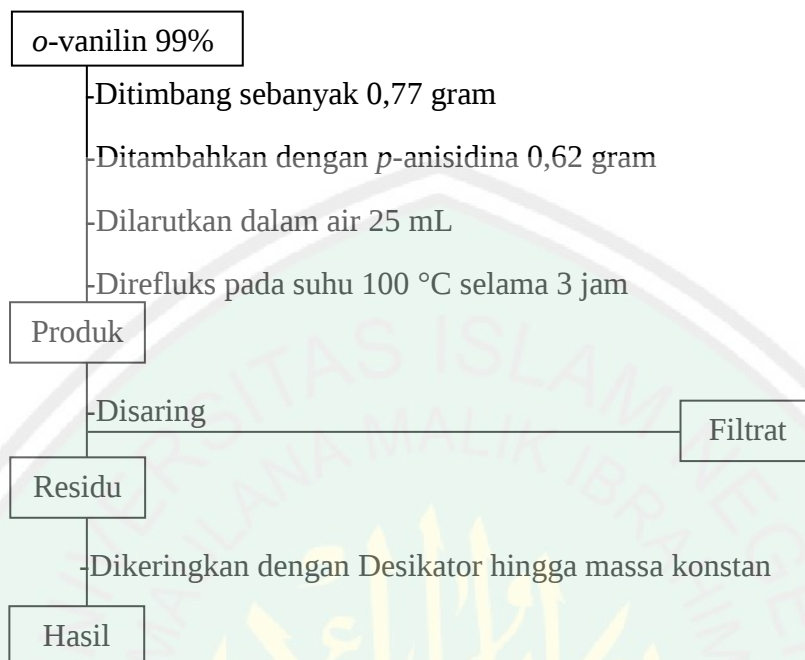
alternative approach with effective mass yield dan high reaction rates. *Green Chemistry Letters dan Reviews*. Vol.3 (3): 219-220.

- Reddy C. S. K., Khan, K. K. A., and Nagaraja, C. 2016. A Review on the Determination of Melting Point Measurement System. *International Journal of Advanced Research in Electrical, Electronics and Instrumentation Engineering*, 5(2): 975.
- Rubiyanto, D. 2017. *Metode Kromatografi: Prinsip Dasar, Praktikum dan Pendekatan Pembelajaran Kromatografi*. Sleman: Deepublish.
- Sachdeva, H., Saroj, R., Khaturia, S. dan Dwivedi, D. 2012. Operationally simple green synthesis of some Schiff bases using grinding chemistry technique dan evaluation of antimicrobial activities. *Green Process Synth.*(1): 473.
- 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 dan VI Metal Salts under Solvent Free Conditions. *International Journal of Organic Chemistry*. 2: 233-247.
- Schmidt, S.R. 2006. *Catalysis of Organic Reactions: Twenty-first Conference*. Boca Raton: CRC Press.
- Sharma, R., Goswami,A., Rudrapal, M., Sharma, D., Sharma, H.K., dan Chetia, D. 2016. *In vitro* evaluation of the antimalarial activity of a designed novel quinuclidine derivative. *Current Science*. Vol. 111(12): 2028.
- Shriner, R.L., Hermann, C.K.F., Morrill, T.C., Curtin, D.Y., dan Fuson, R.C. 2004. *The Systematic Identification of Organic Compounds Eighth Edition*. Virginia: Wiley.
- Shukla, M., Kulshrasta, H., dan Seth, D.S. 2017. Comparative Study of the Schiff Bases by Conventional dan Green Method and Antimicrobial Activity. *International Journal of Materials Science*. Vol. 12(1): 72-73.
- Singh, N.B., Das, S.S., Gupta, P., Gupta, A., dan Frochlich, R. 2008. Vanillin-*p*-Anisidine System: Solid-State Reaction and Density Functional Theory Studies. *Taylor and Francis Group*. Vol. 490: 106-123.
- Sirumapea, L., Asmiyanti, dan Khoirunisa, A. 2015. Sintesis and Karakterisasi Senyawa Antibakteri Kompleks Fe (III) dengan Derivat Schiff Base. *Indonesian Journal of Pharmaceutical Science and Technology*. Vol. 2(2) : 52-53.
- Sembiring, T., Dayana, I., dan Rianna, M. 2019. *Alat Penguji Material*. Cibubur: Guepedia.
- Spero, J.M., DeVito, B., dan Theodore, L. 2000. *Regulatory Chemicals Handbook*. New York: CRC Press.

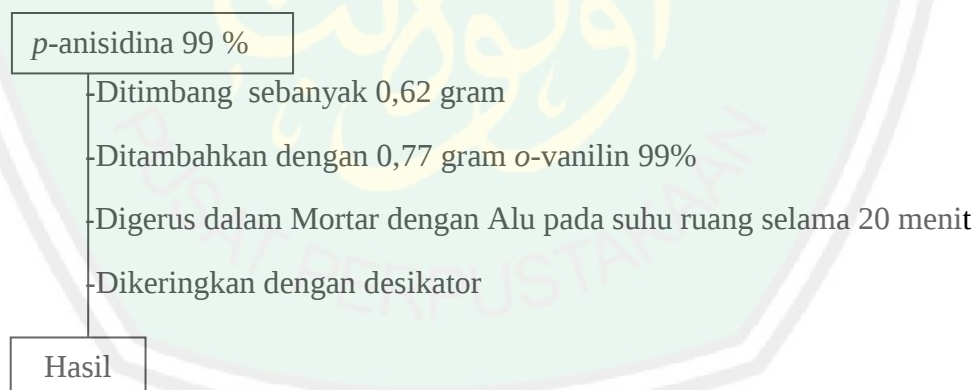
- Stephenson, R.M. 2012. *Handbook of the Thermodynamics of Organic Compounds*. New York: Springer Science & Business Media.
- Trisunaryanti, W. 2018. *Material Katalis dan Karakternya*. Yogyakarta: UGM Press.
- Vibhute, A.Y., Mokle,S.S., Nalwar,Y.S., Vibhute,Y.B., dan Gurav, V.M. 2009. An Efficient and Operationally Simple Synthesis of Some New Schiff Bases Using Grinding Technique. *Bulletin of the Catalysis Society of India*. 8: 166- 167.
- Wu, X.F. 2018. *Solvents as Reagents in Organic Synthesis: Reactions and Applications*. Weinheim: John Wiley & Sons.
- Yang, Z. dan Sun, P. 2006. Compare of three ways of synthesis of simple Schiff base. *Molbank* :1-2.
- Yaws, C.L. 2015. *The Yaws Handbook of Physical Properties for Hydrocarbons dan Chemicals: Physical Properties for More Than 54,000 Organic and Inorganic Chemical Compounds, Coverage for C1 to C100 Organics and Ac to Zr Inorganics*. Texas: Gulf Professional Publishing.
- Zhang, W., dan Cue, B.W. 2018. *Green Techniques for Organic Synthesis and Medicinal Chemistry*. UK: John Wiley & Sons.
- Zhang, Y., Wang, X. Fang, W., Cai, X., Chu, F., Liao, X., dan Lu, J. 2013. Synthesis dan *In Vitro* Antitumor Activity of Two Mixed-Ligdan Oxovanadium(IV) Complexes of Schiff Base dan Phenanthroline. *Bioinorganic Chemistry dan Applications*. Vol. 2013: 2-13.

