

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS ANTOOKSIDAN  
SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-ANISIDINA**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**VIVI AMBAR KUSUMANINGRUM**  
**NIM 16630013**



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

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN  
SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-ANISIDINA**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**VIVI AMBAR KUSUMANINGRUM**  
**NIM 16630013**

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**

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN  
SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-ANISIDINA**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**VIVI AMBAR KUSUMANINGRUM**  
**NIM. 16630013**

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 14 Desember 2020

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Mochamad Imamudin, Lc., M.A  
NIP. 19740602 200901 1 010

Mengesahkan,  
Ketua Jurusan



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

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN  
SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-ANISIDINA**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**VIVI AMBAR KUSUMANINGRUM**  
**NIM 16630013**

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

Tanggal: 14 Desember 2020

Pengaji Utama	:	Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
Ketua Pengaji	:	Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
Sekretaris Pengaji	:	Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	(.....)
Anggota Pengaji	:	Mochamad Imamudin, Lc., M.A (.....) NIP.19740602 200901 1 010	(.....)

Mengesahkan,  
Ketua Jurusan

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

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Vivi Ambar Kusumaningrum  
Nim : 16630013  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : "Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina"

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

Malang, 21 Desember 2020  
Yang membuat pernyataan,



Vivi Ambar Kusumaningrum  
NIM. 16630013

## KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur kehadirat Allah SWT atas berkat, rahmat dan hidayah-Nya yang senantiasa dilimpahkan kepada penulis, sehingga bisa menyelesaikan skripsi dengan judul “**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN *p*-ANISIDINA**”. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW, keluarganya, sahabatnya dan para umat pengikutnya.

Dalam penyusunan skripsi ini banyak rintangan yang penulis hadapi, namun pada akhirnya dapat terselesaikan berkat adanya bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak baik secara moral maupun spiritual. Untuk itu pada kesempatan ini, izinkanlah penulis menyampaikan ucapan terimakasih kepada :

1. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Bapak Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc dan Bapak Mochamad Imamudin, Lc., M.A selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat demi kesempurnaan skripsi ini.
3. Ayah dan Ibu yang selalu memberikan do'a, semangat moril dan motivasi agar terus bisa mengukir prestasi dan menyelesaikan skripsi ini.
4. Adek Kinaira Chelsia Salsabila, Kakak Efi Fatmah Nur Jannah, dan Mak Pariani yang telah memberikan do'a dan dukungan kepada penulis selama proses penulisan skripsi ini.
5. Seluruh dosen dan laboran Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman dan wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.

6. Teman-teman Jurusan Kimia Angkatan 2016, khususnya kelas Kimia-A yang telah memberikan motivasi dan masukan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
7. Teman-teman Rumah Tahfidz Bagus Farel, khususnya Riris, Faiz, mbk Masyruf dan Naya serta teman-teman yang tidak bisa saya sebutkan satu-persatu yang telah memberikan semangat kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini.
8. Teman-teman tim sintesis basa Schiff Ani, Ainun dan Alma yang telah memberi semangat dan membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian, sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini.
9. Teman-teman Rumah Joni, khususnya mbak Dinar serta teman-teman yang tidak bisa saya sebutkan satu-persatu yang telah memberikan semangat kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini.

Penulis sadar bahwa dalam pelaksanaan maupun penyusunan skripsi ini belum sempurna. Oleh karena itu, penulis mohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kesalahan selama penyusunan. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan bagi pembaca. Demikian skripsi ini penulis buat, semoga dapat memberikan manfaat bagi semua pihak.

Malang, 21 Desember 2020

Penulis

## **PERSEMBAHAN**

Puji syukur Alhamdulillah, karya tulis ini saya persembahkan untuk :

1. Ayah dan ibu tercinta, dua Malaikat Tuhan yang tidak bersayap yang selalu bekerja keras, tegar, penuh energi kebaikan, keikhlasan dan totalitas. Dukungan dan do'anya memberikan kontribusi terbesar dalam hidup saya.
2. Kakak Efi, adek Kinaira dan mak Pariani orang-orang baik yang selalu memberikan semangat dan motivasi kepada saya
3. Seluruh teman-teman kelas Kimia A 2016 yang memberikan senyuman serta semangat kepada saya.
4. Teman-teman penelitian (Ani, Ainun, Alma) yang banyak membantu selama proses penelitian, selalu setia menemani dalam susah dan senang selama berjalannya penelitian, salah satunya mencari tempat gelap untuk melarutkan DPPH.

## **'MOTTO'**

'Hidup adalah perjuangan, keraslah terhadap dirimu, maka dunia akan terasa lunak untukmu'

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>v</b>
<b>PERSEMBAHAN .....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>xiii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xiv</b>
<b>مستخلص البحث.....</b>	<b>xv</b>

### BAB I PENDAHULUAN

1.1.Latar Belakang .....	1
1.2.Rumusan Masalah .....	6
1.3.Tujuan Penelitian .....	6
1.4.Batasan Masalah.....	6
1.5.Manfaat .....	7

### BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1.Vanilin .....	8
2.2, <i>p</i> -Anisidina.....	11
2.3.Basa Schiff.....	12
2.4.Sintesis Basa Schiff dengan Metode Ramah Lingkungan.....	14
2.5.Karakterisasi Produk Sintesis .....	18
2.5.1 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan FTIR.....	18
2.5.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan GCMS .....	20
2.5.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan $^1\text{H-NMR}$ .....	21
2.6.Antioksidan.....	22
2.7.Uji Aktivitas Antioksidan dengan Menggunakan DPPH.....	24

### BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	27
3.2 Alat dan Bahan.....	27
3.2.1 Alat .....	27
3.2.2 Bahan .....	27
3.3 Rancangan Penelitian .....	28
3.4 Tahapan Penelitian .....	28
3.5 Cara Kerja .....	29
3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan <i>p</i> -Anisidina (1:1) menggunakan Pelarut Air .....	29

3.5.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis menggunakan <i>Melting Point Apparatus</i> .....	29
3.5.3 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis menggunakan Larutan NaOH .....	29
3.5.4 Karakterisasi Produk Sintesis menggunakan FTIR.....	30
3.5.5 Karakterisasi produk sintesis menggunakan GCMS .....	30
3.5.6 Karakterisasi produk sintesis menggunakan <sup>1</sup> H-NMR .....	31
3.5.7 Uji Aktivitas Antioksidan Produk Sintesis Metode DPPH.....	31
3.5.7.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....	31
3.5.7.2 Pengukuran Aktivitas Antioksidan .....	31
3.5.8 Analisis Data .....	33
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol.....	35
4.2 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis .....	36
4.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR ...	38
4.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan GC-MS .....	40
4.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi H-NMR.....	45
4.6 Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol menggunakan Metode DPPH .....	48
4.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....	48
4.6.2 Pengukuran Antivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol.....	49
4.7 Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol dalam Perspektif Islam.....	54
<b>BAB V PENUTUP</b>	
5.1 Kesimpulan .....	57
5.2 Saran .....	57
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>58</b>
<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>63</b>

**DAFTAR GAMBAR**

Gambar 2.1 Struktur Vanilin .....	8
Gambar 2.2 Struktur <i>p</i> -Anisidina .....	9
Gambar 2.3 Reaksi Pembentukan Senyawa Basa Schiff .....	13
Gambar 2.4 Mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4 ((4-metoksifenilimino)metil)fenol pada Kondisi Tanpa Katalis dan Pelarut.....	13
Gambar 2.5 Spektra FTIR Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan <i>p</i> -Anisidina.	19
Gambar 2.6 Struktur Radikal DPPH.....	24
Gambar 2.7 Reaksi Antara Antioksidan dan Molekul DPPH .....	25
Gambar 4.1 Persamaan reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol .....	35
Gambar 4.2 Kelarutan produk sintesis dalam akuades dan larutan NaOH .....	37
Gambar 4.3 Reaksi senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan NaOH .....	38
Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR reaktan dan produk sintesis.....	38
Gambar 4.5 Hasil Kromatogram hasil karakterisasi GCMS produk sintesis .....	41
Gambar 4.6 Spekta massa .....	41
Gambar 4.7 Pola fragmentasi ke-1 .....	42
Gambar 4.8 Pola fragmentasi ke-2 .....	42
Gambar 4.9 Pola fragmentasi ke-3 .....	43
Gambar 4.10 Pola fragmentasi ke-4 .....	43
Gambar 4.11 Pola fragmentasi ke-5 .....	44
Gambar 4.12 Pola fragmentasi ke-6 .....	44
Gambar 4.13 Struktur Resonansi <i>m/z</i> 123 .....	45
Gambar 4.14 Spektrum <sup>1</sup> HNMR produk sintesis .....	46
Gambar 4.15 Spektrum <sup>1</sup> HNMR produk sintesis menggunakan ChemDraw.....	47
Gambar 4.16 Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum DPPH .....	48
Gambar 4.17 Reaksi senyawa basa Schiff dengan radikal DPPH .....	50
Gambar 4.18 Struktur resonansi radikal senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((metoksifenilimino)-metil)fenol.....	53

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil Penelitian menggunakan Pelarut Air .....	18
Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan produk sintesis .....	36
Tabel 4.2 Gugus fungsi dari spektra FTIR produk sintesis .....	39
Tabel 4.3 Serapan gugus fungsi reaktan dan produk sintesis.....	39
Tabel 4.4 Interpretasi spektrum <sup>1</sup> H NMR produk sintesis.....	46
Tabel 4.5 Interpretasi spektrum <sup>1</sup> H NMR menggunakan ChemDraw .....	47
Tabel 4.6 Nilai persen aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff .....	51
Tabel 4.7 Nilai EC <sub>50</sub> senyawa basa Schiff dan senyawa pembanding .....	52
Tabel L.3.1 Larutan Sampel Uji Antioksidan .....	71

## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1 Rancangan Penelitian .....	63
Lampiran 2 Diagram Alir .....	64
Lampiran 3 Perhitungan .....	68
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi.....	71
Lampiran 5 Data Analisis Potensi Antioksidan.....	77
Lampiran 6 Dokumentasi.....	88



## ABSTRAK

Kusumaningrum, V.A. 2020. **Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-Anisidina.** Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc; Pembimbing II: Mochamad Imamudin, Lc., M.A.

Kata kunci: basa Schiff, vanilin, *p*-anisidina, metode *stirrer*, antioksidan

Basa Schiff adalah produk reaksi antara amina primer dengan aldehida atau keton. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol dapat disintesis dari vanilin dan *p*-anisidina menggunakan pelarut air dengan metode *stirrer*. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakter dan aktivitas antioksidan hasil sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina. Vanilin dan *p*-anisidina ditambahkan pelarut air kemudian di *stirrer* selama 30 menit. Produk hasil sintesis ditentukan % hasilnya dan dikarakterisasi secara fisik meliputi warna, kelarutan dan titik lelehnya. Produk hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), GC-MS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*), dan <sup>1</sup>H-NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*), serta diuji aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH.

Hasil penelitian menunjukkan % hasil sintesis sebesar 95%. Produk yang dihasilkan berupa padatan berwarna abu-abu kehijauan, memiliki titik leleh antara 128-130 °C, sedikit larut dalam air dan larut sempurna dalam larutan NaOH 2M. Hasil spektra FTIR terdapat serapan khas gugus imina (-HC=N-) dengan bilangan gelombang antara 1590 cm<sup>-1</sup>. Hasil GCMS menunjukkan adanya puncak pada waktu retensi 44,171 menit dengan kemurnian 100 % dan *m/z* ion molekular 257, sesuai dengan berat molekul senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol. Karakterisasi <sup>1</sup>H-NMR senyawa basa Schiff didukung dengan adanya sinyal khas *singlet* proton imina pada pergeseran kimia 8,42 ppm (1H, *s*). Pengujian aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil) pada senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol menunjukkan nilai EC<sub>50</sub> 10,46 ppm, sedangkan senyawa pembanding vanilin, BHT dan vitamin C mempunyai nilai EC<sub>50</sub> berturut-turut yaitu 1388 ppm, 10,88 ppm dan 3,58 ppm.

## ABSTRACT

Kusumaningrum, V.A. 2020. **Synthesis, Characterization, and Antioxidant Activity Test Schiff Base Compound from Vanillin and *p*-Anisidine.** Department of Chemistry, Faculty of Sains and Technology, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc; Supervisor II: Mochamad Imamudin, Lc., M.A.

**Keywords:** Schiff base, vanillin, *p*-anisidine, *stirrer* method, antioxidant

Schiff base is a reaction product between primary amines and aldehydes or ketones. The Schiff base compound 2-methoxy-4-((4-methoxyphenylimino) methyl)phenol can be synthesized from vanillin and *p*-anisidine using a water solvent with the stirrer method. The purpose of this research is to determine the character and antioxidant activity of the synthesis of Schiff's base compound from vanillin and *p*-anisidine. Vanillin and *p*-anisidine were added with water solvent and then stirred for 30 minutes. The synthesized product was determined by % yield and physically characterized, including color, solubility, and melting point. The synthesized product is characterized by FTIR (Fourier Transform Infra-Red) spectrophotometer, GC-MS (Gas Chromatography Mass Spectrometry), and <sup>1</sup>H-NMR (Nuclear Magnetic Resonance), and tested for antioxidant activity using the DPPH method.

The result of the research showed % yield synthesis was 95%. The resulting product is a greenish-gray solid, has a melting point between 128-130 °C, is slightly soluble in water and completely soluble in 2M NaOH solution. The FTIR spectra result in a typical imine group absorption (-HC=N-) with a wavenumber between 1590 cm<sup>-1</sup>. GCMS results showed a peak retention time of 44.171 minutes with a purity of 100% and *m/z* of the molecular ion is 257, according to the molecular weight of the Schiff base compound 2-methoxy-4-((4-methoxyphenylimino) methyl)phenol. The <sup>1</sup>H-NMR characterization of the Schiff base compound was supported by the presence of a distinctive singlet imine proton signal at a chemical shift of 8.42 ppm (1H, *s*). Testing for antioxidant activity using the DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl) method on the Schiff base compound 2-methoxy-4-((4-methoxyphenylimino) methyl) phenol showed an EC<sub>50</sub> value of 10.46 ppm, while the comparison compound for vanillin, BHT and vitamin C has EC<sub>50</sub> values respectively, 1388 ppm, 10.88 ppm and 3.58 ppm.

## مستخلص البحث

كوسومانغروم ف.أ. 2020. اختبار و التوصيف و النشاط المضاد للأكسدة الصديق للبيئة لمركبات قاعدة شيف من فانيلين (*Vanillin*) و ب. أنيسيدين (*p-Anisidine*). قسم الكيمياء ، كلية العلوم و التكنولوجيا ، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: أحمد حنفي الماجستير ؛ المشرف الثاني: محمد إمام الدين الماجستير

**الكلمات المفتاحية:** قاعدة شيف (*Basa Schiff*) ، فانيلين (*Vanillin*)، ب. أنيسيدين (*p-Anisidine*) ، طريقة التحرير ، مضادات الأكسدة

---

قاعدة شيف (*Basa Schiff*) هي ناتج التفاعل بين الأمينات الأولية و الألدهيدات أو الكيتونات. يمكن تصنيع مركب شيف 2 ميثوكسي 4 ((4 ميثوكسيفينيليمينو) الميثيل) الفينول من الفانيلين و ب. أنيسيدين باستخدام مذيب مائي باستخدام طريقة التحرير. كان الغرض من هذه الدراسة هو تحديد الخصائص والنشاط المضاد للأكسدة لتخليق مركب قاعدة شيف من الفانيلين و ب. أنيسيدين. تمت إضافة الفانيلين و ب. أنيسيدين بمذيب مائي ثم التحرير لمدة 30 دقيقة. تم تحديد المنتج المركب من خلال نسبة إنتاجه وتميزه جسدياً بما في ذلك اللون ولذوبان نقطة الانصهار. تم بعد ذلك تمييز المنتج المركب بقياس الطيف الضوئي FTIR (تحويل فورييه للأشعة تحت الحمراء)، GC-MS (مطياف الكتلة اللوني للغاز)، و  $^1\text{H-NMR}$  (الرنين المغناطيسي النووي) للأشعة تحت الحمراء ، و اختبار النشاط المضاد للأكسدة باستخدام طريقة DPPH (2,2 ثائي فينيل 1 بيكريل هيدرازيل).

أظهرت النتائج أن مردود التخليق % 95٪ المنتج الناتج عبارة عن مادة صلبة رمادية مخضرة ، لها نقطة انصهار تتراوح بين 128-130 درجة مئوية ، قابل للذوبان في الماء قليلاً وقابل للذوبان تماماً في محلول هيدروكسيد الصوديوم 2 م (NaOH 2M). ينتج عن أطيف FTIR (تحويل فورييه للأشعة تحت الحمراء) وجود امتصاص غذجي لمجموعة إيمين (-HC=N-) برقم موجي بين 1590-1591 سم -1. أظهرت نتائج GC-MS (مطياف الكتلة اللوني للغاز) وقت احتجاز ذروة قدره 44.171 دقيقة بقاوة 100٪ و 257 أيونات جزيئية م / ض ، وفقاً للوزن الجزيئي للمركب الأساسي شيف 2 ميثوكسي 4 ((4 ميثوكسيفينيليمينو) الميثيل) فينول. تم دعم توصيف  $^1\text{HNMR}$  لمركب قاعدة شيف من خلال وجود إشارة بروتون إمينية مفردة مميزة عند تحول كيميائي قدره 8.42 جزء في المليون (ساعة واحدة ، ثانية). اختبار نشاط مضادات الأكسدة باستخدام طريقة DPPH (2,2 ثائي فينيل 1 بيكريل هيدرازيل) على المركب الأساسي شيف 2 ميثوكسي 4 ((4 ميثوكسيفينيليمينو) الميثيل) فينول أظهر قيمة EC<sub>50</sub> بقيمة 10.46 جزء في المليون ، بينما أظهر مركب المقارنة للفانيلين ، بوتيل هيدروكسى تولوين (BHT) و فيتامين ج له قيمة EC<sub>50</sub> على التوالي ، و هي 1388 جزء في المليون و 10.88 جزء في المليون و 3.58 جزء في المليون.

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Salah satu faktor yang menyebabkan gangguan kesehatan manusia adalah senyawa radikal bebas dalam tubuh. Radikal bebas adalah molekul yang memiliki elektron tidak berpasangan pada orbital terluarnya, sehingga sangat reaktif dan cenderung mengadakan reaksi berantai apabila terjadi di dalam tubuh. Radikal bebas terbentuk di dalam tubuh akibat produk samping proses metabolisme ataupun karena terpapar melalui pernafasan dan tersebar keseluruh tubuh (Prabawati dan Wijayanto, 2016). Oleh karena itu, tubuh membutuhkan senyawa antioksidan untuk menetralisir radikal bebas yang dapat membantu melindungi tubuh dari serangan radikal bebas.

Tubuh memiliki sistem pertahanan alami untuk menetralisir radikal bebas agar tidak berkembang dan berbahaya bagi tubuh. Pengaruh lingkungan dan kebiasaan buruk seperti radiasi ultraviolet, polusi, kebiasaan mengkonsumsi *junk food*, dapat menyebabkan sistem pertahanan tubuh tidak mampu menangkal radikal bebas dalam jumlah banyak. Adanya radikal bebas dalam tubuh dapat menyebabkan berbagai macam penyakit degeneratif (Rizkayanti, 2017). Sebagaimana firman Allah SWT dalam QS. Al-An'am ayat 17 :

وَإِنْ يُمْسِنْكَ اللَّهُ بِضُرٍّ فَلَا كَاشِفَ لَهُ إِلَّا هُوَ وَإِنْ يُمْسِنْكَ بَحْرٌ فَهُوَ عَلَى كُلِّ شَيْءٍ قَدِيرٌ  
[الأنعام: 17]

Artinya : “Dan jika Allah SWT menimpakan sesuatu kemudharatan kepadamu, maka tidak ada yang menghilangkannya melainkan Dia sendiri. Dan jika Dia

*mendatangkan kebaikan kepadamu, maka Dia Maha Kuasa atas tiap-tiap sesuatu”* (Al-An’am : 17).

Penjelasan dari ayat di atas adalah apabila manusia ditimpa suatu bahaya seperti penyakit, maka tidak ada yang dapat menjauhkannya selain Allah SWT. Penyakit itu dapat dihilangkan karena kemurahan dan kasih sayang Allah SWT. Maka hanya bagi Allah segala puji dan nikmat-nikmat yang berlimpah tanpa batas. Allah SWT mendatangkan suatu kemadharatan atau penyakit untuk hamba-Nya, maka Allah SWT pula yang menghilangkan kemadharatan itu dengan mendatangkan obatnya atas seizin-Nya dan kehendak-Nya. Apabila Allah SWT mendatangkan kebaikan kepada hamba-Nya seperti kesehatan, maka Allah SWT kuasa untuk memeliharanya bagi hamba-Nya (Al-Maraghi,1974). Allah SWT mentakdirkan penyakit kepada hamba-Nya, pasti juga memberikan penawar atau obatnya. Sebagaimana sabda Rasulullah SAW :

مَا أَنْزَلَ اللَّهُ دَاءً إِلَّا أَنْزَلَ لَهُ شَفَاءً

Artinya : “Tidaklah Allah menurunkan penyakit kecuali Dia juga menurunkan penawarnya.” (HR Bukhari).

Semua yang ada di muka bumi ini, diciptakan Allah SWT agar dapat memberikan manfaat bagi umatnya. Salah satunya adalah dimanfaatkan sebagai obat, seperti senyawa antioksidan yang berpotensi sebagai obat untuk menangkal radikal bebas.

Antioksidan merupakan unsur kimia atau biologi yang dapat mentalisir potensi kerusakan yang disebabkan oleh radikal bebas. Tubuh menghasilkan antioksidan endogen (seperti enzim superoksida-dismutase dan katalase) dan

antioksidan eksogen yang diperoleh dari luar tubuh (seperti vitamin A, C dan E) (Iorio, 2007). Antioksidan yang dapat diperoleh dari luar tubuh adalah antioksidan alami dan antioksidan sintetik. Antioksidan alami umumnya merupakan senyawa-senyawa fenolik yang terdapat dalam berbagai tanaman. Senyawa fenolik seperti fenol, memiliki aktivitas antioksidan yang dipengaruhi oleh kemudahan melepas atom hidrogen dan kestabilan struktur radikal yang terbentuk oleh resonansi setelah melepas atom hidrogen (Prabawati dan Wijayanto, 2016). Antioksidan sintetik seperti BHA (*Butylated hydroxyanisole*) dan BHT (*Butylated hydroxytoluene*), merupakan antioksidan sintetik golongan fenol yang banyak digunakan dalam campuran produk makanan (Fitri, 2014).

Senyawa basa Schiff banyak dimanfaatkan dalam dunia farmakologi dalam berbagai fungsi salah satunya adalah sebagai antioksidan (Murtaza, *et al.*, 2017). Senyawa basa Schiff merupakan senyawa imina dengan karakteristik ikatan yang terbentuk dari reaksi adisi eliminasi dari amina primer ( $R-NH_2$ ) dan gugus aktif senyawa karbonil (aldehida atau keton) dengan menggunakan katalis asam atau tanpa katalis (Patil, *et al.*, 2012). Antioksidan pada umumnya merupakan donor hidrogen atau donor elektron ke sisi reaktif molekul radikal, sehingga dapat menetralkan molekul tersebut (Kumar *et al.*, 2014). Adanya gugus hidroksil pada senyawa basa Schiff dapat mendonorkan atom hidrogen ke senyawa radikal. Senyawa basa Schiff memiliki sistem konjugasi, gugus imina dan cincin aromatik yang saling bersinergi satu sama lain untuk membentuk radikal yang stabil. Senyawa radikal yang telah menerima atom hidrogen dari senyawa basa Schiff menjadi lebih stabil. Sedangkan senyawa basa Schiff menjadi radikal yang distabilkan oleh resonansi struktur konjugasi panjangnya.

Penelitian terdahulu menunjukkan senyawa basa Schiff memiliki aktivitas sebagai antioksidan, sebagaimana Bath, *et al.*, (2014) telah melakukan sintesis basa Schiff menggunakan metode konvensional dari berbagai macam hidrazin dan aldehida, diketahui dari berbagai produk yang dihasilkan terdapat dua produk yang memiliki aktivitas antioksidan besar terhadap radikal DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil) dengan nilai IC<sub>50</sub> sebesar 343,76 ± 0,27; 362,18 ± 0,13. Cahyana dan Pratiwi (2015) juga melakukan sintesis imina dari vanilin dan 4-amino antipirin menggunakan pelarut air dengan kecepatan *stirrer* 450 rpm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa produk menghasilkan aktivitas antioksidan terhadap radikal DPPH dengan nilai IC<sub>50</sub> sebesar 22,53 µg/mL. Mighfar (2017) juga melakukan uji aktivitas antioksidan dari senyawa basa schiff 2-metoksi-4-((*p*-tolilimino)metil)fenol menggunakan metode DPPH dan menghasilkan nilai IC<sub>50</sub> sebesar 33,07 ppm, sedangkan senyawa pembanding vitamin C, BHT dan vanilin mempunyai nilai IC<sub>50</sub> berturut-turut yaitu 3,35 ppm, 9,31 ppm, dan 1237 ppm.

Sintesis adalah salah satu cara yang dilakukan untuk mendapatkan senyawa dan turunannya dengan hasil yang lebih besar dan variasi struktur sesuai dengan yang dikehendaki. Metode *green chemistry* mulai banyak digunakan oleh peneliti kimia dan teknik kimia dalam penelitian, industri, dan produksi untuk menghasilkan produk yang efisien, meminimalisir pelarut kimia berbahaya dan ramah lingkungan (Patil, *et al.*, 2012). Sintesis basa Schiff diantaranya dapat diperoleh dari vanilin dan *p*-anisidina, sebagaimana Surur (2019) yang telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina dengan pelarut air menggunakan metode penggerusan. Sintesis dilakukan dengan variasi waktu penggerusan 10 menit, 15 menit, dan 20 menit menghasilkan randemen tertinggi

pada waktu 20 menit sebesar 96,35% dan kemurnian sebesar 97,39%. Selain itu, Zarei dan Jarrahpour (2011) melakukan sintesis senyawa azo basa Schiff dari azoaldehida yang dibuat dari *p*-anisidina dan *o*-vanilin, kemudian direaksikan dengan amina menggunakan pelarut air. Sintesis dilakukan dengan variasi waktu 30 menit, 45 menit, dan 120 menit menghasilkan randemen tertinggi sebesar 100% pada waktu 30 menit. Selain itu digunakan juga metode refluks di etanol menghasilkan randemen tertinggi sebesar 99% pada variasi waktu 120 menit, 180 menit, dan 480 menit. Rao, *et al.*, (2010) juga melakukan sintesis basa Schiff menggunakan metode *green chemistry* dengan mengaduk 1,2-diaminobenzene dengan berbagai aromatik aldehida menggunakan pelarut air, dengan waktu reaksi 8 menit menghasilkan randemen 97%. Selain itu, dia juga melakukan sintesis menggunakan metode konvensional menghasilkan randemen 48% dengan waktu reaksi 4 jam. Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan metode *green chemistry* lebih efektif digunakan untuk mensintesis senyawa basa Schiff dibandingkan dengan metode konvensional.

Berdasarkan penjelasan yang telah dipaparkan, menunjukkan bahwa senyawa basa Schiff memiliki potensi sebagai antioksidan. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina, kemudian dilakukan uji aktivitas antioksidan pada hasil sintesis dengan menggunakan metode DPPH dan dianalisis nilai aktivitasnya menggunakan nilai EC<sub>50</sub>. Hasil sintesis senyawa basa Schiff dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR (*Fourier Transform Infrared Spectrofotometer*), GC-MS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*), dan <sup>1</sup>H-NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*), sehingga dapat diketahui keberhasilan sintesis yang telah dilakukan.

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakter produk hasil sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina ?
2. Bagaimana aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff hasil sintesis dari vanilin dan *p*-anisidina ?

## 1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui karakter produk hasil sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina.
2. Mengetahui aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff hasil sintesis dari vanilin dan *p*-anisidina.

## 1.4 Batasan Masalah

1. Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina dengan perbandingan 1:1 dilakukan menggunakan *stirrer* dalam pelarut air.
2. Terget kemurnian yang diperoleh dari hasil sintesis adalah 95%.
3. Kecepatan *stirrer* yang di pakai untuk sintesis adalah 450 rpm dalam waktu 30 menit dan volume air yang ditambahkan dalam sintesis sebanyak 15 mL.
4. Uji aktivitas antioksidan senyawa vanilin dan *p*-anisidina menggunakan larutan DPPH.
5. Karakterisasi senyawa hasil sintesis dengan uji spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectrofotometer*), GC-MS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*), dan <sup>1</sup>H-NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*).

### 1.5 Manfaat

Hasil penelitian diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah yang berkenaan dengan aktivitas antioksidan dari bahan alam, yaitu melalui sintesis senyawa basa schiff dari vanillin dan *p*-anisidin.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Vanilin

Vanilin merupakan senyawa organik aldehida fenolik dengan rumus molekul C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> (Kumar, *et al.*, 2012). Vanilin sering dipakai sebagai penambah cita rasa makanan dalam industri pangan. Dalam bidang pengawetan pangan, vanilin dipakai sebagai antimikroba dan antioksidan (Budimarwanti, 2007). Vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida merupakan senyawa organik yang berbentuk padatan kristal dengan bentuk jarum tak berwarna, dan berbau harum. Vanilin memiliki titik lebur 77,9°C, titik didih 285°C dan densitas 1,056 g/cm<sup>3</sup> (Mulyono, 2006).

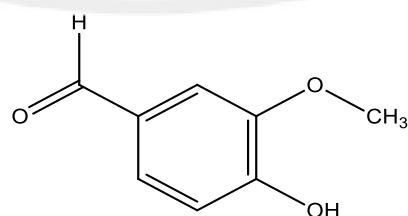
Vanilin adalah komponen kimia utama yang ada dalam buah vanila. Komponen utama buah vanila terdiri dari 2 bagian, yaitu kulit buah yang berwarna hijau (60%) dan berwarna putih (20%). Kedua bagian tersebut memiliki peran penting dalam biosintesis vanilin pada buah vanila. Kandungan vanilin dalam buah vanila berkisar antara 1,5-3 gram/100 buah vanila (Handayani, *et al.*, 2011). Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat An-Nahl ayat 11 :

يُنْبِتُ لَكُمْ بِالرَّزْعِ وَالزَّيْتُونِ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ التَّمَرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ [النحل: 11]

Artinya : “Dia menumbuhkan bagi kamu dengan air hujan itu tanam-tanaman; zaitun, korma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan.”

Maksud dari ayat diatas adalah air yang diturunkan dari langit itu dapat menumbuhkan tanaman-tanaman yang menghasilkan biji- bijian, zaitun, kurma, anggur, dan jenis buah-buahan lainnya. Sesungguhnya di dalam menciptakan hal-hal di atas terdapat tanda bagi kaum yang mempergunakan akalnya dan selalu memikirkan kekuasaan pencipta-Nya (Shihab, 2002). Orang-orang yang mendalami pemahamannya serta mau menggunakan pikirannya untuk memanfaatkan apa yang telah diciptakan Allah SWT akan selalu berinovasi untuk memanfaatkan apa yang ada di muka bumi. Salah satunya adalah dengan memanfaatkan senyawa vanillin dari ekstrak buah vanila dan digunakan sebagai senyawa antioksidan.

Vanillin dapat diisolasi dari buah vanila (*Vanilla planifolia Andrews*) dengan beberapa metode seperti ekstraksi enzimatik, ekstraksi soxhlet dan ekstraksi menggunakan oktilamina (Handayani, *et al.*, 2011). Vanillin juga dapat diperoleh dari kayu lunak yang dioksidasi dengan nitrobenzena dalam suatu larutan alkali, atau secara sintetik dibuat dari safrol, glukosida koniferin, protokatekhuat aldehida, dan eugenol (Budimarwanti, 2007). Vanillin pertama kali disintesis dari eugenol yang ditemukan dalam minyak cengkeh dan kemudian disintesis dari lignin yang mengandung cairan sulfit, produk samping dari pengolahan bubur kayu dalam pembuatan kertas (Kumar, *et al.*, 2012).



Gambar 2.1 Struktur Vanillin (Kumar, *et al.*, 2012)

Vanilin memiliki struktur fenol tersubstitusi yang berpotensi sebagai antioksidan (Budimarwanti, 2007). Sebagaimana firman Allah SWT dalam QS. Al-Anbiya ayat 16 :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَا عِينَ [الأنبياء: 16]

Artinya : “*Dan tidaklah Kami ciptakan langit dan bumi dan segala yang ada di antara keduanya dengan bermain-main.*” (Al-Anbiya : 16)

Maksud dari ayat di atas adalah Allah SWT menciptakan segala sesuatu yang ada di muka bumi agar dapat memberikan manfaat kepada umatnya dan tidak ada yang sia-sia. Tafsir Ibnu Katsir menjelaskan bahwa penciptaan langit dan bumi dengan keadilan dan kebenaran dengan tujuan mengandung hikmah. Hikmah tersebut dapat berupa manfaat yang terkandung dalam semua ciptaanNya, sehingga dapat dimanfaatkan untuk kepentingan umat manusia. Salah satu hikmah tersebut adalah manfaat yang terkandung dalam vanilin yang dapat digunakan sebagai prekursor dalam sintesis senyawa basa Schiff sebagai antioksidan (Cahyana dan Pratiwi, 2015; Mighfar, 2017).

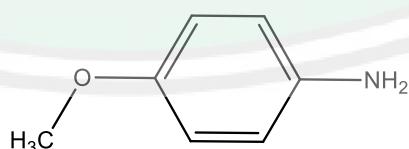
Vanilin memiliki gugus fungsi aldehid, eter, dan fenol. Dari ketiga gugus fungsi tersebut, aldehyda adalah gugus fungsi yang paling reaktif karena keberadaan atom oksigen pada gugus karbonil ( $C=O$ ), menyebabkan atom oksigen menjadi lebih elektronegatif daripada atom C yang bersifat parsial positif. Sehingga elektron cenderung tertarik menuju atom oksigen dan membuat kerapatan elektron atom oksigen lebih besar daripada kerapatan elektron atom karbon. Hal ini yang menyebabkan karbonil pada gugus aldehyda mudah diserang oleh nukleofil

(Kumar, *et al.*, 2012). Salah satu nukleofil yang dapat bereaksi dengan vanilin adalah amina primer membentuk ikatan C=N melalui reaksi adisi eliminasi (Cahyana dan Pratiwi, 2015; Zarei dan Jarrahpour, 2011).

## 2.2 *p*-Anisidina

*p*-Anisidina atau *p*-metoksianilina atau *p*-aminoanisol adalah salah satu senyawa turunan amina siklik berupa padatan hitam dan mengkilap. *p*-Anisidina memiliki rumus molekul  $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OCH}_3$ , titik lebur  $57,2^\circ\text{C}$ , titik didih  $246^\circ\text{C}$  pada  $760 \text{ mmHg}$  dan densitas  $1,071 \text{ g/cm}^3$ . *p*-Anisidina adalah padatan yang mudah larut dalam etanol dan eter, namun sedikit larut di air (Lewis, *et al.*, 2007).

*p*-Anisidina merupakan senyawa arilamina yang memiliki gugus metoksi ( $-\text{OCH}_3$ ) pada posisi para. Gugus metoksi memiliki kemampuan untuk mendonorkan elektron yang dimiliki, sehingga meningkatkan kereaktifan cincin aromatik (gugus metoksi sebagai pengaktif cincin) dan peningkatan sifat kebasaan dari senyawa arilamina. Dalam reaksi sintesis senyawa basa schiff, *p*-anisidina merupakan senyawa yang dapat berperan sebagai nukleofil. Karena senyawa *p*-anisidina memiliki gugus amina primer ( $\text{R}-\text{NH}_2$ ) (Fessenden dan Fessenden, 1982).



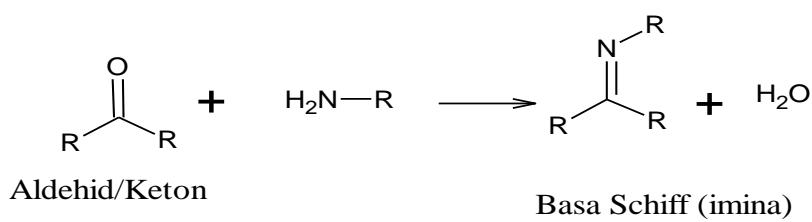
Gambar 2.2 Struktur *p*-anisidina (Patnaik, 2007)

*p*-Anisidina merupakan senyawa anisidina yang dihasilkan dari sintesis *p*-nitroanisol yang direduksi oleh besi dan asam klorida. *p*-anisidina juga dapat diperoleh melalui metilasi *p*-aminofenol (Lewis, *et al.*, 2007). Sedangkan dalam bidang industri zat warna, *p*-anisidina digunakan sebagai zat antara dan disintesis melalui reduksi *p*-nitroanisol dengan menggunakan sulfida (Yadav, *et al.*, 2003).