Lampiran 1. Diagram Alir

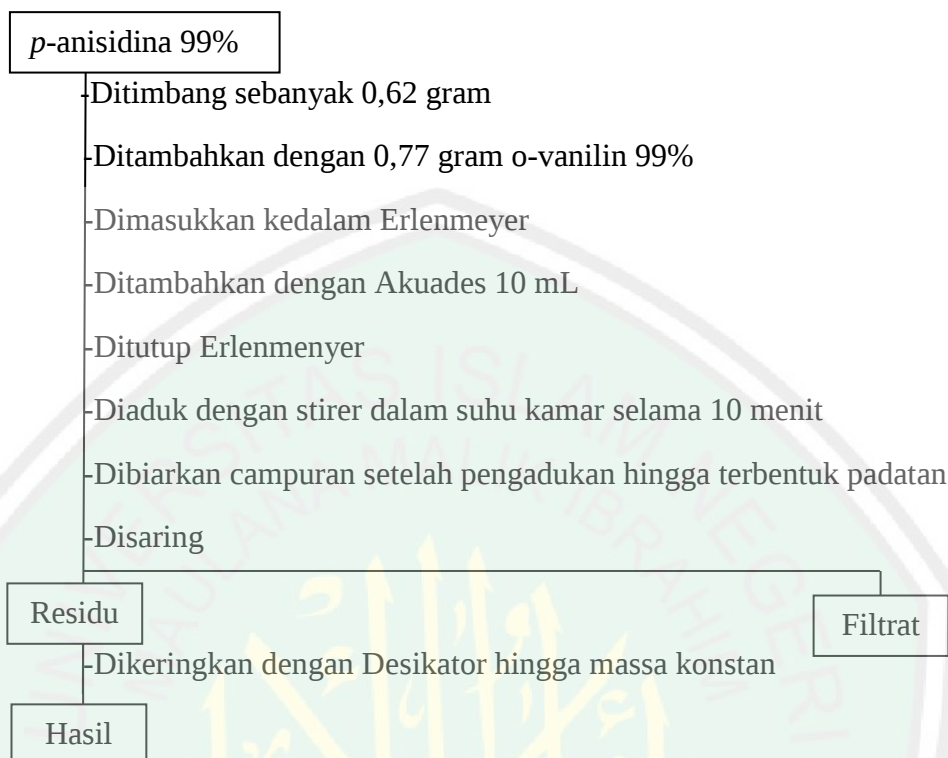
L.1.1 Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode refluks.



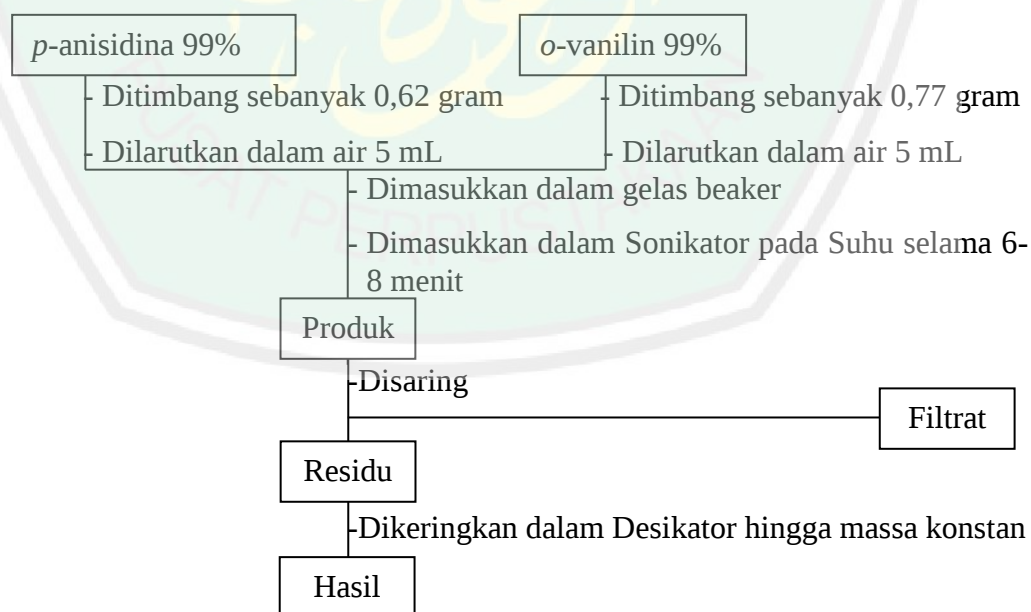
L.1.2 Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode penggerusan.



L.1.3 Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode pelarut air (*stirrer*).



L.1.4 Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol dari *orto*-vanilin dan *para*-anisidina dengan metode sonikasi.



L.1.6 Uji titik leleh masing-masing produk dengan *Melting Point Apparatus*

Produk Sintesis

- Dimasukkan kedalam pipa kapiler
- Dimasukkan pipa kapiler yang telah terisi kedalam blok MPA (Telah dilengkapi Termometer)
- Dinyalakan MPA
- Diatur Suhu kenaikan hingga 20 °C/menit
- Diturunkan suhu menjadi 10 °C/menit
- Diatur kenaikan suhu menjadi 1 °C/menit bila suhu yang teramati telah mencapai perkiraan titik lelehnya
- Diamati pelelehan produk sintesis pada kaca pengamatan sambil melihat perubahan suhu melalui termometer hingga produk sintesis mencair keseluruhan

Hasil

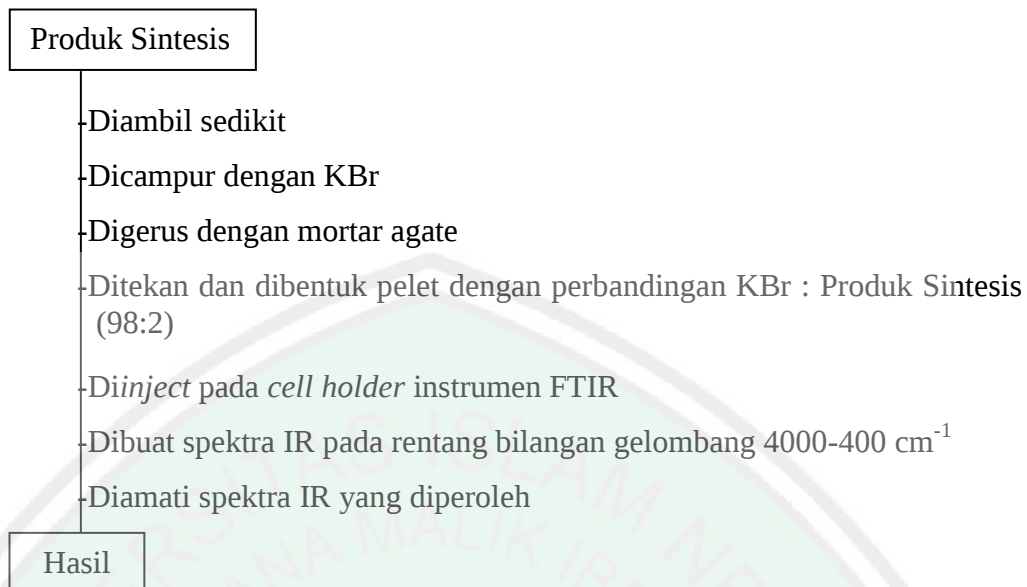
L.1.7 Uji kelarutan masing-masing produk dengan larutan NaOH 2M

Produk Sintesis

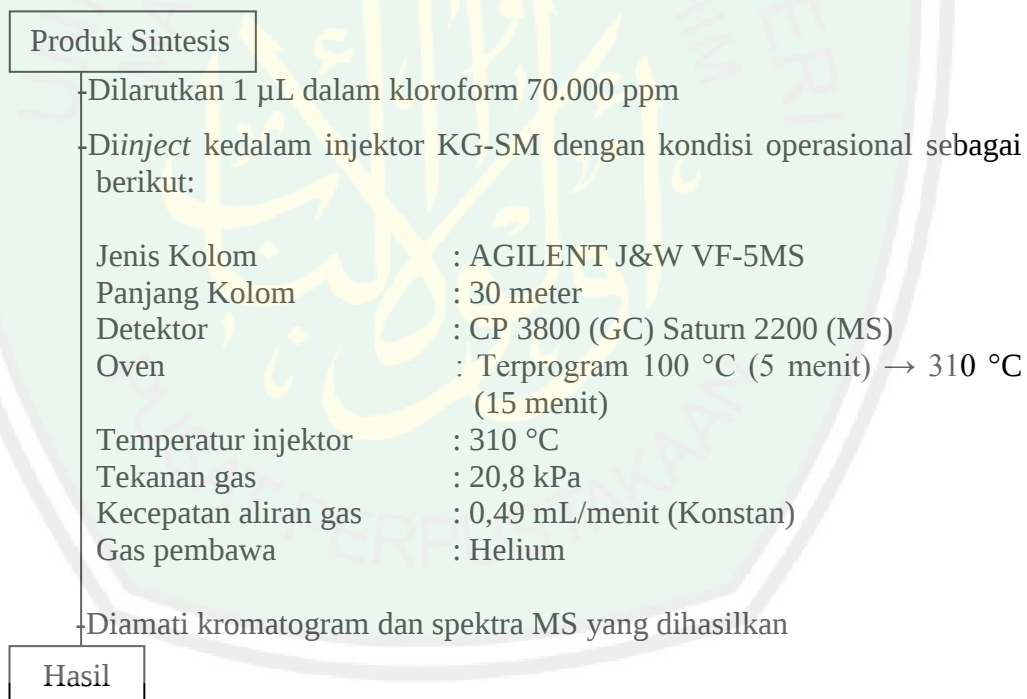
- Ditimbang masing-masing sebanyak 0,005 gram
- Dimasukkan kedalam 8 tabung reaksi
- Ditambahkan dengan 10 mL akuades pada 4 tabung reaksi
- Ditambahkan NaOH 2M 10 mL pada 4 tabung reaksi lainnya
- Dikocok masing-masing
- Diamati perubahan yang terjadi