### 2.3 Basa Schiff

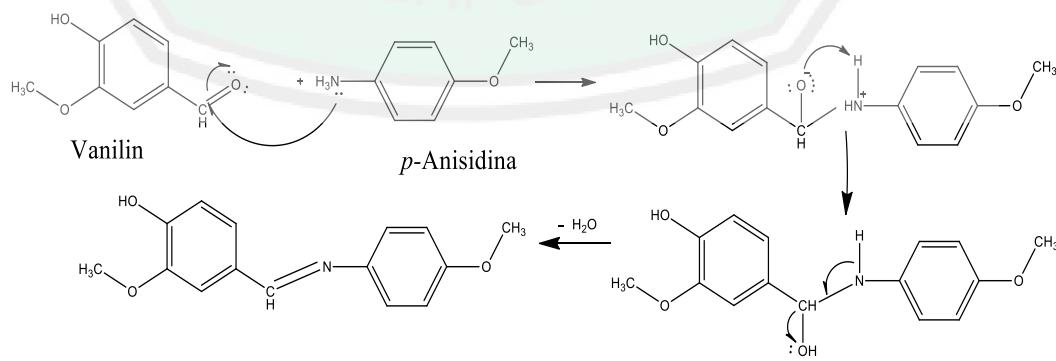
Basa Schiff adalah senyawa yang memiliki rumus umum  $R^1R^2C=NR^3$ , dimana  $R^1-R^3$  adalah sisi rantai organik dapat berupa siklo alkil, aril, alkil, atau kelompok heterosiklik (Munawar, *et al.*, 2018). Basa Schiff juga disebut imina, azil atau azometina dan merupakan kelompok senyawa organik dengan gugus imina sebagai gugus fungsi. Adanya gugus imina dapat mempengaruhi reaktivitas kimia dan aktivitas biologi senyawa basa Schiff (Umoфia, *et al.*, 2016). Senyawa basa Schiff memiliki aktivitas biologi seperti antimikroba, antikanker, antioksidan, dan antimalaria (Munawar, *et al.*, 2018).

Senyawa basa Schiff ditemukan oleh kimiawan German yang bernama Hugo Schiff pada tahun 1864. Senyawa ini terbentuk dari kondensasi amina primer dengan senyawa karbonil seperti aldehida dan keton. Senyawa basa Schiff dari aldehida alifatik kurang stabil karena mudah berpolimerisasi, sedangkan senyawa aldehida aromatik lebih stabil karena memiliki sistem konjugasi (Ay, 2016). Basa Schiff memiliki ikatan rangkap karbon-nitrogen sebagai gugus fungsional, di mana atom nitrogen terhubung ke gugus aril atau gugus alkil (R) tetapi bukan hidrogen. Sedangkan gugus karbonil ( $C=O$ ) pada aldehida atau keton digantikan oleh suatu imina atau gugus azometina ( $-CH=N-$ ) (Bader, 2010). Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff adalah sebagai berikut (Ay, 2016) :



Gambar 2.3 Reaksi pembentukan basa Schiff (Ay, 2016)

Mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff terjadi dalam 2 tahap. Tahap pertama adalah adisi amina terhadap karbonil, kemudian tahap kedua adalah pembentukan senyawa basa Schiff yang diikuti dengan adanya pelepasan air (Yadav dan Mani, 2015). Reaksi senyawa basa Schiff dapat dilakukan tanpa menggunakan katalis dan pelarut. Adawiyah (2017) berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina dengan tanpa menggunakan pelarut dan katalis. Berdasarkan reaksi yang terjadi dalam penelitian tersebut, maka perkiraan mekanisme reaksi yang terjadi antara vanilin dan *p*-anisidina ditunjukkan pada gambar 2.4.



Gambar 2.4 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4((4-metoksifenilimino)metil)fenol pada kondisi tanpa katalis dan pelarut (Adawiyah, 2017)

Vanilin memiliki gugus fungsi aldehida yang mengandung karbonil, sedangkan *p*-anisidina memiliki gugus amina primer ( $\text{NH}_2$ ). Mekanisme reaksi yang pertama adalah reaksi adisi nukleofilik pada atom karbon gugus karbonil aldehida oleh atom nitrogen gugus amina dari senyawa *p*-anisidina. Selanjutnya, terjadi transfer proton oleh atom oksigen terhadap atom nitrogen, sehingga membentuk senyawa antara *carbinolamine* yang netral. Tahap terakhir yaitu terjadinya eliminasi atau terlepasnya air secara spontan karena produk basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina merupakan senyawa aromatik terkonjugasi yang stabil sehingga mudah melepaskan air. Ikatan rangkap antara C dengan N ( $\text{C}=\text{N}$ ) akan terbentuk karena lepasnya molekul air (Maila,2016).

#### 2.4 Sintesis Basa Schiff dengan Metode Ramah Lingkungan

Metode sintesis ramah lingkungan atau *green chemistry* adalah cara baru yang dapat digunakan dalam sintesis organik dan desain molekul obat, segala yang berhubungan dengan lingkungan dengan memanfaatkan proses sintesis tradisional. Metode sintesis ramah lingkungan dapat mengurangi emisi pelarut organik yang mudah menguap dan penggunaan bahan kimia beracun berbahaya. Selain itu, metode ramah lingkungan dapat menambah selektivitas, mengurangi waktu reaksi, mempermudah pemisahan dan pemurnian produk dibandingkan dengan metode konvensional, prosesnya sederhana, efisien dan tidak berbahaya dalam semua tahapan sintesis (Yadav dan Mani, 2013; Suman, *et al.*, 2016).

Sintesis senyawa basa Schiff dapat dilakukan dengan menggunakan metode ramah lingkungan, karena dapat menghasilkan randemen yang tinggi (Bendale, *et al.*, 2011). Prinsip-prinsip *green chemistry* membahas tentang pengurangan atau penghilangan senyawa kimia berbahaya dari sintesis, membuat atau menciptakan kembali molekul, bahan, reaksi dan proses yang lebih aman untuk makhluk hidup dan lingkungan (Ivankovic, *et al.*, 2017). Metode *green chemistry* didasarkan pada dua belas prinsip sebagai berikut (Karagolge dan Gur, 2016) :

1. Pencegahan limbah, artinya lebih efektif tidak menghasilkan limbah, daripada mengolah atau membersihkannya setelah limbah terbentuk.
2. Penghematan atom, artinya prosedur sintesis harus dirancang untuk mengoptimalkan penggabungan semua senyawa yang digunakan dalam proses reaksi menjadi produk akhir.
3. Desain sedikit senyawa kimia yang berbahaya dalam sintesis kimia, artinya prosedur sintesis harus dirancang untuk menggunakan dan memproduksi senyawa kimia yang memiliki toksisitas rendah atau tidak toksik bagi makhluk hidup dan lingkungan.
4. Pembuatan senyawa kimia dan produk yang lebih aman, artinya produk kimia sebaiknya didesain untuk meningkatkan fungsi mengurangi toksisitas.
5. Pelarut dan senyawa tambahan yang lebih aman, artinya penggunaan senyawa kimia tambahan (seperti pelarut, agen pemisah, dll) sebaiknya dihindari dan tidak berbahaya jika digunakan.
6. Desain efisiensi energi, artinya energi yang dipakai untuk proses kimia sebaiknya diminimalkan dampaknya untuk lingkungan. Metode sintesis sebaiknya dilakukan pada suhu dan tekanan kamar.

7. Penggunaan bahan dasar yang dapat diperbaharui, artinya Bahan dasar harus dapat diperbaharui, tidak digunakan terus-menerus karena mengutungkan secara teknis maupun ekonomis.
8. Hindari derivatif kimia, artinya derivatif yang tidak diperlukan (penggunaan gugus penghalang, gugus terproteksi/deproteksi, dan perubahan sementara proses kimia/fisika) sebaiknya diminimalkan atau dihindari jika memungkinkan, karena langkah-langkah tersebut membutuhkan reagen tambahan dan dapat menghasilkan limbah.
9. Gunakan katalis bukan reagen stoikiometrik, artinya reagen katalitik (seselektif mungkin) merupakan reagen stoikiometrik.
10. Menghasilkan senyawa dan produk kimia yang dapat terdegradasi setelah digunakan, artinya produk kimia yang dihasilkan sebaiknya didesain sebaik mungkin, sehingga dapat terdegradasi setelah dipakai dan tidak berbahaya bagi lingkungan.
11. Analisis diwaktu yang tepat untuk mencegah kontaminasi, artinya metode analisis perlu dikembangkan lebih lanjut untuk memberikan waktu yang tepat dalam pengamatan dan pengaturan proses, sehingga produk samping yang toksik dapat dihindari.
12. Minimalkan potensi kecelakaan, artinya senyawa yang digunakan dalam proses kimia sebaiknya dipilih untuk meminimalkan risiko kecelakaan bahan kimia, seperti ledakan dan kebakaran.

Dengan memperhatikan prinsip *green chemistry*, beberapa jenis senyawa organik dapat disintesis dengan menggunakan metode ramah lingkungan (*green chemistry*) salah satunya adalah sintesis senyawa basa Schiff. Sintesis senyawa basa

Schiff dengan menggunakan metode *green chemistry* telah banyak dilakukan oleh ilmuwan kimia seperti pengerasan dengan menggunakan katalis alami (Patil, *et al.*, 2012), pengerasan tanpa pelarut dan katalis (Bendale, *et al.*, 2011), menggunakan katalis alami (Yadav dan Mani, 2015), menggunakan pelarut air (Zarei dan Jarrahpour, 2011).

Alternatif penggunaan pelarut dalam sintesis senyawa organik adalah dengan menggunakan pelarut air atau *green solvent*. Naqvi, *et al.*, (2009) berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari 2-kloro-4-floroanlilin dan benzaldehid tersubstitusi dengan menggunakan pelarut air. Sintesis dilakukan dengan mencampurkan bubuk 2-kloro-4-floroanlilin dan benzaldehid tersubstitusi dalam 10 mL air, kemudian diaduk dalam suhu ruang selama 30 menit. Hasil penelitian menunjukkan randemen 80-90%. Rao, *et al.*, (2010) juga melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari 1,2-diaminobenza dan berbagai aromatik aldehyda menggunakan pelarut air. Sintesis dilakukan dengan mencampurkan 0,01 mol 1,2-diaminobenza dalam 10 mL air, kemudian ditambahkan aromatik aldehyda sebanyak 0,01 mol. Campuran diaduk selama 10 menit pada suhu kamar. Hasil penelitian menunjukkan randemen 94-98%.

Zarei dan Jarrahpour (2011) melakukan sintesis senyawa azo basa Schiff dari azoaldehyda yang dibuat dari *p*-anisidina dan *o*-vanilin, kemudian direaksikan dengan amina menggunakan pelarut air. Sebelum dilakukan sintesis, reaktan dibuat bubuk terlebih dahulu. Setelah itu disiapkan 2,5 mmol azoaldehyd dengan 2,5 mmol amina, kemudian ditambahkan 5 mL air dan diaduk pada suhu kamar. Hasil penelitian ditunjukkan pada Tabel 2.1, sebagai berikut :

Tabel 2.1 Hasil Penelitian menggunakan Pelarut Air

Waktu (Menit)	Randemen (%)
30	100
45	99
120	65

Berdasarkan hasil penelitian, semakin banyak waktu yang dibutuhkan untuk melakukan sintesis menghasilkan randemen yang semakin kecil. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan waktu untuk melakukan sintesis selama 30 menit.

## 2.5 Karakterisasi Produk Sintesis

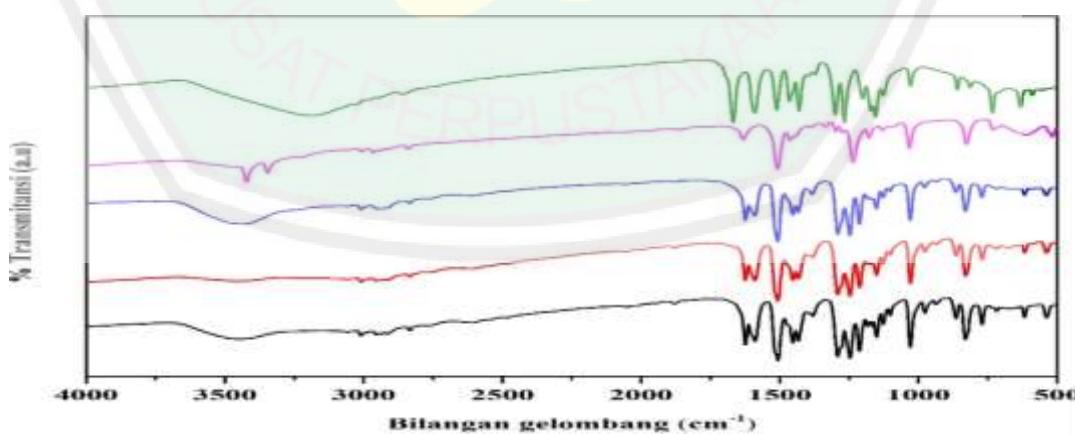
### 2.5.1 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan FTIR

Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*) adalah alat yang dipakai untuk analisis berdasarkan pengukuran intensitas infra merah terhadap panjang gelombang serta mendekripsi karakteristik vibrasi gugus fungsi dari senyawa pada sampel (Aspi, dkk., 2013). Molekul memiliki atom-atom yang bervibrasi (bergetar). Ketika sinar inframerah dilewatkan melalui sampel senyawa organik, maka terdapat sejumlah frekuensi yang akan diserap. Cahaya yang diserap oleh molekul tergantung pada struktur elektronik dari molekul tersebut. Jika molekul menyerap energi, maka terjadi perubahan energi vibrasi dan energi rotasi (Day dan Underwood, 2001). Spketrofotometer FTIR memiliki banyak keunggulan, yaitu lebih cepat karena pengukuran dilakukan secara serentak (simultan), serta mekanik optik lebih sederhana dengan sedikit komponen yang bergerak (Suseno dan Firdausi, 2008).

Prinsip kerja FTIR adalah mengetahui gugus fungsi senyawa pada sampel dari absorbansi infra merah yang dilakukan pada senyawa tersebut. Pola absorbansi yang diserap oleh setiap senyawa berbeda-beda. Sehingga, senyawa-senyawa dapat

dibedakan dan dikuantifikasikan (Sankari, *et al.*, 2013). Analisis FTIR dapat dilakukan dengan metode pelet KBr pada bilangan gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ , karena semua serapan vibrasi gugus fungsi berada pada daerah tersebut. Teknik pelet KBr dengan cara mencampur sampel dengan KBr sampai homogen. Campuran yang terbentuk ditekan menggunakan alat penekan hidrolik atau yang sejenis sampai menjadi pelet yang transparan (Khopkar, 1990).

Penelitian yang dilakukan oleh Ummathur, *et al.*, (2009), menunjukkan bahwa spektra IR basa Schiff (imina) memiliki serapan khas C=N pada daerah bilangan gelombang 1550-1600  $\text{cm}^{-1}$ . Gambar 2.5 adalah hasil spektra FTIR penelitian yang dilakukan oleh Adawiyah (2017) menunjukkan tiga produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina memiliki serapan C=N pada bilangan gelombang 1590  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H stretching}$  aromatik pada bilangan gelombang 3009  $\text{cm}^{-1}$ ,  $\text{C}_{\text{sp}3}\text{-H stretching}$  alifatik pada bilangan gelombang 2950  $\text{cm}^{-1}$ , C=C aromatik pada bilangan gelombang 1623, 1506, dan 1507  $\text{cm}^{-1}$  (Adawiyah, 2017).



Gambar 2.5 Spektra FTIR senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina (Adawiyah, 2017)

Sing, *et al.*, (2018) menggunakan spektrofotometer FTIR untuk mengkarakterisasi produk hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menghasilkan serapan C=N pada bilangan gelombang 1588 cm<sup>-1</sup>. Khasanudin (2018) juga menggunakan spektrofotometer FTIR untuk mengkarakterisasi produk hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menghasilkan serapan C=N pada bilangan gelombang 1623 cm<sup>-1</sup>.

### 2.5.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan GC-MS

Kromatografi gas adalah jenis kromatografi yang menggunakan fase gerak berupa gas (Ibnu, 2005). Sedangkan spektrometer massa adalah instrumen yang dapat menyeleksi molekul-molekul gas bermuatan berdasarkan massa atau beratnya (Khopkar, 1990). Prinsip kerja kromatografi gas adalah pemisahan senyawa yang didasarkan pada titik didih suatu senyawa dikurangi dengan semua interaksi yang mungkin terjadi antara solut dengan fase diam. Fase gerak yang berupa gas akan mengelusi solut dari ujung kolom dan membawa ke detektor. Semakin tinggi suhu dapat menyebabkan proses penguapan solut, sehingga cepat terelusi (Rohman, 2007). Prinsip kerja spektroskopi massa adalah mengubah senyawa dari suatu sampel menjadi ion-ion yang bergerak cepat dan dipisahkan sesuai dengan perbandingan massa terhadap muatan (*m/z*) (Khopkar, 1990).

Seiring dengan perkembangan teknologi, instrumen kromatografi gas (GC) digunakan secara bersama-sama dengan instrumen lain seperti spektroskopi massa (MS). Spektroskopi massa adalah detektor yang dipakai pada kromatografi gas. Spektroskopi massa digunakan untuk identifikasi senyawa sebagai penentu berat dan rumus molekul. Pengionan senyawa kimia akan menghasilkan molekul bermuatan atau fragmen molekul dan mengukur rasio massa/muatan. Molekul yang

terionisasi menghasilkan ion bermuatan positif dan diarahkan menuju medan magnet dengan kecepatan tinggi, kemudian dibelokkan untuk menentukan bobot molekulnya dan bobot molekul semua fragmen yang dihasilkan (Darmapatni, dkk., 2016).

Adawiyah (2017) melakukan karakterisasi produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menggunakan GC-MS. Produk hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina adalah senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol menunjukkan nilai *m/z* 257 dengan kelimpahan 100% merupakan ion molekular sekaligus *base peak*. Dimana ion molekuler *m/z* 257 sesuai dengan berat molekul senyawa target. Fragmen juga memiliki kelimpahan tinggi yaitu *m/z* 242, karena struktur senyawa target dapat mengalami resonansi (Adawiyah, 2017).

### 2.5.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrometer $^1\text{H-NMR}$

Spektrometer NMR atau spektrometer resonansi magnetik dapat digunakan untuk mengetahui interaksi antara materi dengan gaya elektromagnetik dengan meletakkan suatu sampel pada dua medan magnet sekaligus (Khopkar, 1990). Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  menunjukkan banyaknya jenis lingkungan hidrogen dalam molekul dan jumlah atom hidrogen yang ada pada atom karbon tetangga (Sudjadi, 1983). Standar internal yang digunakan untuk mengetahui perbandingan nilai pergeseran kimia adalah zat yang protonnya memiliki efek perlindungan sebesar mungkin. Salah satunya adalah TMS (tetrametil silan) karena memiliki nilai pergeseran kimia nol ppm (Khopkar, 1990).

Pergeseran kimia menunjukkan posisi proton pada sampel yang diuji. Semakin kecil nilai pergeseran kimia, menunjukkan proton tersebut semakin terlindungi. Sebaliknya, jika nilai pergeseran kimia semakin besar, maka semakin tidak terlindungi karena dekat dengan gugus yang lebih elektronegatif. Surur (2019) melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menggunakan pelarut air dengan metode penggerusan dan mengkarakterisasi produk sintesis menggunakan  $^1\text{H-NMR}$  dengan pelarut  $\text{CDCl}_3$ . Pergeseran kimia yang diperoleh yaitu 3,83 ppm (*s*, 3H,  $\text{OCH}_3$ ); 3,93 ppm (*s*, 3H,  $\text{OCH}_3$ ); 6,48 ppm (*s*, 1H, OH); dan 8,36 (*s*, 1H, - $\text{CH}=\text{N}-$ ). Pelarut  $\text{CDCl}_3$  muncul sinyal pada pergeseran kimia 7,26 ppm. Proton pada gugus imina memiliki pergeseran kimia besar, hal ini dapat disebabkan karena ikatan kovalen phi, pengaruh cincin aromatik, serta keelektronegatifan atom/gugus tetangga yang mengakibatkan berkurangnya kerapatan elektron, sehingga mudah dipengaruhi oleh medan magnet internal.

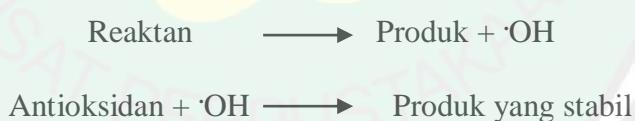
## 2.6 Antioksidan

Antioksidan adalah senyawa yang dapat menetralkisir atau menyerap radikal bebas serta mencegah kerusakan yang ditimbulkan oleh radikal bebas terhadap sel normal, protein dan lemak (Murray, 2009). Radikal bebas merupakan atom atau molekul yang tidak stabil dan sangat reaktif, karena mengandung satu atau lebih elektron yang tidak berpasangan pada orbital terluarnya (Andayani, dkk., 2008). Antioksidan dapat diperoleh dari 2 sumber, yaitu antioksidan alami (antioksidan yang diperoleh dari hasil ekstraksi bahan alami) dan antoksidan sintetik (antioksidan yang diperoleh dari hasil sintesis reaksi kimia). Antioksidan sintetik seperti *butylated hydroxyanisole* (BHA), *butylated hydroxytoluene* (BHT), *propyl gallate* (PG), dan *tert-butylhydroquinone* (TBHQ) (Amarowicz, *et al.*, 2000).

Reaksi-reaksi radikal di dalam tubuh adalah penyebab berbagai keadaan suatu penyakit. Salah satunya adalah senyawa *reactive oxygen species* (ROS) merupakan kelompok oksigen reaktif bagian dari proses metabolisme. ROS adalah senyawa pengoksidasi turunan oksigen yang bersifat sangat reaktif yang terdiri dari kelompok radikal dan kelompok non radikal. Kelompok radikal bebas adalah radikal hidroksil ( $\cdot\text{OH}$ ). Pada saat produksi radikal bebas melebihi antioksidan pertahanan seluler maka dapat terjadi stres oksidatif (Sinaga, 2016).

Reaksi oksidasi yang menghasilkan senyawa radikal bebas ( $\cdot\text{OH}$ ) tanpa adanya kehadiran antioksidan, radikal bebas ini akan menyerang molekul-molekul lain di sekitarnya. Hasil reaksi dapat menghasilkan radikal bebas yang lain dan siap menyerang molekul lainnya, sehingga terbentuk reaksi berantai yang sangat membahayakan (Khaira, 2010). Namun dengan adanya antioksidan, radikal bebas akan membentuk molekul yang stabil dan tidak berbahaya. Karena senyawa antioksidan memiliki struktur molekul berupa gugus hidroksi yang dapat berperan sebagai pendonor H kepada molekul radikal bebas (Cahyana dan Pratiwi, 2015).

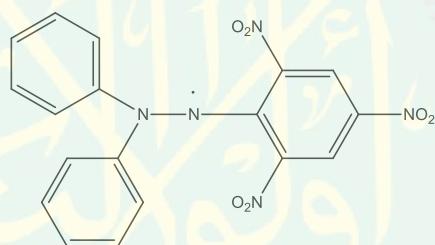
Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Khaira, 2010) :



Antioksidan cenderung bereaksi dengan radikal bebas terlebih dahulu daripada molekul yang lain, karena bersifat sangat mudah teroksidasi atau reduktor kuat (Khaira, 2010).

## 2.7 Uji Aktivitas Antioksidan dengan Menggunakan DPPH

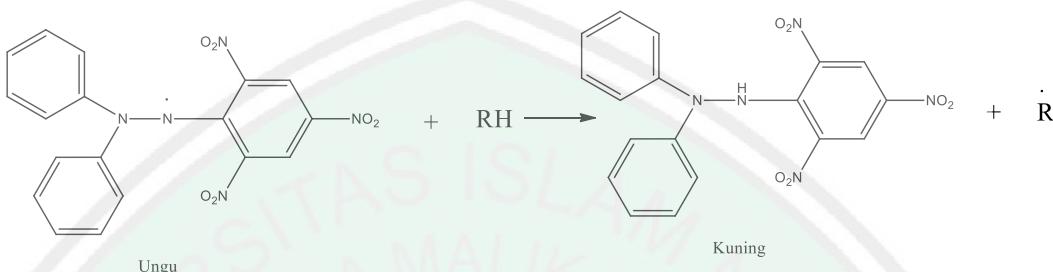
1,1-difenil-2-pikrilhidrazil (DPPH) merupakan radikal bebas yang stabil pada suhu kamar dan sering digunakan untuk mengevaluasi aktivitas antioksidan beberapa senyawa atau ekstrak bahan alam (Molyneux, 2004). Pada tahun 1922, Goldschmidt dan Renn menemukan senyawa berwarna ungu radikal bebas stabil DPPH yang tidak larut dalam air. DPPH dapat digunakan sebagai reagen kalorimetri untuk proses redoks (Ionita, 2003). Uji aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH akan bekerja maksimal dengan menggunakan pelarut metanol atau etanol. Karena kedua pelarut ini tidak akan mempengaruhi reaksi antara antioksidan dengan DPPH (Molyneux, 2004).



Gambar 2.6 Struktur radikal DPPH (Molyneux, 2004)

Prinsip pengukuran aktivitas antioksidan dengan metode DPPH secara kuantitatif adalah dengan melihat perubahan warna DPPH. Radikal bebas DPPH yang memiliki elektron tidak berpasangan akan memberikan warna ungu. Saat elektronnya berpasangan, warna akan berubah menjadi kuning. Perubahan intensitas warna terjadi karena adanya peredaman radikal bebas yang dihasilkan oleh berasiksinya molekul DPPH dengan atom hidrogen yang dilepaskan oleh molekul antioksidan sehingga terbentuk senyawa 1,1-difenil-2-pikrilhidrazin

(DPPH-H) dan menyebabkan terjadinya peluruhan warna DPPH dari ungu menjadi kuning (Rizkayanti, dkk., 2017). Reaksi antara antioksidan dengan molekul DPPH dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Reaksi Antara Antioksidan dan Molekul DPPH (Rizkayanti dkk, 2017)

Perubahan warna pada DPPH akan memberikan perubahan absorbansi pada panjang gelombang maksimum DPPH menggunakan spektrofotometer UV-Vis, sehingga akan diketahui nilai aktivitas peredaman radikal bebas yang dinyatakan dengan nilai  $IC_{50}$  (*Inhibitory concentration*) (Rizkayanti, dkk., 2017). Penentuan aktivitas antioksidan dilakukan melalui persen perhitungan sebagai berikut (Rahmadi dan Bohari, 2018) :

$$\text{Total antioksidan (\%)} = \frac{(\text{Absorbansi kontrol} - \text{Absorbansi DPPH sisa})}{\text{Absorbansi kontrol}} \times 100 \%$$

Aktivitas antioksidan dapat ditentukan dengan menggunakan parameter harga *Efficient Concentration* ( $EC_{50}$ ) atau *Inhibition Concentration* ( $IC_{50}$ ) yaitu konsentrasi suatu zat antioksidan yang dapat menyebabkan 50% DPPH kehilangan karakter radikal atau konsentrasi suatu zat antioksidan yang memberikan persen

penghambatan 50%. Zat yang memiliki aktivitas antioksidan tinggi, akan memiliki harga EC<sub>50</sub> atau IC<sub>50</sub> yang rendah (Brand-Williams, 1995). Jika suatu zat memiliki nilai IC<sub>50</sub> kurang dari 200 ppm, maka zat tersebut memiliki sifat antioksidan. Jika Nilai IC<sub>50</sub> berkisar antara 200-1000 ppm, maka zat tersebut kurang aktif namun masih berpotensi sebagai zat antioksidan (Molyneux, 2004).



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari-September 2020 di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR dilakukan di Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, karakterisasi GCMS dilakukan di Universitas Gadjah Mada, sedangkan karakterisasi  $^1\text{H-NMR}$  dilakukan di Institut Teknologi Bandung (ITB).

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah tabung reaksi, rak tabung reaksi, gelas arloji, spatula, pipet tetes, pipet volume 5 mL, pipet volume 10 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 10 mL, bola hisap, neraca analitik, beaker glass 100 mL, erlenmeyer 250 mL, spatula, pengaduk gelas, corong gelas, desikator, termometer 200 °C, oven, *Melting Point Apparatus* (MPA), pipa kapiler, seperangkat instrumen UV-Vis, FTIR, GCMS, dan  $^1\text{H-NMR}$ .

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang dipakai dalam penelitian ini adalah vanilin p.a. (Merck), *p*-anisidina p.a (Merck), NaOH 2M, etanol p.a., vitamin C, KBr, larutan DPPH, *butylated hydroxytoluene* (BHT), aluminium foil, plastik wrap, dan akuades

### 3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan, yakni sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina dengan metode pelarut air. Produk hasil sintesis dilakukan uji titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA), uji sifat kimia menggunakan NaOH 2M, karakterisasi produk dengan instrumen FTIR, GCMS, dan <sup>1</sup>HNMR, serta uji aktivitas antioksidan menggunakan DPPH. Analisis produk sintesis yang dihasilkan pada penelitian ini dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Secara kualitatif meliputi identifikasi dan uji aktivitas senyawa yang dihasilkan, sedangkan secara kuantitatif meliputi % hasil produk sintesis yang dihasilkan.

### 3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol dari vanilin dan *p*-anisidina (mol 1:1) menggunakan pelarut air.
2. Uji titik leleh produk sintesis menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA).
3. Uji sifat kimia produk sintesis menggunakan larutan NaOH 2M.
4. Karakterisasi produk sintesis menggunakan spektrofotometer FTIR.
5. Karakterisasi produk sintesis menggunakan GCMS.
6. Karakterisasi produk sintesis menggunakan spektrometer <sup>1</sup>HNMR.
7. Uji aktivitas antioksidan produk sintesis menggunakan metode DPPH.
8. Analisis data.

### **3.5 Cara Kerja**

#### **3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina (1:1) menggunakan Pelarut Air (Zarei dan Jarrahpour, 2011)**

*p*-Anisidina dihaluskan terlebih dahulu sampai terbentuk bubuk. *p*-Anisidina sebanyak 7,5 mmol (0,92 gram) dimasukkan kedalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan dengan vanilin sebanyak 7,5 mmol (1,14 gram). Selanjutnya ditambahkan 15 mL akuades dan di *stirrer* dengan kecepatan 450 rpm selama 30 menit pada suhu 30°C. Endapan kristal yang terbentuk disaring dengan menggunakan kertas saring, kemudian dikeringkan dalam desikator sampai didapat massa konstan minimum sebanyak 3 kali.

#### **3.5.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis menggunakan *Melting Point Apparatus***

Produk sintesis dimasukkan dalam pipa kapiler, kemudian dipasangkan pipa kapiler dan termometer dalam alat MPA. Selanjutnya alat MPA dinyalakan dan diatur suhu kenaikannya sampai 20 °C per menit. Setelah itu diturunkan suhunya menjadi 10 °C per menit. Jika suhu yang teramati sudah mendekati perkiraan titik leleh senyawa, maka kenaikan suhu diatur menjadi sebesar 1 °C per menit. Penentuan titik leleh produk sintesis dibuat dengan sistem *range* dimana titik bawah terukur sejak sampel pertama kali melebur dan titik atas terukur ketika sampel melebur sempurna. Perlakuan diulangi sebanyak 3 kali pada produk sintesis senyawa basa Schiff.

#### **3.5.3 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis menggunakan Larutan NaOH**

Produk sintesis sebanyak 0,002 gram dimasukkan dalam tabung reaksi yang berbeda. Kemudian, ditambahkan 2 mL akuades pada salah satu tabung reaksi.

Tabung reaksi yang lain ditambahkan NaOH 2M sebanyak 2 mL. Campuran dalam masing-masing tabung reaksi dikocok dan diamati perubahan yang terjadi.

### **3.5.4 Karakterisasi Produk Sintesis menggunakan Spektrofotometer FTIR (Adawiyah, 2017)**

Gugus fungsi produk sintesis diidentifikasi dengan spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000. Produk sintesis dicampur dengan KBr (2:98), kemudian digerus dalam mortar agate sampai homogen. Campuran ditekan sampai terbentuk pelet, selanjutnya pelet diletakkan pada *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ .

### **3.5.5 Karakterisasi produk sintesis menggunakan GCMS (Adawiyah, 2017)**

Sebanyak 5  $\mu\text{L}$  produk sintesis yang sudah dilarutkan dalam kloroforom dengan konsentrasi 30.000 ppm diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam injektor GCMS SHIMADZU QP-2010S dengan kondisi operasional sebagai berikut :

Jenis kolom	: Rtx 5
Panjang kolom	: 30 meter
Oven	: Terprogram $100^\circ\text{C}$ (5 menit) $\rightarrow 300^\circ\text{C}$ (15 menit)
Temperatur injektor	: $300^\circ\text{C}$
Tekanan gas	: 13,7 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,50 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium
Start <i>m/z</i>	: 28
End <i>m/z</i>	: 600

### **3.5.6 Karakterisasi Produk Sintesis menggunakan Spektrometer $^1\text{H}$ NMR**

**(Sing, et al., 2008)**

Spektra  $^1\text{H}$ -NMR diukur menggunakan NMR Agilent DD2 yang beroperasi pada 500 MHz dengan pelarut  $\text{CDCl}_3$ . Internal standar yang digunakan adalah TMS (tetrametil silan), sebagai pembanding nilai pergeseran kimia ditunjukkan dengan  $\delta$  ppm. Senyawa produk sintesis dilarutkan dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ , kemudian dimasukkan dalam tabung NMR sampai kedalaman 4,5 cm di dalam tabung. Setelah itu, dioperasikan alat hingga muncul signal  $^1\text{H}$ -NMR yang digambarkan dalam bentuk spektra hubungan antara pergeseran kimia (ppm) dengan intensitas.

### **3.5.7 Uji Aktivitas Antioksidan Produk Sintesis menggunakan Metode DPPH**

**(Mighfar, 2017)**

#### **3.5.7.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

Sebanyak 3 mL etanol pro analisis dimasukkan dalam tabung reaksi berskala 5 mL, kemudian ditambahkan 1 mL larutan DPPH 0,2 mM. Selanjutnya dicari nilai  $\lambda_{\text{maks}}$  larutan DPPH dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan dicatat hasil pengukuran  $\lambda_{\text{maks}}$  untuk digunakan pada tahap selanjutnya.

#### **3.5.7.2 Pengukuran Aktivitas Antioksidan**

Larutan kontrol 0 ppm dibuat dengan cara dimasukkan etanol pro analisis sebanyak 3 mL ke dalam tabung reaksi berskala 5 mL, kemudian ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL. Tabung reaksi ditutup menggunakan aluminium foil, kemudian diinkubasi pada suhu 37°C selama 30 menit. Setelah itu,

diukur absorbansi DPPH menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada  $\lambda_{\text{maks}}$  yang telah diketahui pada tahap sebelumnya.

Senyawa produk sintesis basa Schiff dibuat larutan stok 50 ppm dengan cara ditimbang 2,5 mg senyawa produk dan dilarutkan dalam pelarut etanol pro analisis sebanyak 50 mL. Kemudian larutan sampel dibuat variasi konsentrasi yaitu 5; 10; 15; 20; 25 dan 30 ppm. Setelah itu, disiapkan 6 tabung reaksi berskala 5 mL dan dimasukkan 3 mL larutan sampel dengan konsentrasi berbeda pada masing-masing tabung reaksi, kemudian ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL. Tabung reaksi ditutup menggunakan aluminium foil kemudian diinkubasi pada suhu 37°C selama 30 menit. Larutan sampel diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada  $\lambda_{\text{maks}}$  yang telah diketahui pada tahap sebelumnya. Setelah itu, data absorbansi yang diperoleh dari tiap konsentrasi dihitung nilai persen (%) aktivitas antioksidan dengan persamaan 3.1.