Hasil

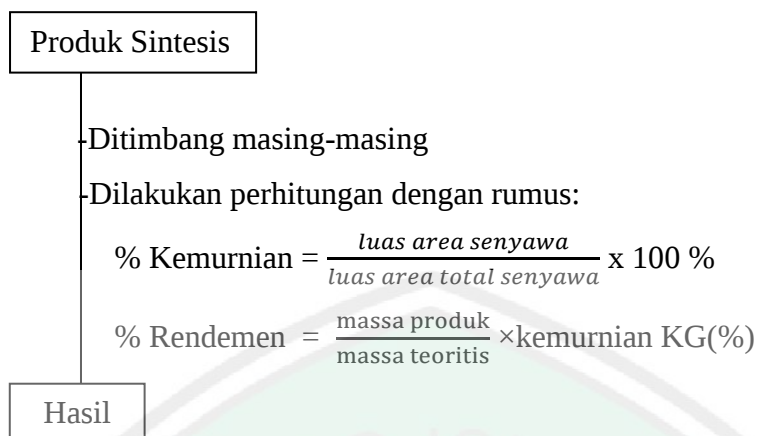
L.1.8 Karakterisasi masing-masing produk dengan Spektrofotometer FTIR



L.1.9 Karakterisasi masing-masing produk dengan KG-MS



L.1.10 Penentuan Rendemen masing-masing Produk



Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Massa *o*-vanilin 99% (1) yang digunakan

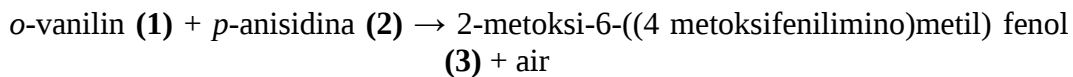
$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul (1)} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{Mol } o\text{-vanilin (1)} &= 5 \text{ mmol} = 0,005 \text{ mol} \\
 \text{BM } o\text{-vanilin (1)} &= 152,15 \text{ g/mol} \\
 \text{Massa } o\text{-vanilin (1)} &= \text{Mol } o\text{-vanilin} \times \text{BM } o\text{-vanilin} \\
 &= 0,005 \text{ mol} \times 152,15 \text{ gr/mol} = 0,76075 \text{ gram} \\
 \% \text{ Massa } o\text{-vanilin (1)} &= \frac{\text{Massa } o\text{-vanilin}}{\text{Massa Campuran}} \times 100 \% \\
 99 \% &= \frac{0,77075 \text{ gram}}{99 \text{ gram}} \times 100 \% \\
 &= 0,76843 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

L.2.2 Massa *p*-anisidina (2) yang digunakan

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul (2)} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \\
 \text{Mol } p\text{-anisidina (2)} &= 5 \text{ mmol} = 0,005 \text{ mol} \\
 \text{BM } p\text{-anisidina (2)} &= 123,17 \text{ g/mol} \\
 \text{Massa } p\text{-anisidina (2)} &= \text{Mol } p\text{-anisidina} \times \text{Massa } p\text{-anisidina} \\
 &= 0,005 \text{ mol} \times 123,17 \text{ g/mol} = 0,61585 \text{ gram} \\
 \% \text{ Massa } p\text{-anisidina (2)} &= \frac{\text{Massa } o\text{-vanilin}}{\text{Massa Campuran}} \times 100 \% \\
 99 \% &= \frac{0,61585 \text{ gram}}{99 \text{ gram}} \times 100 \% \\
 &= 0,62207 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

L.2.3 Stoikiometri Massa hasil sintesis 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil) fenol (3)

Reaksi :



Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	→	Senyawa (3)
Mula-mula	0,005 mol		0,005 mol		-
Reaksi	0,005 mol		0,005 mol		-
Setimbang	-		-		0,005 mol

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

Mol Produk (3) = 0,005 mol

BM Produk (3) = 257,28 g/mol

Massa Produk (3) = Mol Produk (3) × BM Produk (3)
 = 0,005 mol × 257,28 g/mol = 1,2864 gram

L.2.4 Perhitungan (%) Rendemen Produk Sintesis

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{massa produk}}{\text{massa teoritis}} \times \% \text{ luas area KG}$$

1. P1 (Refluks)

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{1,2127 \text{ g}}{1,2864 \text{ g}} \times 100,00 \% = 94,2708 \%$$

2. P2 (Penggerusan)

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{1,2827 \text{ g}}{1,2864 \text{ g}} \times 100,00 \% = 99,7123 \%$$

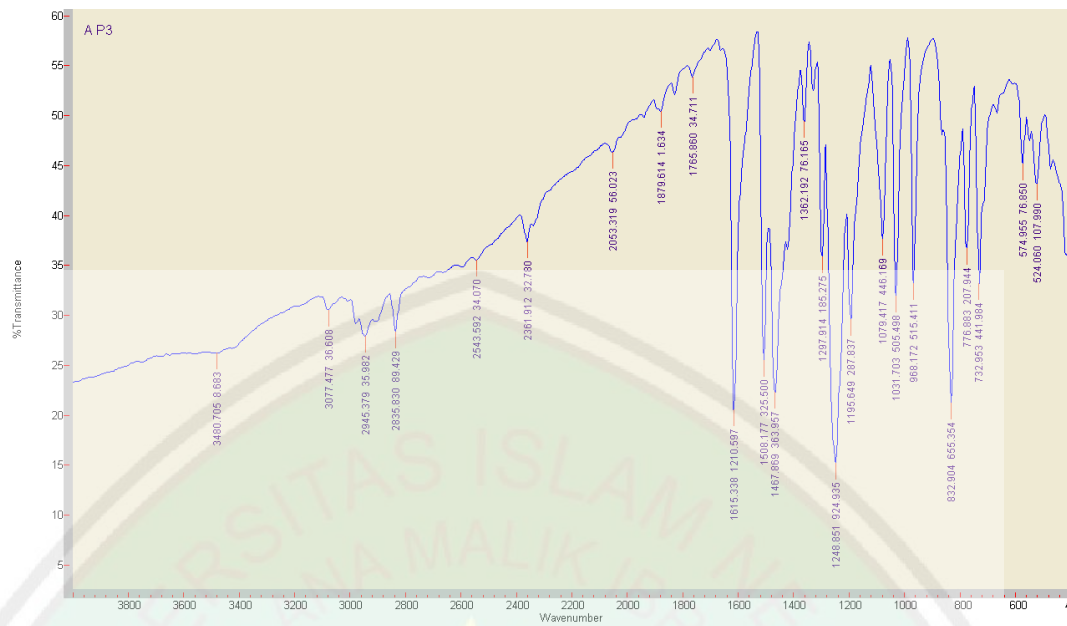
3. P3 (Stirrer)

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{1,2612 \text{ g}}{1,2864 \text{ g}} \times 100,00 \% = 98,0410 \%$$

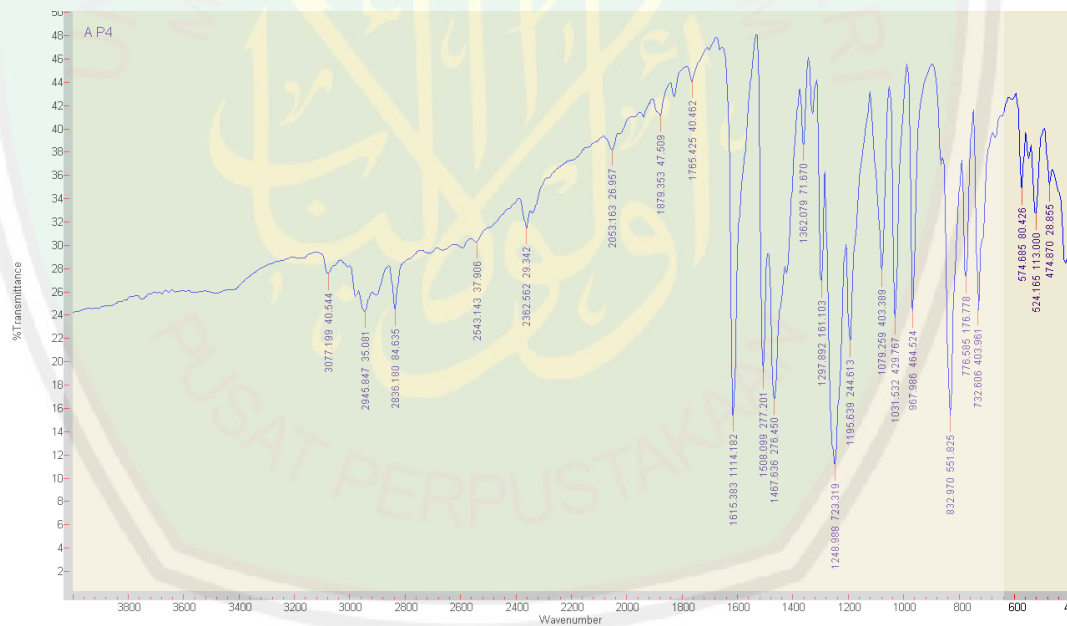
4. P4 (Sonikasi)