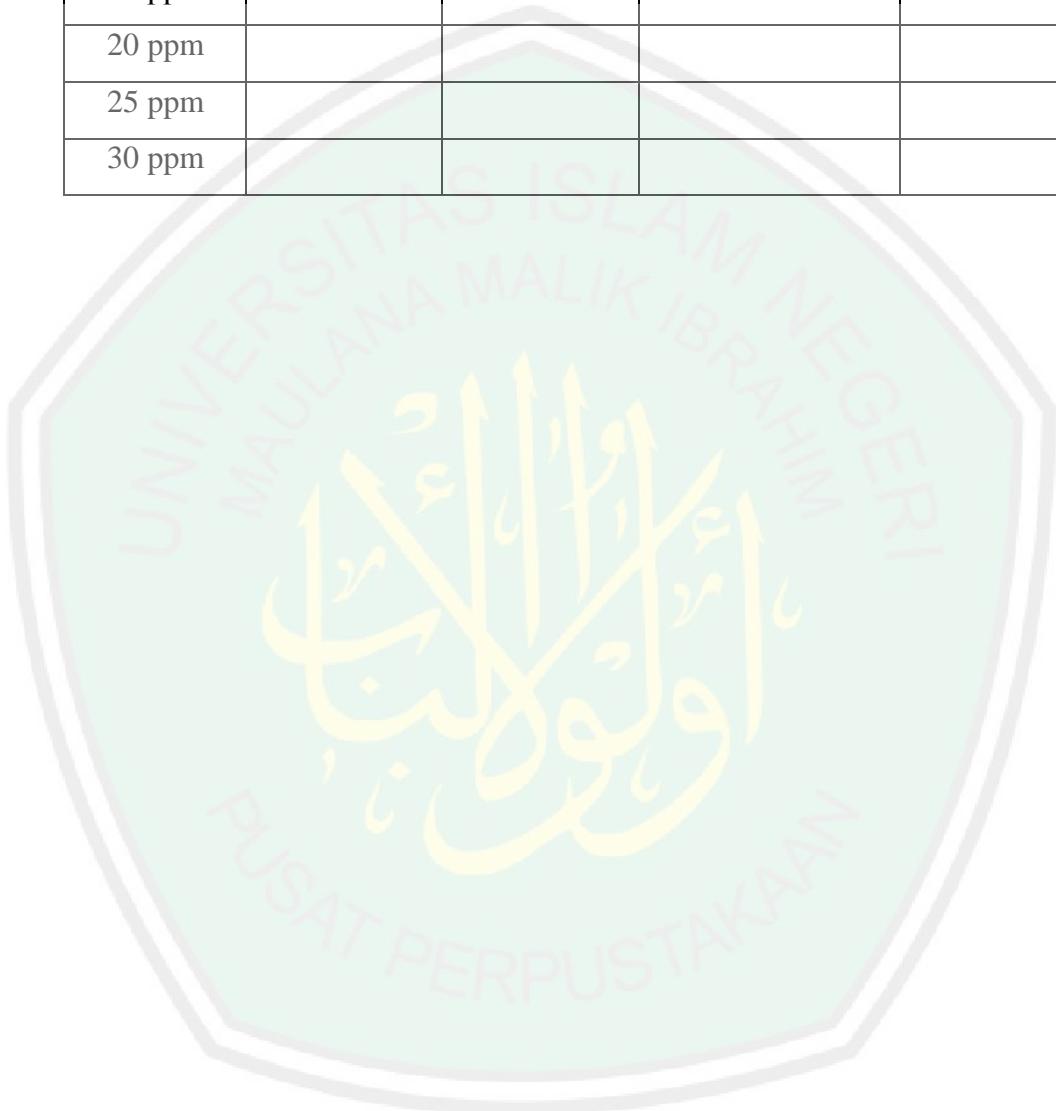
$$\% \text{ Aktivitas antioksidan} = \frac{\text{absorbansi kontrol} - \text{absorbansi DPPH sisa}}{\text{absorbansi kontrol}} \times 100\% \dots\dots(3.1)$$

Ditentukan aktivitas antioksidan senyawa pembanding berupa vanilin, vitamin C dan *butylated hydroxytoluene* (BHT) dengan perlakuan dan variasi konsentrasi yang sama dengan produk sintesis basa Schiff. Selanjutnya nilai % aktivitas antioksidan masing-masing senyawa dapat digunakan untuk mencari nilai EC<sub>50</sub>.

### 3.5.8 Analisis Data

1. Keberhasilan sintesis dilihat dari karakteristik produk sintesis yang diperoleh, yaitu berupa padatan berwarna abu-abu kehijauan, memiliki titik leleh 128-130 °C, larut sempurna ketika dilarutkan dengan NaOH 2M dalam air.
2. Karakteristik dengan FTIR menghasilkan serapan khas yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang 1500-1600 cm<sup>-1</sup> yang merupakan serapan gugus fungsi C=N. Karakterisasi produk lebih lanjut dilakukan dengan menggunakan GCMS. Dugaan senyawa produk sintesis dapat diketahui berdasarkan berat molekul dan pola fragmentasinya pada spektra massa. Senyawa produk basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol memiliki ion molekular dengan *m/z* 257. Selain itu, karakterisasi juga dilakukan dengan menggunakan instrumen <sup>1</sup>H-NMR yang menghasilkan sinyal khas pada pergeseran kimia ± 8,39 ppm yang merupakan sinyal dari gugus HC=N.
3. Nilai persen (%) aktivitas antioksidan yang diperoleh dari data absorbansi senyawa basa Schiff digunakan untuk menghitung nilai EC<sub>50</sub>. Penentuan nilai EC<sub>50</sub> menggunakan persamaan nonlinier pada program Graphpad Prism 7 dengan cara dibuat grafik hubungan antara log konsentrasi dengan persen (%) antioksidan. Kemudian nilai EC<sub>50</sub> senyawa basa Schiff dibandingkan dengan nilai EC<sub>50</sub> senyawa pembanding dengan perlakuan yang sama. Data yang dimasukkan pada program Graphpad Prism 7 adalah sebagai berikut :

Konsentrasi	Absorbansi Kontrol	Absorbansi Sampel	Sumbu y (% Aktivitas Antioksidan)	Sumbu x (log konsentrasi)
5 ppm				
10 ppm				
15 ppm				
20 ppm				
25 ppm				
30 ppm				



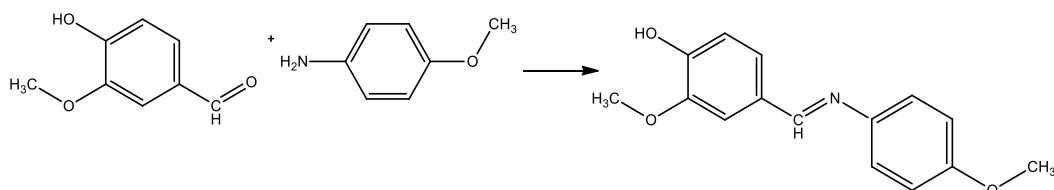
## BAB IV

### PEMBAHASAN

#### 4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol merupakan hasil sintesis dari vanilin dan *p*-anisidina dengan menggunakan pelarut air dan metode *stirrer*. Proses *stirrer* dilakukan dalam suhu ruang dalam waktu 30 menit, sehingga sedikit energi yang dibutuhkan. Proses *stirrer* dapat meningkatkan energi molekul, sehingga terjadi tumbukan dan produk reaksi dapat terbentuk. Sintesis dilakukan dengan menggunakan pelarut air sebanyak 15 mL bertujuan untuk mempermudah proses pengadukan dan mengurangi penggunaan pelarut organik yang dapat menghasilkan limbah yang berbahaya bagi lingkungan (Rao, *et al.*, 2010; Zarei dan Jarrahpour, 2011).

Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff melibatkan gugus fungsi  $\text{-C=O}$  pada vanilin yang diserang oleh gugus fungsi  $\text{-NH}_2$  pada *p*-anisidina sehingga membentuk ikatan  $\text{-C=N}$  yang disebut dengan gugus amina (Singh, *et al.*, 2008). Atom O pada gugus karbonil ( $\text{C=O}$ ) pada vanilin memiliki kemampuan menarik elektron, sehingga kerapatan elektron pada atom C berkurang dan lebih mudah diserang oleh nukleofil ( $\text{-NH}_2$ ) pada *p*-anisidina (Kumar, *et al.*, 2012). Gambar 4.1 menunjukkan persamaan reaksi yang terjadi antara vanilin dan *p*-anisidina.



Gambar 4.1 Persamaan reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan produk sintesis

Pengamatan	Vanilin	<i>p</i> -Anisidina	Produk Sintesis
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Putih	Hitam	Abu-Abu Kehijauan
Massa (gram)	1,14	0,92	1,8323
Randemen (%)	-	-	95,00 %
Titik lebur (°C)	80 °C	57 °C	128-130 °C

Produk hasil sintesis dilakukan karakterisasi secara fisik yang meliputi wujud, warna, randemen dan titik leburnya. Hasil sintesis yang diperoleh berwarna abu-abu kehijauan, hal yang sama juga dilakukan oleh Surur (2019) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina dengan pelarut air menghasilkan padatan yang berwarna abu-abu kehijauan. Tabel 4.1 menunjukkan hasil karakterisasi secara fisik reaktan serta senyawa hasil sintesis yang telah dilakukan. Karakter fisik dari produk sintesis berbeda dari reaktan yang digunakan, yaitu vanilin dan *p*-anisidina. Vanilin berbentuk padatan putih dan *p*-anisidina berbentuk padatan hitam. Selain itu, hasil uji pengujian titik lebur dari produk sintesis menunjukkan perbedaan yang signifikan dengan titik lebur reaktan. Produk sintesis memiliki titik lebur 128-130 °C, sedangkan vanilin memiliki titik lebur 80 °C dan *p*-anisidina memiliki titik lebur 57 °C. Berdasarkan perbedaan karakter fisik serta titik lebur hasil sintesis dan reaktan, dapat diduga bahwa telah terbentuk senyawa baru dalam produk sintesis.

#### 4.2 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis

Uji sifat kimia hasil sintesis bertujuan untuk mengetahui dugaan terbentuknya senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenoI berdasarkan kelarutannya dalam larutan NaOH. Pengujian yang dilakukan

melibatkan transfer proton berdasarkan prinsip reaksi asam basa Bronsted-Lowry. Produk sintesis dilarutkan masing-masing dalam akuades dan larutan NaOH 2M. Hasil uji menunjukkan produk sintesis sedikit larut dalam akuades dan larut sempurna dalam larutan NaOH 2M. Senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol bertindak sebagai asam dan NaOH bertindak sebagai basa. Sehingga reaksi antara asam dan basa menghasilkan garam dari produk sintesis yang dapat larut dalam air. Gambar 4.2 menunjukkan hasil uji sifat kimia produk sintesis dalam akuades dan larutan NaOH 2M.

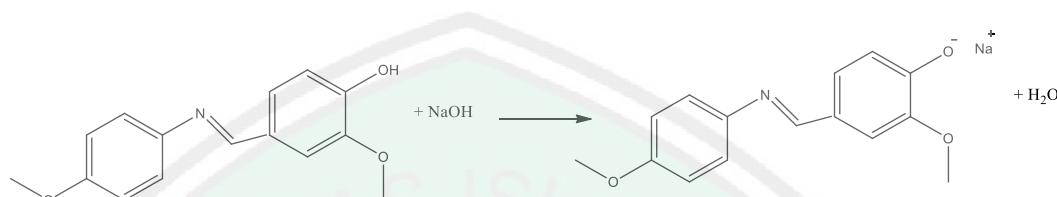


(a) (b)

Gambar 4.2 Kelarutan produk sintesis dalam (a) akuades dan (b) larutan NaOH

Produk sintesis yang dilarutkan dalam air, warnanya berubah menjadi kekuningan dan terdapat endapan. Sehingga menunjukkan bahwa produk sintesis sedikit larut dalam air. Ketika dimasukkan dalam larutan NaOH 2M, warna larutan berubah menjadi kuning dan endapan larut sempurna. Senyawa produk yang larut dalam larutan NaOH 2M menunjukkan bahwa terdapat gugus fenolat dalam produk sintesis. Senyawa fenolat adalah senyawa yang bersifat asam karena mudah melepaskan ion  $H^+$  dari gugus hidroksil (-OH) yang terikat pada cincin aromatik. Jika berinteraksi dengan senyawa yang bersifat basa, senyawa fenolat lebih mudah

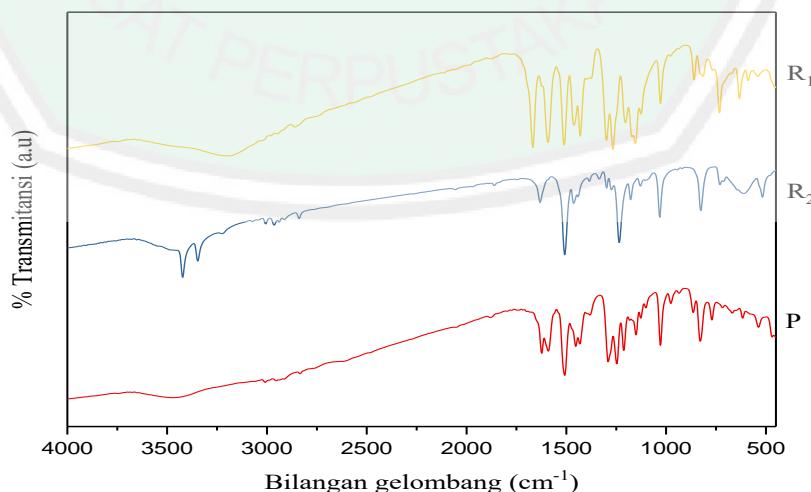
melepaskan ion  $H^+$  tersebut. Keberadaan ion  $OH^-$  pada NaOH akan menyerang ion  $H^+$  pada senyawa produk dan digantikan dengan ion  $Na^+$ , sehingga terbentuk suatu garam fenolat yang larut sempurna dalam air. Gambar 4.3 menunjukkan reaksi asam basa yang terjadi dalam produk sintesis.



Gambar 4.3 Reaksi senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan NaOH

#### 4.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Analisis menggunakan spektrofotometer FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol. Sehingga dapat diketahui adanya perbedaan gugus fungsi antara senyawa produk dengan reaktannya. Gambar 4.4 menunjukkan hasil spektra analisis FTIR dari reaktan dan produk sintesis.



Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR reaktan dan produk sintesis

Berdasarkan Gambar 4.4, spektra IR pada produk sintesis memiliki serapan gugus fungsi yang berbeda dengan spektra IR reaktan. Serapan khas senyawa target adalah serapan yang tajam dan kuat dari gugus imina ( $C=N$ ) pada bilangan gelombang  $1590\text{ cm}^{-1}$ . Hasil yang diperoleh mendekati hasil penelitian Singh., *et all* (2008) yang telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menghasilkan produk sintesis dengan serapan khas gugus fungsi  $C=N$  pada  $1588\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini menunjukkan kemungkinan bahwa senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol telah terbentuk. Serapan gugus fungsi yang lain dari senyawa produk ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Gugus fungsi dari spektra FTIR produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang Produk ( $\text{cm}^{-1}$ )	Rentang Pustaka ( $\text{cm}^{-1}$ )
$-\text{OH stretch}$	3466	4000-3200 (a)
$\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H stretch}$ aromatik	3009	3100-3000 (a)
$\text{C}_{\text{sp}3}\text{-H stretch}$ alifatik	2954	3000-2800 (a)
Overtone aromatik	2050-1878	2080-1750 (a)
$\text{C=C}$ aromatik	1623 dan 1508	1690-1620 dan 1520-1465 (a)
$-\text{C}=\text{N- stretch}$	1590	1588 (b)
$\text{Ph-O-C}$ asimetrik	1247	1275-1185 (a)
$\text{C-O stretch}$ fenol	1212	1300-1000 (a)
$\text{Ph-O-C}$ simetrik	1028	1160-1050 (a)
$\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H bend}$ aromatic	828	860-780 (a)

Keterangan : (a)Socrates, 2001

(b)Singh, *et all*, 2008

Hasil spektra IR produk sintesis dibandingkan dengan spektra IR reaktan untuk mengetahui keberhasilan sintesis yang telah dilakukan. Perbandingan serapan gugus fungsi antara reaktan dan produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Serapan gugus fungsi reaktan dan produk sintesis

Gugus fungsi	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )		
	Vanilin	<i>p</i> -Anisidina	Produk
$-\text{OH stretch}$	3206	-	3466
$-\text{C}=\text{N stretch}$	-	-	1590
$-\text{N-H}$	-	3423-3347	-
$-\text{C=O}$	1668	-	-

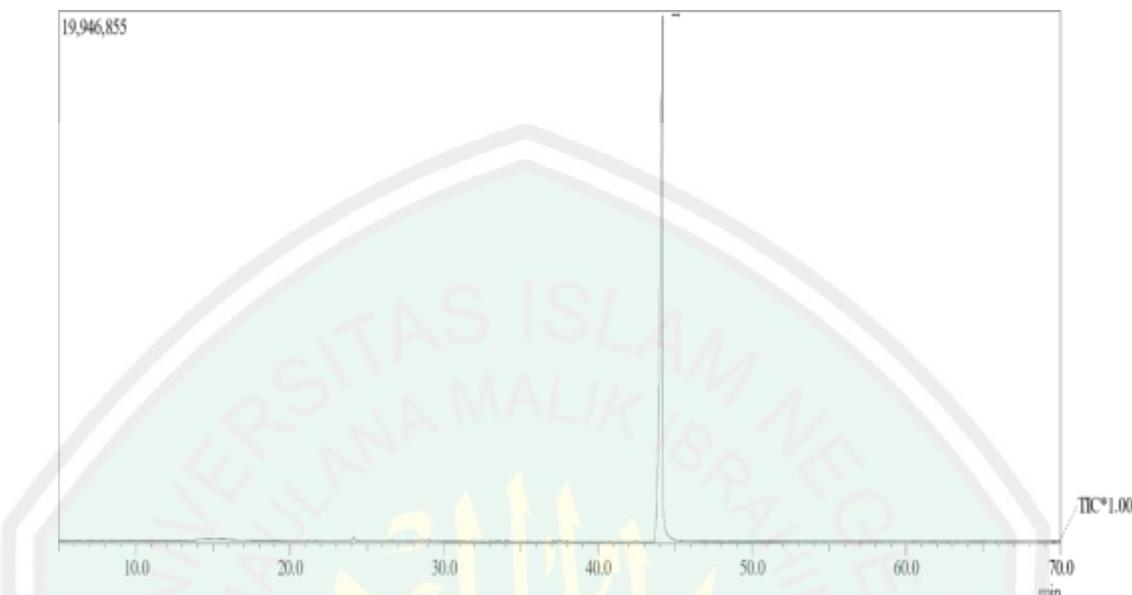
Tabel 4.3 menunjukkan serapan gugus fungsi produk sintesis berbeda dengan vanilin dan *p*-anisidina. Vanilin memiliki serapan -C=O yang kuat dan tajam pada daerah bilangan gelombang 1668 cm<sup>-1</sup>, sedangkan pada produk hasil sintesis tidak ditemukan gugus fungsi tersebut. Serapan pada bilangan gelombang 3206 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan gugus fungsi -OH yang ada pada vanilin, dan pada produk sintesis mengalami pergeseran serapan ke arah bilangan gelombang yang lebih besar, yakni pada bilangan gelombang 3466 cm<sup>-1</sup>. Pergeseran serapan gugus fungsi -OH dimungkinkan karena gugus -OH yang ada pada produk sintesis terikat pada senyawa aromatis dengan sistem terkonjugasi yang lebih panjang daripada gugus -OH yang terikat pada vanilin. Sehingga ikatan -OH yang ada pada produk sintesis lebih pendek dan kaku daripada ikatan -OH yang ada pada vanilin. Hal inilah yang menyebabkan energi vibrasi gugus -OH pada produk sintesis lebih besar daripada energi vibrasi -OH pada vanilin. Pada spektra *p*-anisidina terdapat serapan gugus fungsi -N-H pada bilangan gelombang 3423-3347 cm<sup>-1</sup>, sedangkan serapan gugus fungsi -N-H tidak muncul pada spektra produk sintesis. Hal ini dikarenakan ikatan -N-H pada *p*-anisidina putus dan berikatan dengan karbonil dari vanilin untuk membentuk ikatan imina yang ada pada produk sintesis, dengan serapan gugus imina yang muncul pada bilangan gelombang 1590 cm<sup>-1</sup>.