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{1,2745 \text{ g}}{1,2864 \text{ g}} \times 100,00 \% = 99,0749 \%$$

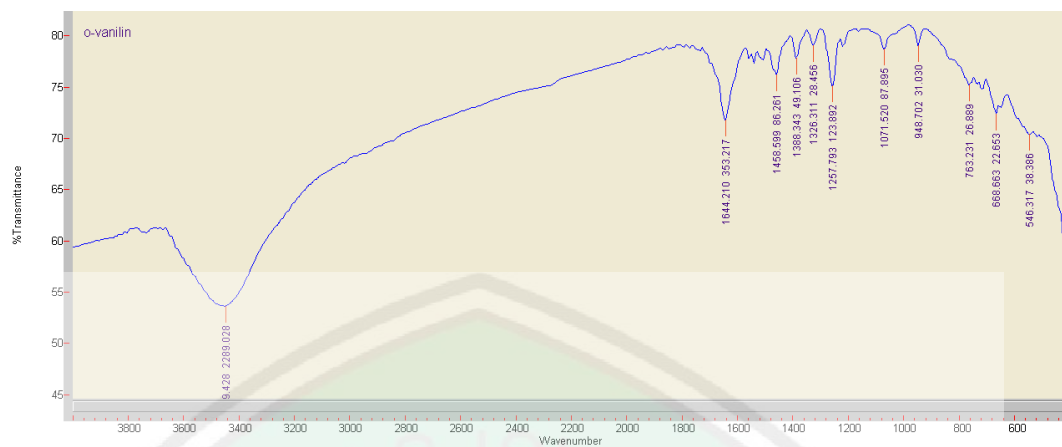
L.3.1.3 Spektra FTIR Produk Sintesis P₃ (Stirrer)



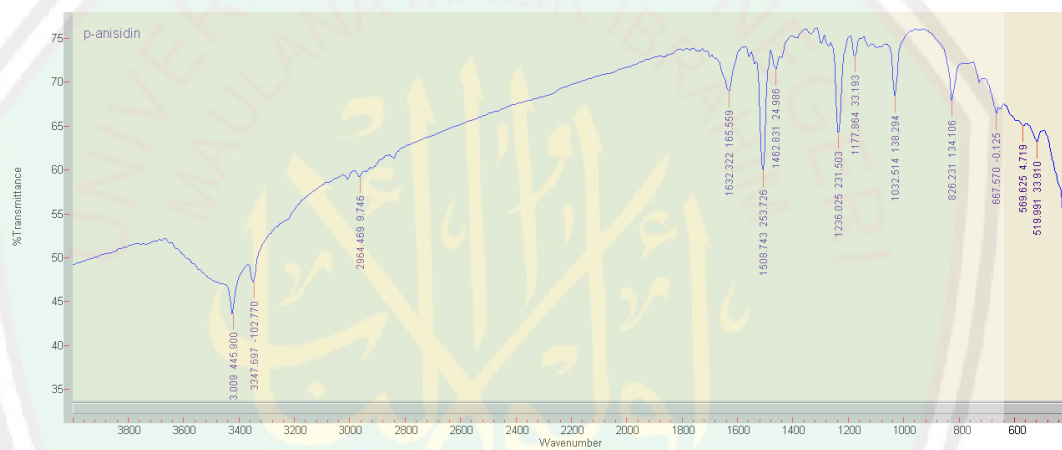
L.3.1.4 Spektra FTIR Produk Sintesis P₄ (Sonikasi)



L.3.1.5 Spektra FTIR *o*-vanilin

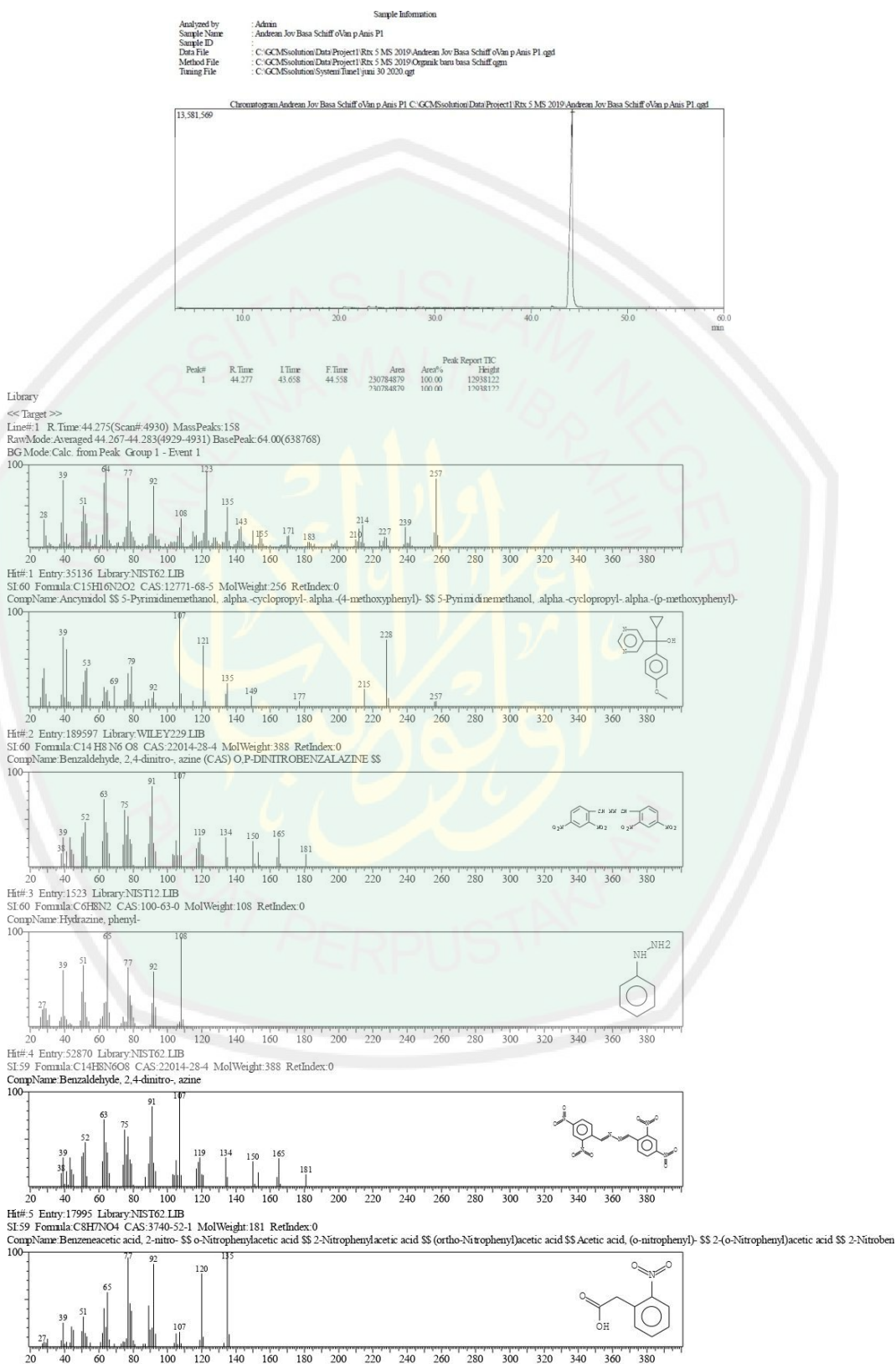


L.3.1.6 Spektra FTIR *p*-anisidina

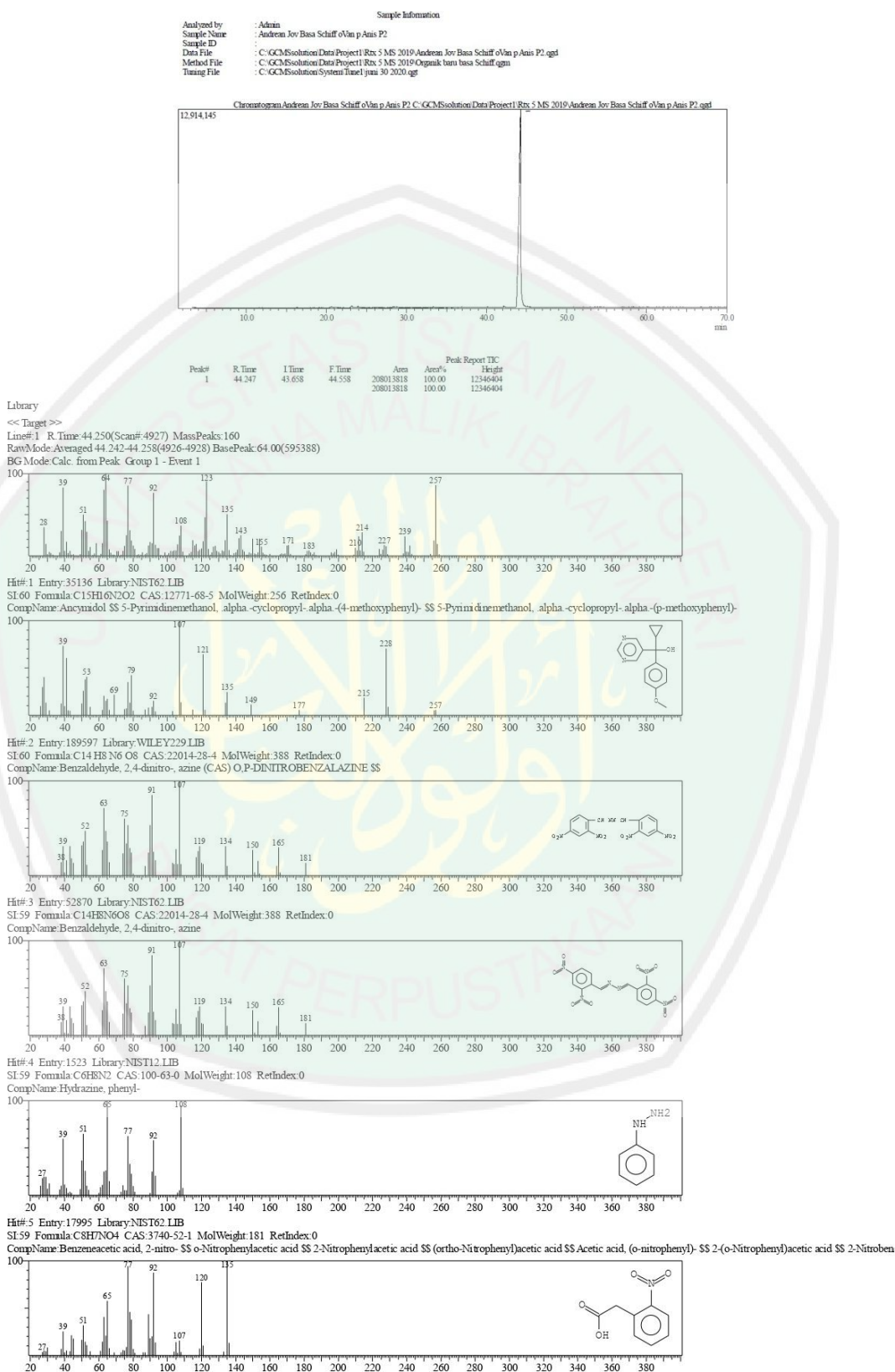


L.3.2 Hasil Karakterisasi KG-SM

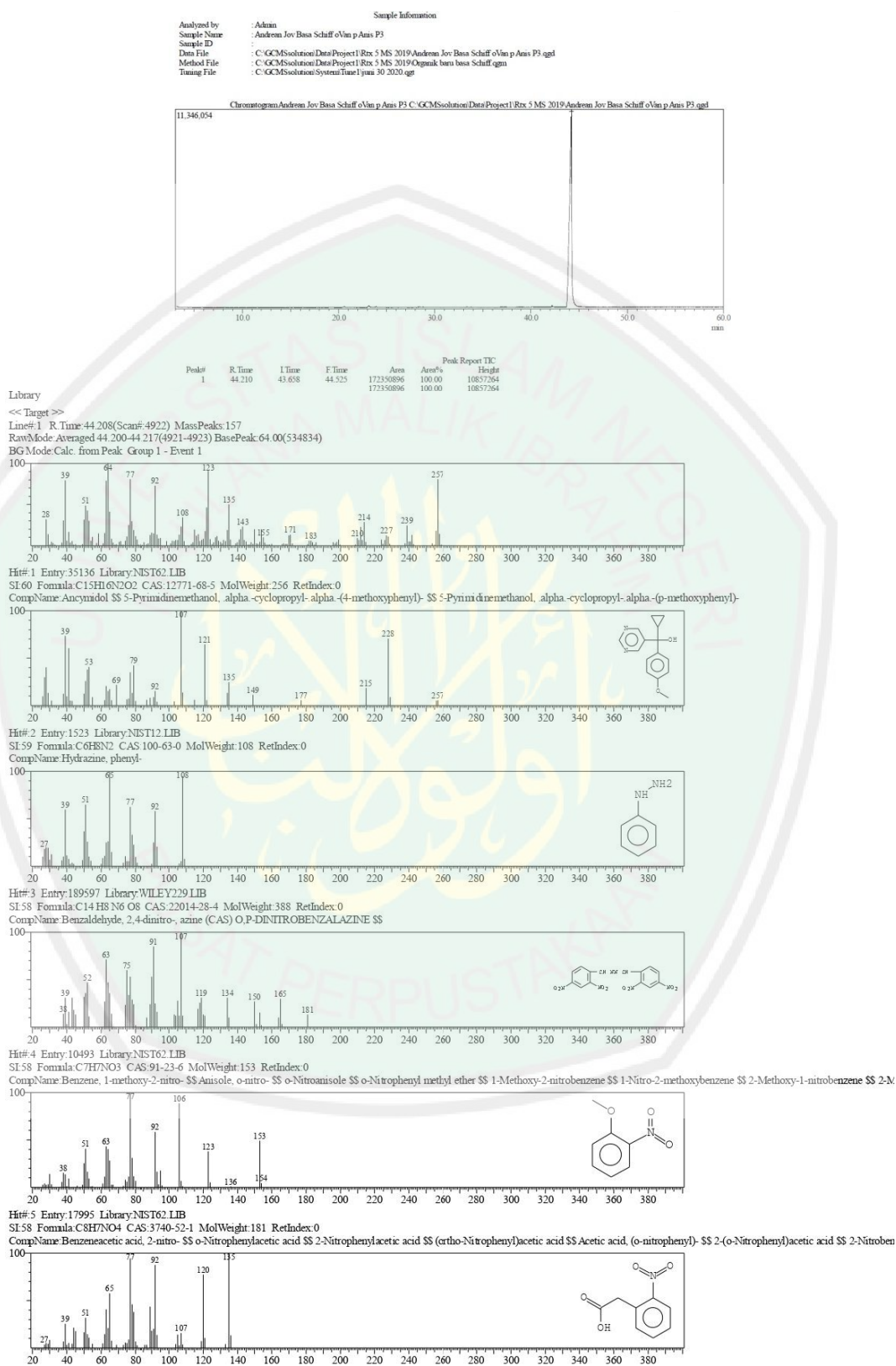
L.3.2.1 Hasil Kromatogram dan Spektre Massa P_1