#### 4.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan GC-MS

Karakterisasi produk sintesis dengan menggunakan GC-MS berfungsi untuk mengetahui jumlah senyawa dan berat molekul senyawa dalam produk. Jumlah senyawa dilihat dari banyaknya puncak GC, sedangkan berat molekul dilihat dari nilai *m/z* ion molekularnya pada spektra massa. Struktur senyawa dapat

ditetukan berdasarkan pola fragmentasi dari spektra massa yang dihasilkan.

Gambar 4.5 menunjukkan hasil kromatogram dari produk sintesis.



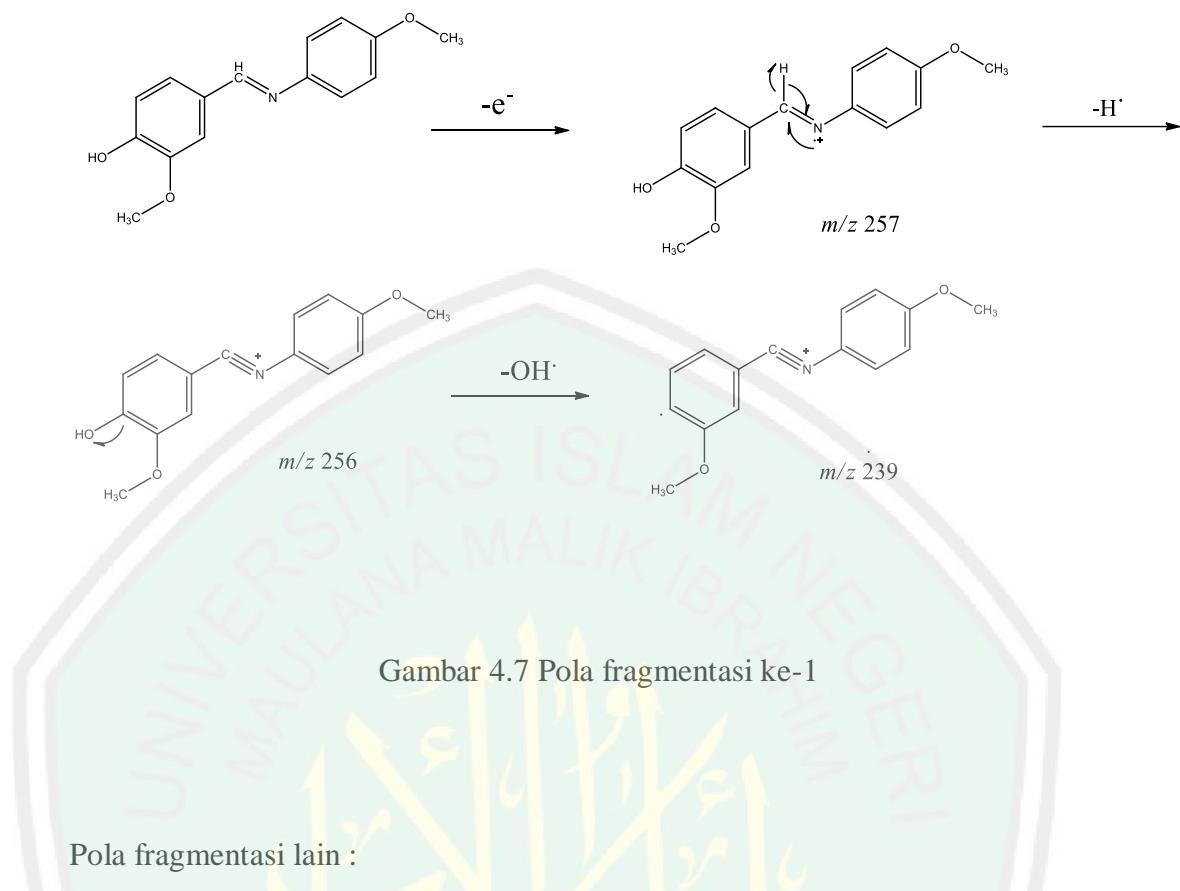
Gambar 4.5 Kromatogram hasil karakterisasi GCMS produk sintesis

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa hasil kromatogram terdiri dari 1 puncak dengan waktu retensi 44,171 menit dengan % luas area sebesar 100. Hasil analisis puncak dengan spektrometer massa ditunjukkan pada Gambar 4.6.

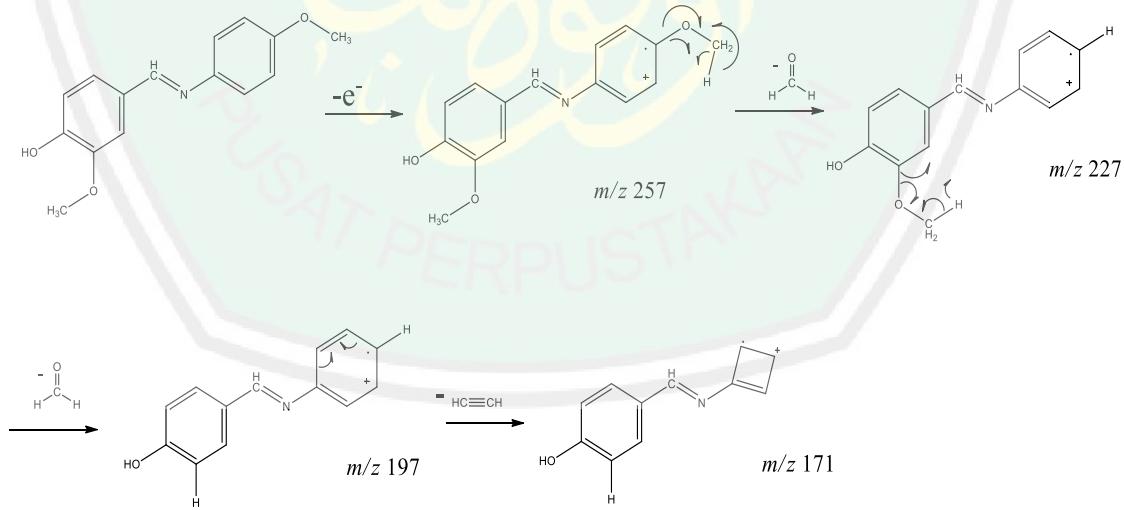


Gambar 4.6 Spektra massa

Spektra massa pada gambar 4.6 menunjukkan bahwa nilai  $m/z$  257 dengan kelimpahan 100% adalah ion molekuler dan *base peak*, sehingga diduga bahwa puncak yang terbentuk adalah senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol, karena sesuai dengan berat molekulnya. Perkiraan pola fragmentasi senyawa target ditunjukkan pada Gambar 4.7.

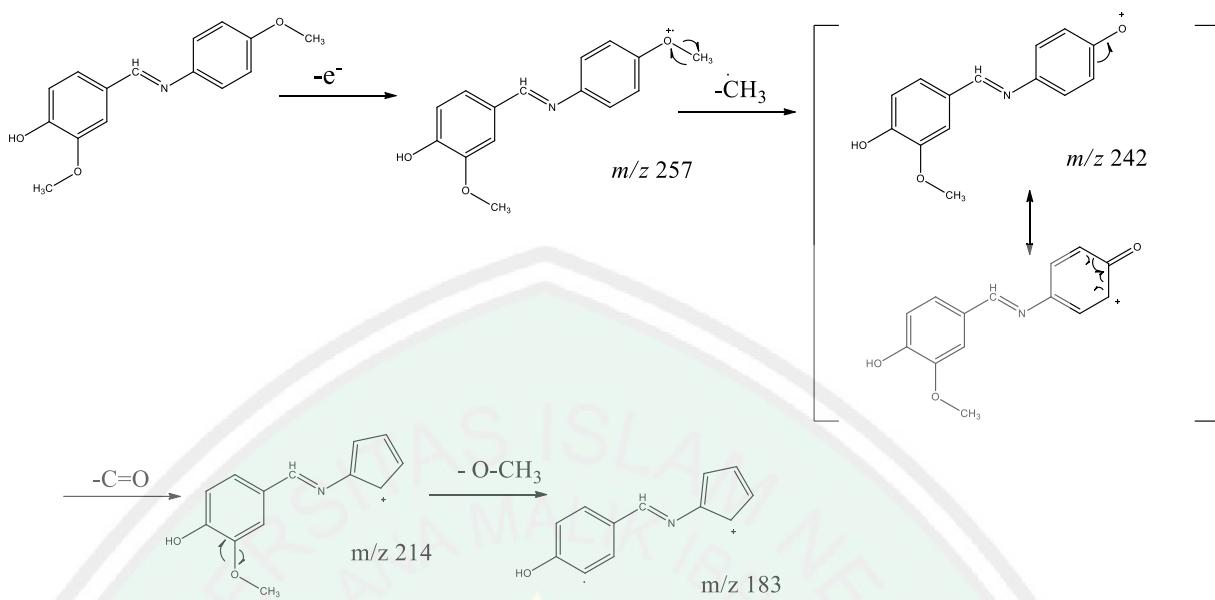


Pola fragmentasi lain :



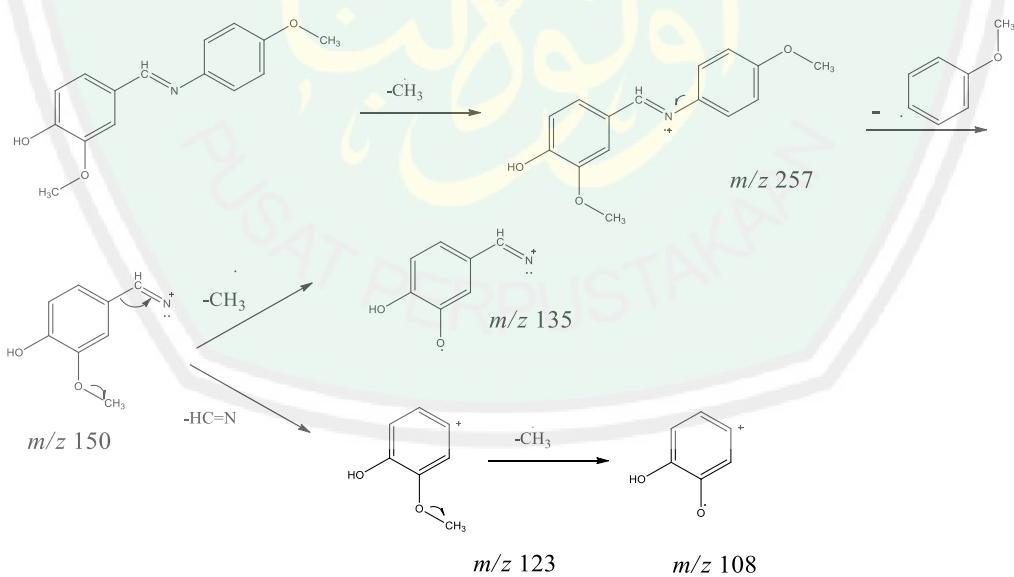
Gambar 4.8 Pola fragmentasi ke-2

Pola fragmentasi lain :



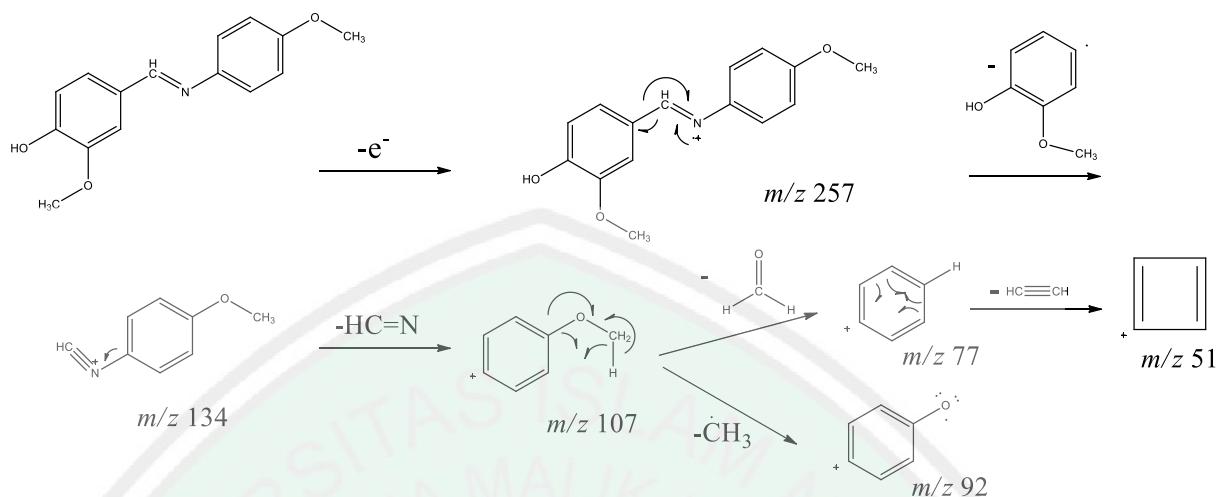
Gambar 4.9 Pola fragmentasi ke-3

Pola fragmentasi lain :



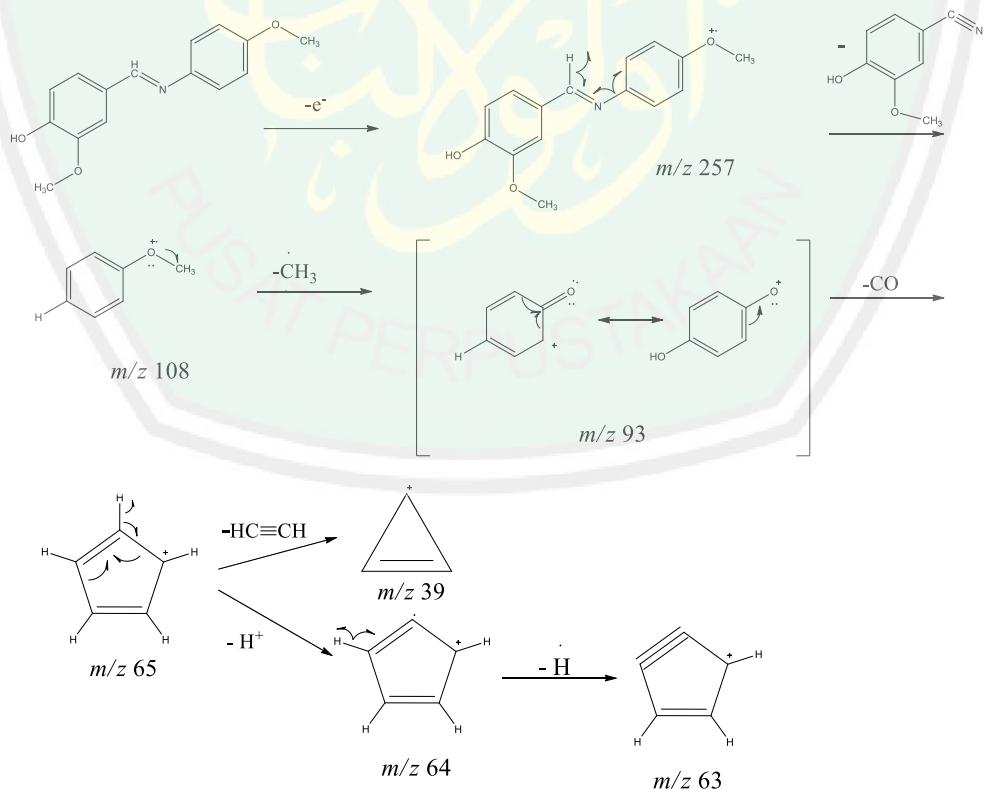
Gambar 4.10 Pola fragmentasi ke-4

Pola fragmentasi lain :



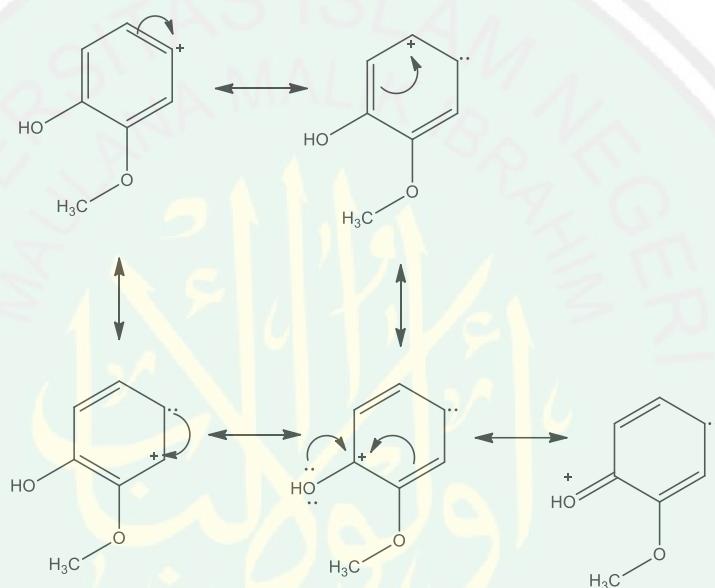
Gambar 4.11 Pola fragmentasi ke-5

Pola fragmentasi lain:



Gambar 4.12 Pola fragmentasi ke-6

Ion molekuler dengan nilai  $m/z$  tinggi merupakan *base peak* senyawa, artinya ion ini merupakan ion yang paling banyak terbentuk atau ion yang paling stabil. Selain  $m/z$  257, fragmen dengan kelimpahan tinggi adalah  $m/z$  123. Fragmen ini terdapat carbokation sekunder yang terkonjugasi dengan ikatan rangkap, sehingga kestabilannya tinggi. Struktur resonansi fragmen dengan  $m/z$  123 ditunjukkan pada Gambar 4.13.