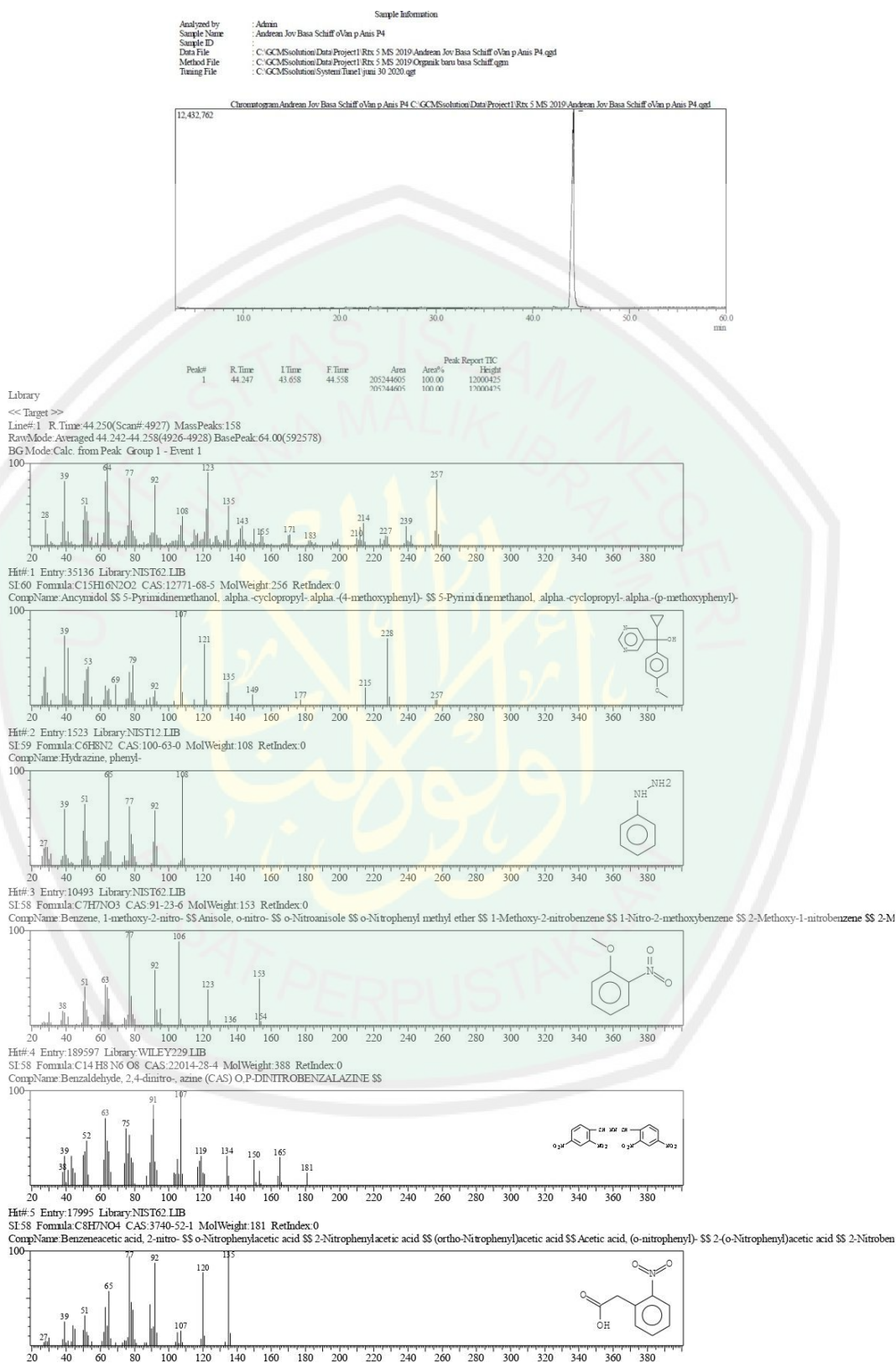
L.3.2.2 Hasil Kromatogram dan Spektra Massa P₂



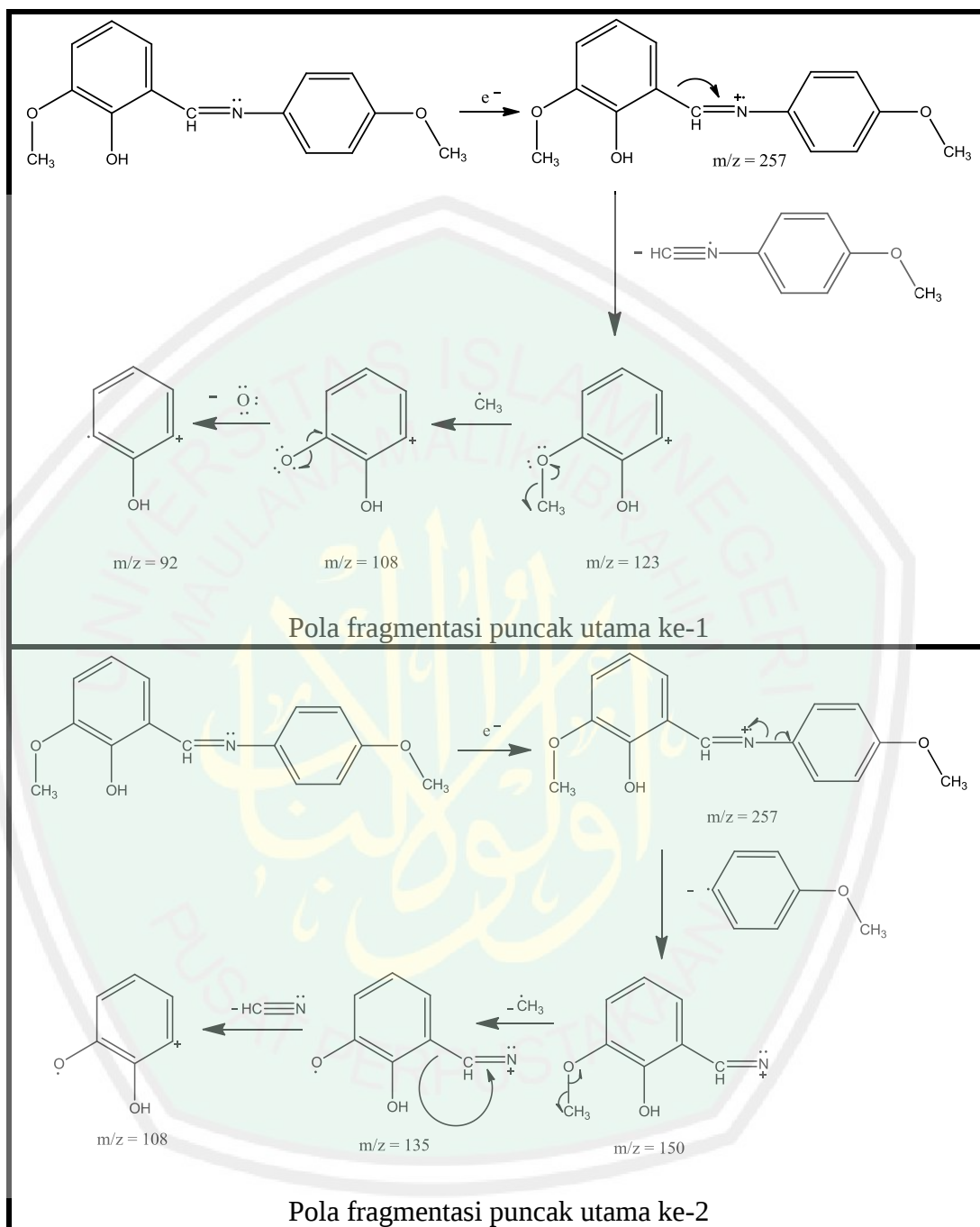
L.3.2.3 Hasil Kromatogram dan Spektra Massa P₃

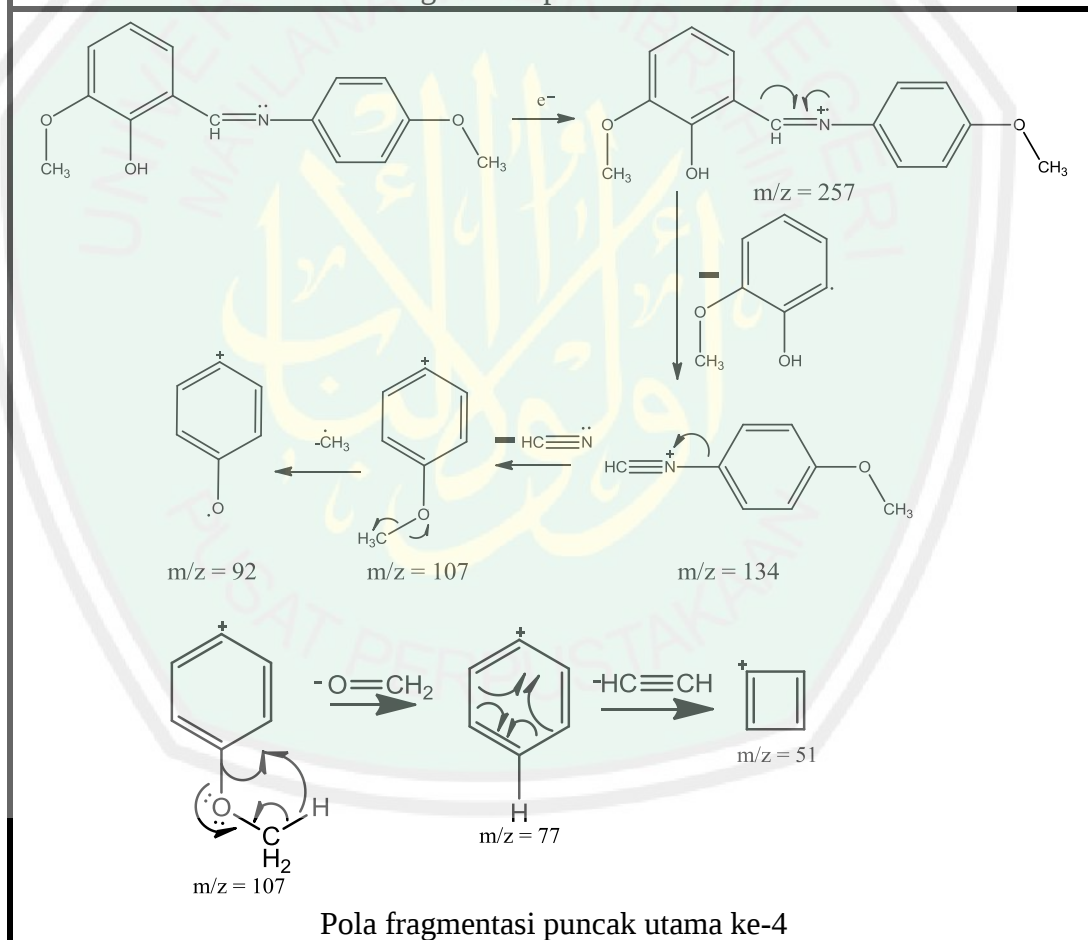
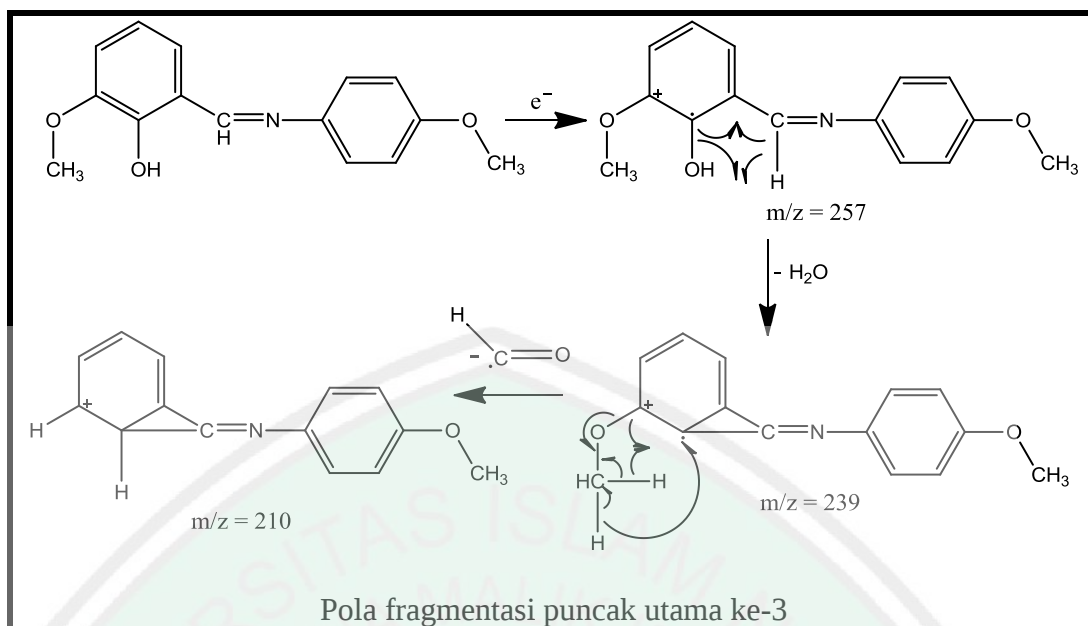


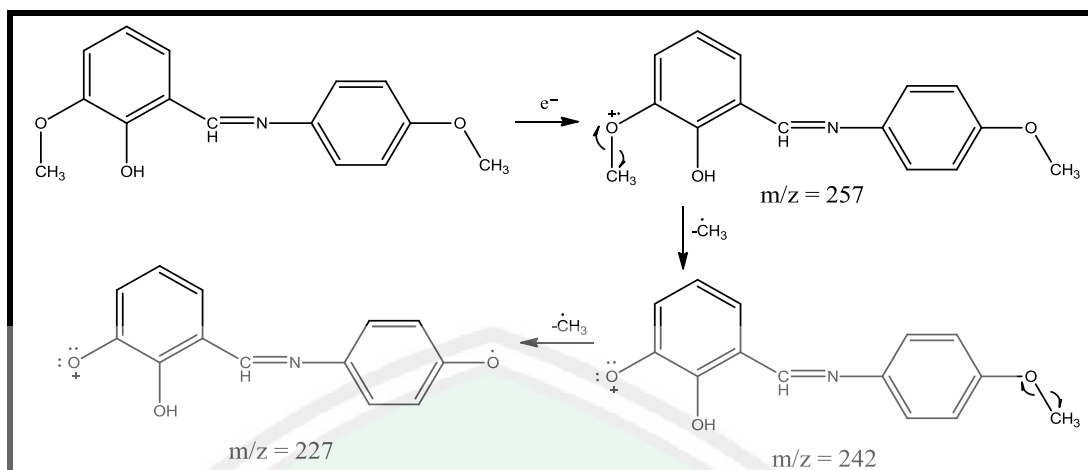
L.3.2.4 Hasil Kromatogram dan Spektra Massa P₄



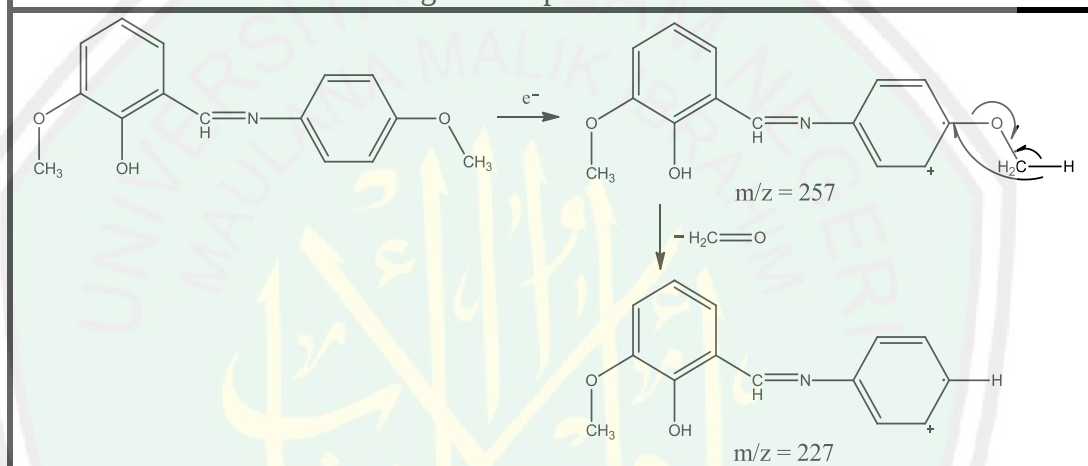
L.3.2.5 Beberapa Pola Fragmentasi lain senyawa target