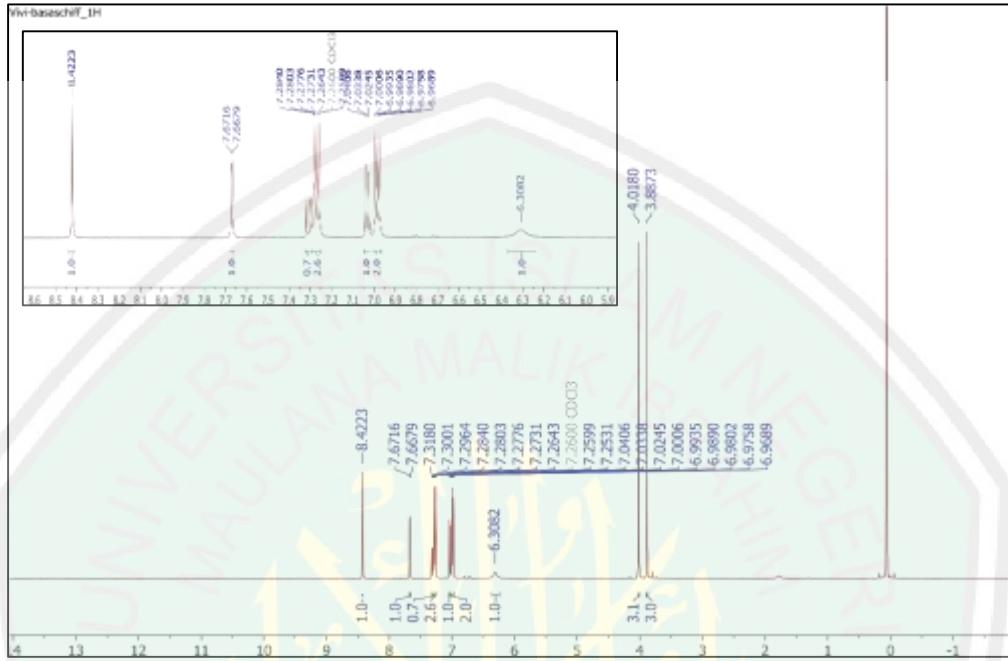
Gambar 4.13 Struktur resonansi fragmen dengan  $m/z$  123

#### 4.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopii H-NMR

Karakterisasi menggunakan  $^1\text{H}\text{NMR}$  bertujuan untuk mengetahui gambaran jenis atom hidrogen dalam molekul produk sintesis. Spektrum  $^1\text{H}\text{NMR}$  dapat memberikan informasi yang berhubungan dengan pergeseran kimia proton, jumlah proton dan bentuk sinyal. Pelarut yang digunakan untuk analisis produk sintesis adalah  $\text{CDCl}_3$ . Hasil spektrum  $^1\text{H}\text{NMR}$  produk sintesis ditunjukkan pada Gambar

4.14, sedangkan interpretasi sinyal-sinyal proton yang muncul terdapat dalam

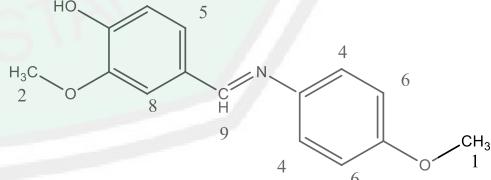
Tabel 4.4.



Gambar 4.14 Spektrum <sup>1</sup>HNMR produk sintesis

Tabel 4.4 Interpretasi spektrum <sup>1</sup>HNMR produk sintesis

Posisi H	$\delta$ (ppm)	Bentuk Sinyal	Jumlah Proton	Struktur Senyawa
1	3,88	s	3H	
2	4,01	s	3H	
3	6,31	s	1H	
4	6,97-6,99	d	2H	
5	7,02-7,04	d	1H	
6	7,25-7,26	d	2H	
7	7,31	d	1H	
8	7,67	s	1H	
9	8,42	s	1H	

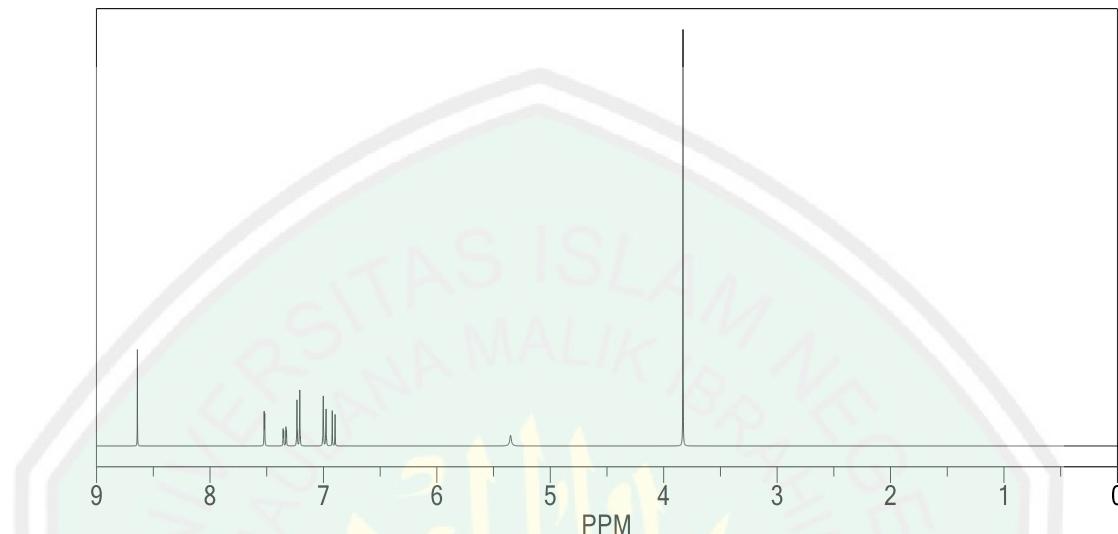


Keterangan :

s = singlet

d = doublet

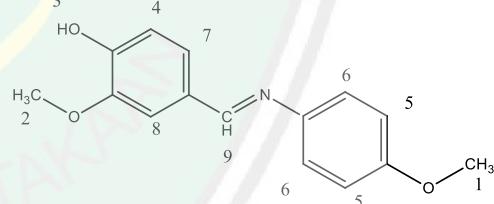
Hasil spektrum  $^1\text{H}$ NMR produk sintesis dibandingkan dengan hasil analisis secara teoritis menggunakan aplikasi ChemDraw ditunjukkan pada Gambar 4.15, sedangkan interpretasi sinyal-sinyal proton yang muncul terdapat dalam Tabel. 4.5.



Gambar 4.15 Spektrum  $^1\text{H}$ NMR produk sintesis menggunakan ChemDraw

Tabel 4.5 Interpretasi spektrum  $^1\text{H}$ NMR produk sintesis menggunakan ChemDraw

Posisi H	$\delta$ (ppm)	Bentuk Sinyal	Jumlah Proton	Struktur Senyawa
1	3,83	s	3H	
2	3,83	s	3H	
3	5,35	s	1H	
4	6,91	d	1H	
5	6,99	d	2H	
6	7,22	d	2H	
7	7,34	d	1H	
8	7,52	s	1H	
9	8,64	s	1H	



Keterangan :

s = singlet

d = doublet

Data yang diperoleh dari spektrum  $^1\text{H}$ NMR berdasarkan Tabel 4.4 menunjukkan pergeseran kimia yang hampir sama dengan hasil teoritis menggunakan ChemDraw pada Tabel 4.5. Pergeseran kimia berfungsi untuk

menunjukkan posisi proton pada sampel yang diuji. Terdapat beberapa proton yang ekuivalen karena memiliki lingkungan kimia yang sama, sehingga memiliki pergeseran kimia yang sama pula. Berdasarkan hasil yang diperoleh, menunjukkan adanya dua sinyal proton metoksi (-OCH<sub>3</sub>) pada pergeseran kimia 3,88 ppm (3H, *s*) dan 4,01 ppm (3H, *s*). Sinyal proton hidroksi (-OH) muncul pada pergeseran kimia 6,31 ppm (1H, *s*). Selain itu muncul beberapa sinyal proton aromatis pada pergeseran kimia 6,97-6,99 ppm (2H, *d*); 7,02-7,04 (1H, *d*), 7,25-7,26 ppm (2H, *d*), 7,3 ppm (1H, *d*); dan 7,67 ppm (1H, *s*). Kemudian munculnya satu sinyal proton yang diduga sinyal proton imina (-CH=N) pada pergeseran kimia 8,42 ppm (1H, *s*). Adanya pengaruh ikatan kovalen phi, pengaruh cincin aromatik dan keelektronegatifan atom/gugus tetangga menyebabkan berkurangnya kerapatan elektron, sehingga mudah dipengaruhi oleh medan maget internal, hal ini menyebabkan proton imina memiliki pergeseran kimia yang paling besar dalam senyawa target.

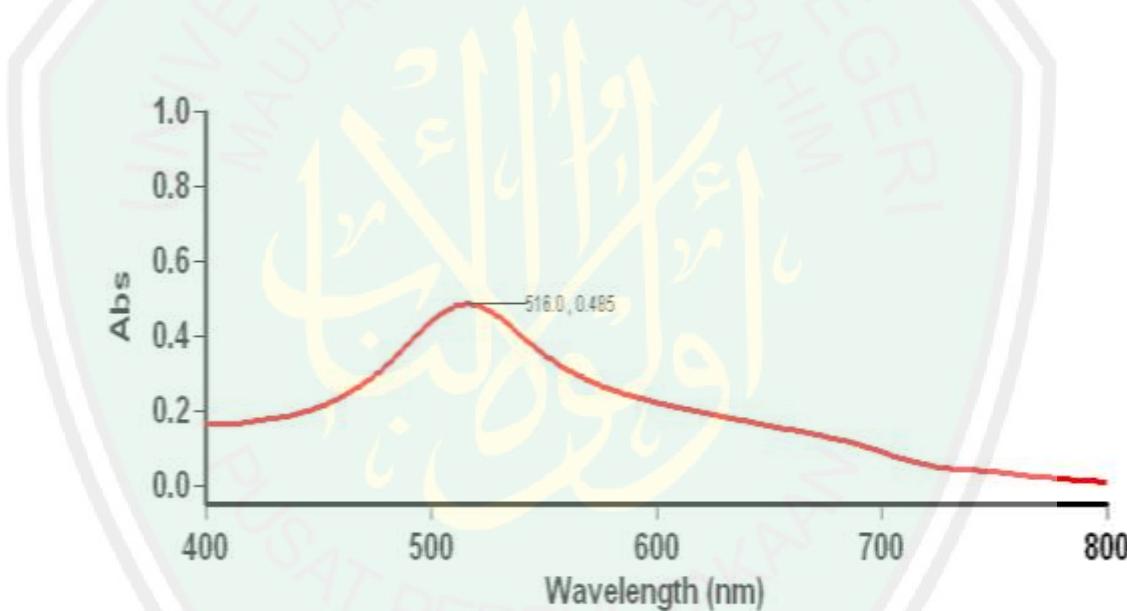
Berdasarkan data spektrum IR dan <sup>1</sup>HNMR yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa produk sintesis merupakan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan inti aromatis yang memiliki substitusi gugus metoksi. Selain itu, data GCMS yang diperoleh juga menunjukkan berat molekul yang sesuai dengan senyawa target.

#### **4.6 Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol menggunakan Metode DPPH**

##### **4.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

Langkah awal dalam melakukan uji antioksidan adalah penentuan panjang gelombang maksimum senyawa DPPH. Panjang gelombang dapat ditentukan

dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis sehingga dapat diketahui panjang gelombang yang memiliki absorbansi maksimum. Menurut Rohman dan Ganjar (2007) panjang gelombang maksimum dapat digunakan untuk tahap selanjutnya sebagai acuan pengukuran sampel, sehingga kepekaannya lebih maksimal dan kesalahan akibat pengukuran lebih kecil. DPPH memiliki serapan kuat pada panjang gelombang 515-520 nm dengan memberikan warna violet gelap seperti  $\text{KMnO}_4$  dalam pelarut etanol (molyneux, 2004). Berdasarkan hasil yang diperoleh, panjang gelombang maksimal larutan DPPH adalah sebesar 516,0 nm. Hasil spektra UV-Vis larutan DPPH ditunjukan pada gambar 4.16.

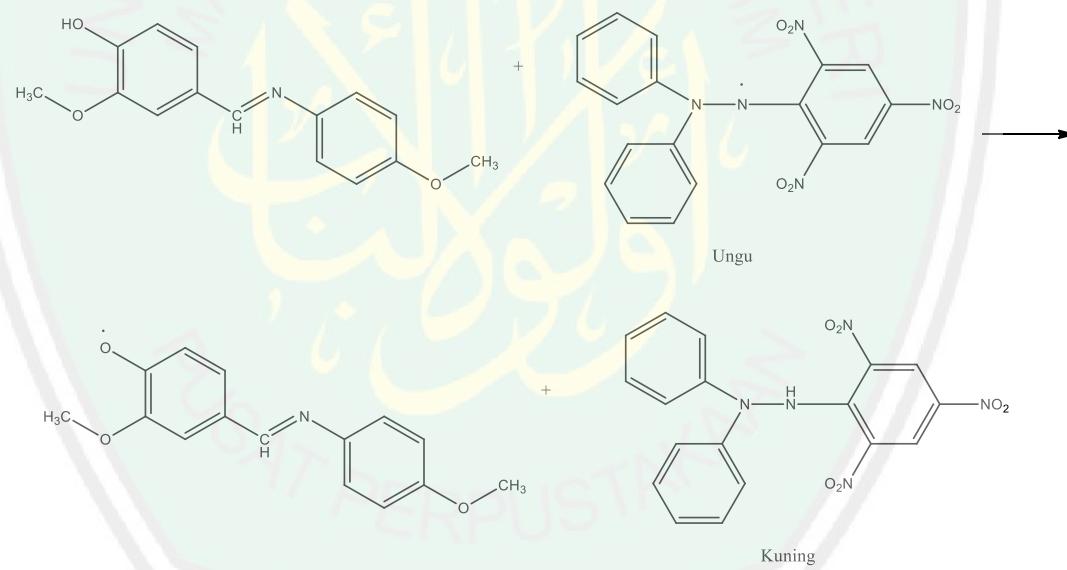


Gambar 4.16 Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum DPPH

#### 4.6.2 Pengukuran Antivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol

Uji aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dilakukan dengan menggunakan metode DPPH.

Prinsip metode DPPH adalah pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang telah ditetapkan pada tahap sebelumnya, sehingga diperoleh absorbansi dari radikal DPPH yang mengalami penurunan akibat adanya senyawa antioksidan. Reaksi antara senyawa antioksidan dengan DPPH menghasilkan DPPH sisa yang tidak bereaksi dengan senyawa antioksidan. DPPH sisa inilah yang terukur absorbansinya oleh spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 516 nm yang diperoleh dari penentuan panjang gelombang maksimum dari tahap sebelumnya. Reaksi antara senyawa uji dengan radikal DPPH ditunjukkan pada Gambar 4.17.



Gambar 4.17 Reaksi senyawa basa Schiff dengan radikal DPPH

Reaksi antara senyawa basa Schiff dan DPPH merupakan reaksi reduksi oksidasi (redoks), dimana senyawa basa Schiff bertindak sebagai reduktor yang menyumbangkan atom hidrogen kepada radikal DPPH. Menurut Molyneux (2004),

larutan DPPH yang dicampurkan dengan senyawa antioksidan, akan menghasilkan bentuk reduksi dari DPPH dan berkurangnya warna ungu. Pengukuran aktivitas antioksidan pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan variasi konsentrasi sampel. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi, nilai absorbansi yang dihasilkan semakin kecil sehingga aktivitas antioksidannya semakin besar.

Parameter aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff dinyatakan dengan persen (%) aktivitas antioksidan yang menunjukkan kemampuan sampel dalam menghambat radikal DPPH. Nilai persen aktivitas antioksidan yang diperoleh, digunakan untuk menghitung nilai EC<sub>50</sub> sampel. Semakin kecil nilai EC<sub>50</sub> menunjukkan semakin tinggi aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff sebagai penghambat radikal bebas. Hasil persen aktivitas antioksidan sampel basa Schiff ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Nilai persen aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	Aktivitas Antioksidan (%)
5	36,58
10	45,90
15	57,52
20	64,29
25	67,99
30	71,21

Aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dibandingkan dengan senyawa pembanding yaitu vanilin, BHT dan vitamin C memiliki kesamaan dapat mendonorkan atom hidrogen kepada radikal bebas. Perbandingan ini bertujuan untuk mengetahui seberapa besar

potensi antioksidan yang dimiliki senyawa basa Schiff. Nilai EC<sub>50</sub> dari senyawa uji dan senyawa pembanding ditunjukkan pada Tabel 4.7.

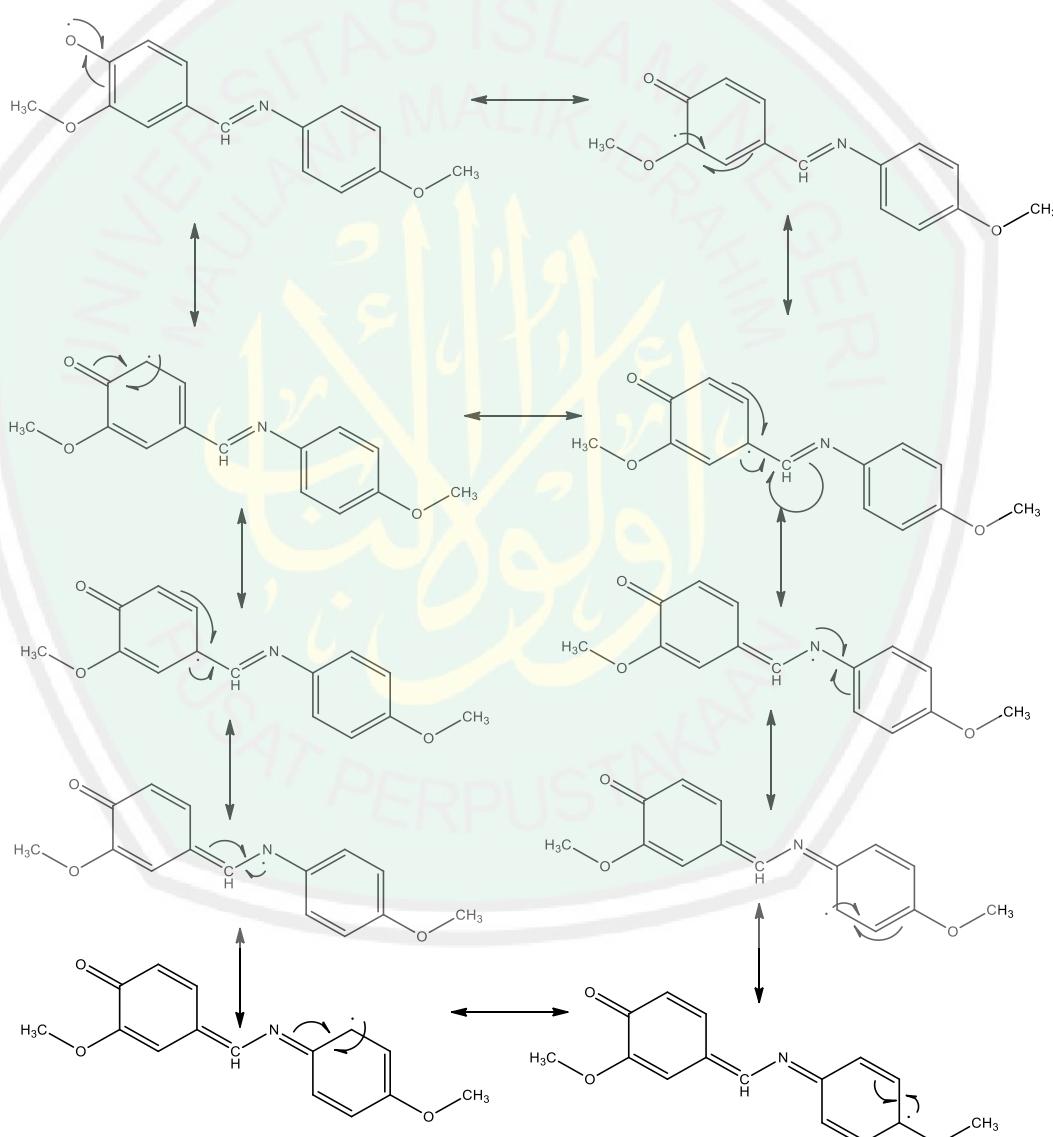
Tabel 4.7 Nilai EC<sub>50</sub> senyawa basa Schiff dan senyawa pembanding

No.	Sampel	EC <sub>50</sub> (ppm)
1	2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol	10,46
2	Vanilin	1388
3	BHT	10,88
4	Vitamin C (Asam Askorbat)	3,59

Kemampuan antioksidan yang dimiliki senyawa basa Schiff memiliki nilai EC<sub>50</sub> hampir sama dengan senyawa BHT, dimana senyawa BHT juga merupakan antioksidan sintetik. Williams.,*et all* (1995) melakukan penelitian aktivitas antiradikal dari berbagai senyawa antioksidan menggunakan DPPH. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa senyawa BHT memiliki aktivitas antioksidan tinggi. Berdasarkan struktur senyawanya, BHT dapat mereduksi 2 atau lebih molekul DPPH, meskipun hanya memiliki 1 gugus hidroksil. Adanya gugus *t*-butil menyebabkan struktur senyawa BHT sterik, sehingga mudah melepas H<sup>+</sup> pada gugus -OH.