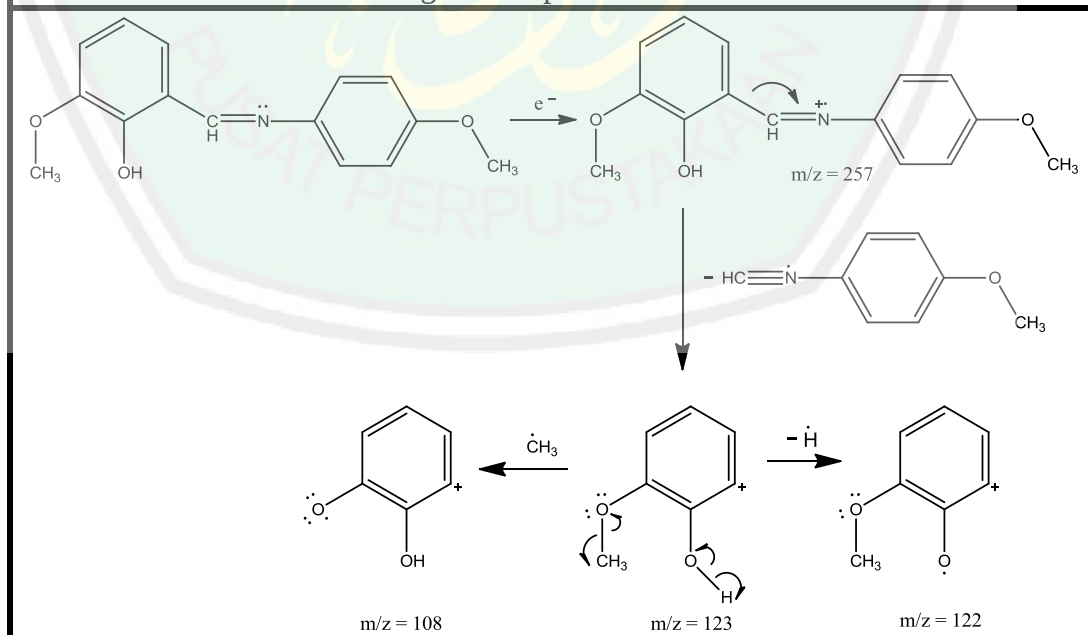




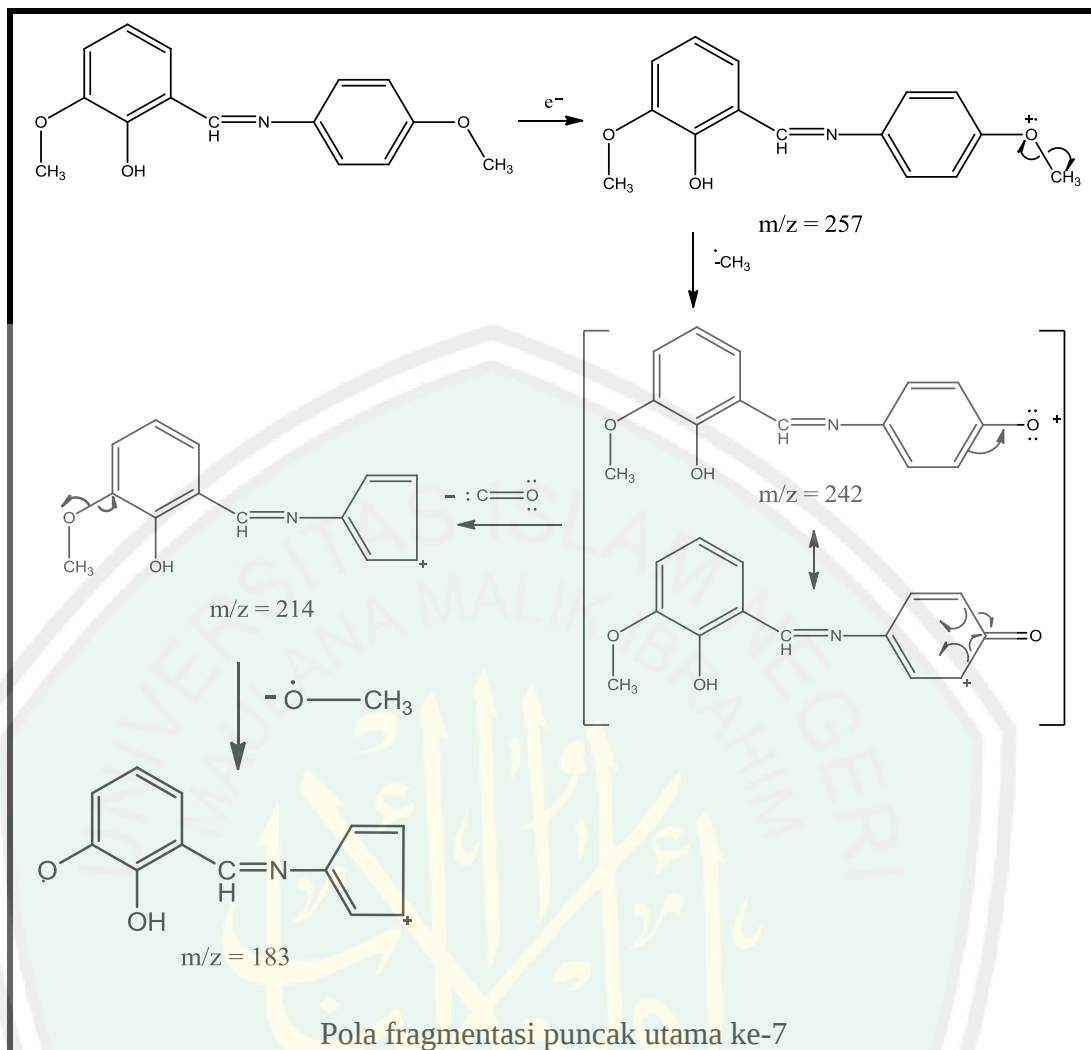
Pola fragmentasi puncak utama ke-5



Pola fragmentasi puncak utama ke-6



Pola fragmentasi puncak utama ke-7



L.4 Dokumentasi

L.4.1 Produk Hasil Sintesis



Produk Sintesis hasil metode Refluks



Produk sintesis hasil metode Penggerusan

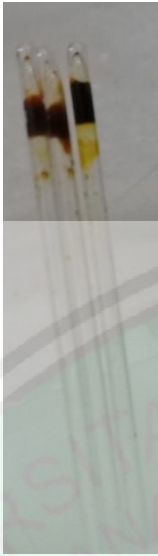


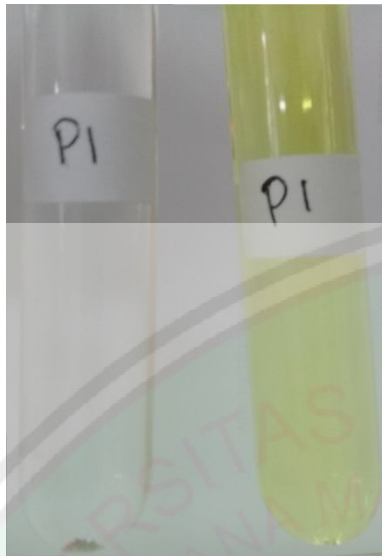
Produk sintesis hasil metode Pelarut Air (*Stirrer*)



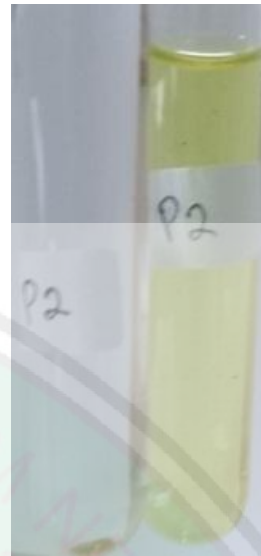
Produk sintesis hasil metode Sonikasi

L.4.2 Hasil Uji Titik Leleh Produk Sintesis

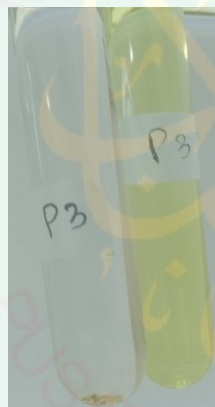
 Hasil Uji Titik Leleh P₁	 Hasil Uji Titik Leleh P₂
 Hasil Uji Titik Leleh P₃	 P₄ dalam Akuades dan NaOH 2M

L.4.3 Hasil Uji Kelarutan Produk Sintesis

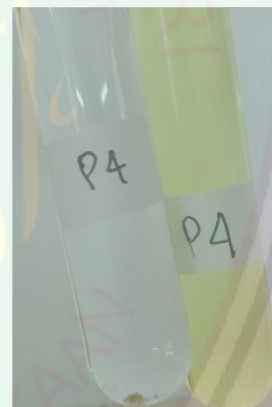
P₁ dalam Akuades dan NaOH 2M



P₂ dalam Akuades dan NaOH 2M



P₃ dalam Akuades dan NaOH 2M



P₄ dalam Akuades dan NaOH 2M