Sedangkan senyawa basa Schiff memiliki sistem konjugasi, gugus imina dan cincin aromatik yang saling bersinergi satu sama lain untuk membentuk radikal yang stabil. Adanya gugus -OH pada senyawa basa Schiff dapat mendonorkan proton pada senyawa radikal, sehingga menjadi lebih stabil. Sebaliknya, senyawa basa Schiff menjadi radikal yang distabilkan oleh resonansi struktur konjugasi panjangnya. Senyawa basa Schiff memiliki gugus -OH pada posisi para, sehingga tidak menyebabkan ikatan hidrogen intramolekul antara gugus -OH dengan gugus imina. Oleh karena itu, kemampuan untuk melepas H radikal lebih mudah (Muchson, 2013). Larutan DPPH yang menerima atom hidrogen akan berubah

warna dari ungu menjadi kuning. Perubahan warna terjadi karena radikal DPPH direduksi menjadi 1,1-difenil-2-pikrilhidrazin (DPPH-H) (Molyneux, 2004). Senyawa basa Schiff memiliki nilai EC<sub>50</sub> sebesar 10,46 ppm, sehingga berpotensi sebagai antioksidan. Adapun resonansi dari radikal senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol ditunjukkan pada Gambar 4.18.



Gambar 4.18 Struktur resonansi radikal senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((metoksifenilimino)-metil)fenol

#### **4.7 Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol dalam Perspektif Islam**

Pengolahan sumber daya alam dengan menjamin pemanfaatan dan kelestarian lingkungan adalah kegiatan melindungi lingkungan dari pencemaran dan kerusakan. Untuk mendapatkan senyawa baru sesuai dengan yang diinginkan, maka perlu dilakukan sintesis. Pelestarian lingkungan dapat dilakukan dengan cara sintesis menggunakan metode *green synthesis*. Sebagai contoh dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan pelarut air menggunakan metode *stirrer*. Penggunaan pelarut air dapat mengurangi penggunaan bahan kimia yang dapat menambah terbentuknya limbah kimia yang berbahaya bagi lingkungan. Sebagaimana peringatan Allah SWT agar manusia tidak berbuat kerusakan lingkungan dalam surat Ar-Rum ayat 41 :

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ إِمَّا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذْيِقُهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ [الروم: 41]

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

Kata **فساد** secara bahasa bermakna kerusakan yang telah terjadi. Tafsir al-Maraghi (1974) menjelaskan bahwa ayat ini menunjukkan bahwa timbulnya kerusakan di muka bumi sebagai akibat dari perbuatan tangan manusia sendiri. Hal itu tiada lain karena akibat dari apa yang dilakukan oleh umat manusia berupa kezaliman, lenyapnya perasaan dari pengawasan Yang Maha Pencipta. Karena

tidak ada lagi kesadaran yang timbul dari dalam diri mereka, maka Allah merasakan kepada mereka balasan dari apa yang telah mereka perbuat. Darat dan laut telah mengalami kerusakan, ketidakseimbangan serta kekurangan manfaat. Laut tercemar sehingga ikan mati dan hasil laut berkurang. Daratan semakin panas, sehingga terjadi kemarau panjang. Oleh karena itu, keseimbangan alam menjadi kacau. Maka dapat disimpulkan bahwa perbuatan buruk, akan mendapatkan pembalasan yang buruk pula. Seluruh umat manusia di muka bumi, mempunyai hak yang sama dalam memanfaatkan dan menjaga kelestarian alam dengan kemampuan seoptimal mungkin.

Produk sintesis yang diperoleh dalam penelitian ini adalah senyawa 2-metoksi-4((4-metoksifenilimino)-metil)fenol. Hasil uji aktivitas antioksidan menunjukkan bahwa senyawa basa Schiff berpotensi sebagai senyawa antioksidan. Sebagaimana firman Allah SWT yang menjelaskan bahwa segala sesuatu ciptaan Allah SWT tidak sia-sia, melainkan ada hikmah dari penciptaan tersebut dalam surat Shaad ayat 27 :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بِاطِّلَالٍ ذَلِكَ ظُنُونُ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا  
 [من النار : 27]

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

Tafsir Al-Maraghi (1974) menjelaskan ayat ini dalam tafsirnya bahwa Allah SWT menciptakan langit dan segala isinya berupa perhiasan dan barang-barang yang bermanfaat bagi manusia. Allah SWT menciptakan itu semua memuat hikmah dan

rahasia yang sangat berguna bagi manusia, supaya melakukan ketaatan dan memtuhi perintah serta larangan Allah SWT. Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa basa Schiff mempunyai aktivitas sebagai antioksidan untuk diaplikasikan sebagai obat. Petunjuk untuk menggunakan obat telah dianjurkan Rasulullah SAW dalam sabdanya :

إِنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ الدَّاءَ وَالدُّوَاءَ وَجَعَلَ لِكُلِّ دَاءٍ دَوَاءً فَتَدَاوُفُوا وَلَا تَدَاوُفُوا بِحِرَامٍ

Artinya : “Sesungguhnya Allah telah menurunkan penyakit dan obatnya, demikian pula Allah menjadikan bagi setiap penyakit ada obatnya. Maka berobatlah kalian dan janganlah berobat dengan yang haram” (HR. Abu Dawud).

Hadits ini menunjukkan bahwa Allah SWT tidak akan menurunkan penyakit kecuali Dia turunkan pula obatnya. Rasulullah SAW memerintahkan kepada umatnya agar segera berobat ketika terserang penyakit. Setiap orang tidak boleh membiarkan tubuhnya menjadi sasaran penyakit hingga kematian merenggutnya. Namun obat yang digunakan sebagai penawar hendaknya tidak bersifat haram, karena begitu banyak dosa dan kemudharatan yang dihasilkan dari barang yang haram, serta semua yang dilakukan manusia akan dimintai pertanggungjawabannya oleh Allah SWT (Al-Najjar, 2007).

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

1. Produk hasil sintesis memiliki karakter fisik berupa padatan berwarna abu-abu kehijauan dengan titik leleh 128-130 °C. Hasil spektra FTIR menunjukkan adanya serapan khas gugus imina (-HC=N-) pada bilangan gelombang 1590 cm<sup>-1</sup>. Hasil GCMS menunjukkan adanya puncak pada waktu retensi 44,171 menit dengan kemurnian 100% dan ion molekular *m/z* 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol. Karakterisasi <sup>1</sup>HNMR produk sintesis menunjukkan adanya 9 lingkungan kimia sesuai dengan karakter <sup>1</sup>HNMR senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol, didukung dengan adanya sinyal khas *singlet* proton imina pada pergeseran kimia 8,42 ppm (1H, *s*).
2. Aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol dengan metode 1,1-difenil-2-pikrilhidrazil (DPPH) memiliki nilai EC<sub>50</sub> sebesar 10,46 ppm.

#### 5.2 Saran

1. Perlu dilakukan identifikasi senyawa basa Schiff lebih lengkap untuk mengetahui tingkat keberhasilan hasil sintesis yang diperoleh, seperti menggunakan spektrometer <sup>13</sup>C-NMR.
2. Perlu dilakukan uji aktivitas lainnya untuk mengetahui potensi lain dari senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)-metil)fenol karena memiliki nilai EC<sub>50</sub> dan kemurnian yang tinggi.

## 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.
- Al-Maraghi, A. M. 1974. *Tafsir al-maraghi*. Semarang: CV. Toha Putra Semarang.
- Al-Najjar, Zaghlul Raghib. 2007. Buku Pintar Sains dalam Hadis. Jakarta: Penerbit Zaman
- Amarowicz, R., M. Naczk, dan F. Shahidi. 2000. Antioxidant Activity of Crude Tannins of Canola and Rapeseed Hulls. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 77, no. 9
- Andayani, R., Mainumah, Lisnawati,L. 2008. Penentuan Aktivitas Antioksidan, Kadar Fenolat Total dan likopen pada Buah Tomat (*Solanum lycopersicum L.*). *Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi*. Vol.13, No.1.
- Aspi, Bara'allo, M., Lapanporo, B. 2013. Analisis Data Spektrum Spektroskopi FT-IR untuk Menentukan Tingkat Oksidasi Polianilin. *Prisma Fisika*. Vol.1. No.2
- Ay, E. 2016. Synthesis and Characterization of Schiff Base 1-Amino-4-Methylpiperazine Derivatives. *CBU j.of Sci.* Vol. 12. No. 3
- Bader, Nabil,R. 2010. Applications Of Schiff's Bases Chelates In Quantitative Analysis : A Review. *Rasayan J. Chem.* Vol.3. No.4
- Bath, M.,Belegali., Muralim., Amruthesh. 2014. Synthesis, Characterization and Biological activities of Hydrazide Schiff's Bases. *IJCPS*. Vol. 3, No.6
- Bendale, Atul R., Rohit, B., Akhil, N., Anil G Jadhav, dan G Vidyasagar. 2011. Schiff Base Synthesis by Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*.Vol.3, No. 2.
- Budimarwanti, C. 2007.Sintesis Senyawa Bibenzil Dari Bahan Awal Vanilin Melalui Reaksi Wittig Dan Hidrogenasi Katalitik. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian*. ISSN : 978-979-99314-2-9
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E. dan Berset, C. 1995. Use of a Free Radical Method to Evaluated Antioxidant Activity. *Lebensmittel-Wissenschaft und Technologie*. 28: 25-30.
- 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: 12.
- Darmapatni, k., Basori, Achmad., Suaniti, Ni Made. 2016. Pengembangan Metode GC-MS untuk Penetapan Kadar *Acetaminophen* pada Spesimen Rambut Manusia. *Jurnal Biosains Pascasarjana*. Vol. 18
- Day dan Underwood. 2001. *Kimia Analitik Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga
- Fitri, N. 2014. Butylated hydroxyanisole sebagai Bahan Aditif Antioksidan pada Makanan dilihat dari Perspektif Kesehatan. *Jurnal Kefarmasian Indonesia*. Vol.4. No.1
- Fessenden dan Fessenden. 1982. *Kimia Organik Jilid 2*. Jakarta : Erlangga
- Handayani, S., Arianingrum, R., and Haryadi, W. 2011. Vanillin Structure Modification of Isolated Vanilla Fruit (Vanilla Planifolia Andrews) to form Vanillinacetone. *Proceedings at 14<sup>th</sup> Asian Chemical Congress*, 252- 257.
- Ionita, P. 2003. Is DPPH stable free radical a good scavenger for oxygen active species. *Chemical Paper*, 59: 11-16.
- Iorio, E. L. 2007. The Measurement of Oxidative Stress. International Observatory of Oxidative Stress, Free Radicals and Antioxidant Systems. *Special supplement to Bulletin*, 4(1).
- Ivankovic, A. 2017. Review of 12 Principles of Green Chemistry in Practice. *International Journal of Sustainable and Green Energy* 6, no. 3 (2017): 39.
- Karagolge, Z., Gur, B. 2016. Sustainable Chemistry : Green Chemistry. *J.Ins.Sci and Tech.* Vol.6. No.2
- Khaira, K. 2010. Menangkal Radikal bebas dengan Antioksidan. *Jurnal Saintek*. Vol. 11. No.2
- Khasanudin,A. 2018. Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Jus Jeruk Nipis. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Khopkar, S.M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Kumar, R., Sharma, P.K., and Mishra, P. S. 2012. A Review on the Vanillin Derivatives Showing Various Biological Activities. *International Journal of PharmTech Research*, 4(1): 266 - 279.
- Kumar, S., Jyotirmayee, K., and Sarangi, M. 2013. Thin Layer Chromatography: A Tool of Biotechnology for Isolation of Bioactive Compounds from Medicinal Plants. *Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res.*, 18(1): 126-132

Lewis, R. J. (2007). *Hawley's Condensed Chemical Dictionary 15th Edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc.

Maila, W. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan P-Toluidin Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia S.*). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Mighfar, S. 2017. Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Toluidin. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Molyneux, P. 2004. The Use of The Stable Free Radical Diphenylpicryl-hydrazyl (DPPH) for Estimating Antioxidant Activity. *Songklanakarin J. Sci. Technol.*, 26(2): 211-21

Mulyono. (2006). *Kamus Kimia*. Jakarta: Bumi Aksara

Munawar, Khurram., Haroon, Shah., Hussain, Syed., Raza, hamid. 2018. Schiff Bases: Multipurpose Pharmacophores with Extensive Biological Applications. *Journal of basic and Applied Science*. 14

Murtaza, S., Akhtar, M.S., Kanwal, F., Abbas, A., Ashiq, S., Shamim, S., 2017. Synthesis and biological evaluation of schiff bases of 4-aminophenazone as an anti-inflammatory, analgesic and antipyretic agent. *J. Saudi Chem. Soc.* 21, S359–S372

Murray R. K., Granner D.K., Rodwell V.W., 2009. *Biokimia Harper*, Edisi 27. Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran, EGC.

Naqvi, A., Hahnawaaz, M., Rao, A. V., Seth, D. S. dan Sharma, N. K. 2009. Synthesis of Schiff Bases via Environmentally Benign and Energy-Efficient Greener Methodologies. St. John's College, Agra-282002, *E-Journal of Chemistry*. India.

Patil, S., Jadhav, S. D. dan Deshmukh, M. B. 2012. Natural Acid Catalyzed Multicomponent Reactions as a Green Approach. *Scholars Research Library. Organic Research Laboratory*.

Patnaik, Pradyot. 2007.“A Comprehensive Guide to the Hazardous Properties of Chemical Substances,”. Canada: Library of congress cataloging

Prabawati, Susy Yunita dan Wijayanto, A. 2016. Synthesis Of 1,4-Bis [(1-Hydroxy-4-T-Butyl-Phenyl) Methyl]Piperazine As Antioxidants. *Molekul* 11, no. 2 : 220.

- Putra, T. A. 2012. Penentuan Aktivitas Antioksidan Ekstrak Beras Merah, Beras Hitam, Beras Putih Dengan Perbedaan Waktu Sosoh. *Skripsi*. Bandung: UPI.
- Rahmadi, A dan Bohari. 2018. Pangan Fungsional Berkhasiat Antioksidan. Samarinda : Universitas Mulawarman Press
- Rao, V. K., Reddy, S. S., Krishna, B. S., Naidu, K. R. M., Raju, C. N., and Ghosh, S. K. 2016. Synthesis of Schiff's Base in Aqueous Medium: A green Altrenative Approach with Effective Mass Yield and High Reaction Rates. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 3(3): 217-223.
- Rizkayanti, Rizkayanti, Anang Wahid M. Diah, dan Minarni Rama Jura. 2017. Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Air dan Ekstrak Etanol Daun Kelor (Moringa Oleifera LAM). *Jurnal Akademika Kimia* (6) no. 2 : 125
- Robert,M., Webster, X. Francis, Kiemle, J. David. 2005. Spectrometric Identification of Organic Compounds 7th Ed, State University of New York : College of
- Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Sankari, G, E Krishnamoorthy, S Jayakumaran, S Gunasekaran, V Vishnu Priya, S Subramaniam, dan Surapaneni Krishna Mohan. 2010. Analysis of Serum Immunoglobulins Using Fourier Transform Infrared Spectral Measurements. *Biology and Medicine* (7).
- Shihab, Q. 2002. *Tafsir Al Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sinaga, F. 2016. Stress Oksidatif dan Status Antioksidan pada Aktivitas Fisik Maksimal . *Jurnal Generasi Kampus*.9 : 14.
- Silverstein, R.M., Webster, F.X., Kiemle, D.J. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, 7th ed. New York: John Wiley & Sons.
- Singh, N. B., Das, S. S., Gupta, N. B., Gupta, A., and Frohlich, R. 2008. Vanillin-*p*Anisidine System: Solid-State Reaction and Density Functional Theory Studies. *Molecular Crystal Liquid Crystal*, 490: 106-123.
- Socrates, G. 2001. *Infrared and Raman characteristic group frequencies: tables and charts*, 3rd ed. New York: Wiley.
- Sudjadi. 1983. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Yogyakarta : Ghalia Indonesia
- Suman, A. S. 2018. Green and Environmentally Benign Organic Synthesis by Using Fruit Juice as Biocatalyst : A Review. *Intenational Research Journal of Pure & Applied Chemistry*, 1-15.

Suseno, Jatmiko Endro, dan K Sofjan Firdausi. 2008. Rancang Bangun Spektroskopi FTIR (Fourier Transform Infrared) untuk Penentuan Kualitas Susu Sapi. *Berkala Fisika*. 11: 6.

Ummathur, M .B, Sayudevi, P., and Krishnankutty, K. 2009. Schiff Bases Of 3-[2-(1,3-Benzothiazol-2-Yl)Hydrazinylidene] Pentane-2,4-Dione With Aliphatic Diamines And Their Metal Complexes. *J. Argent. Chem. Soc.* 97(2),31-39.

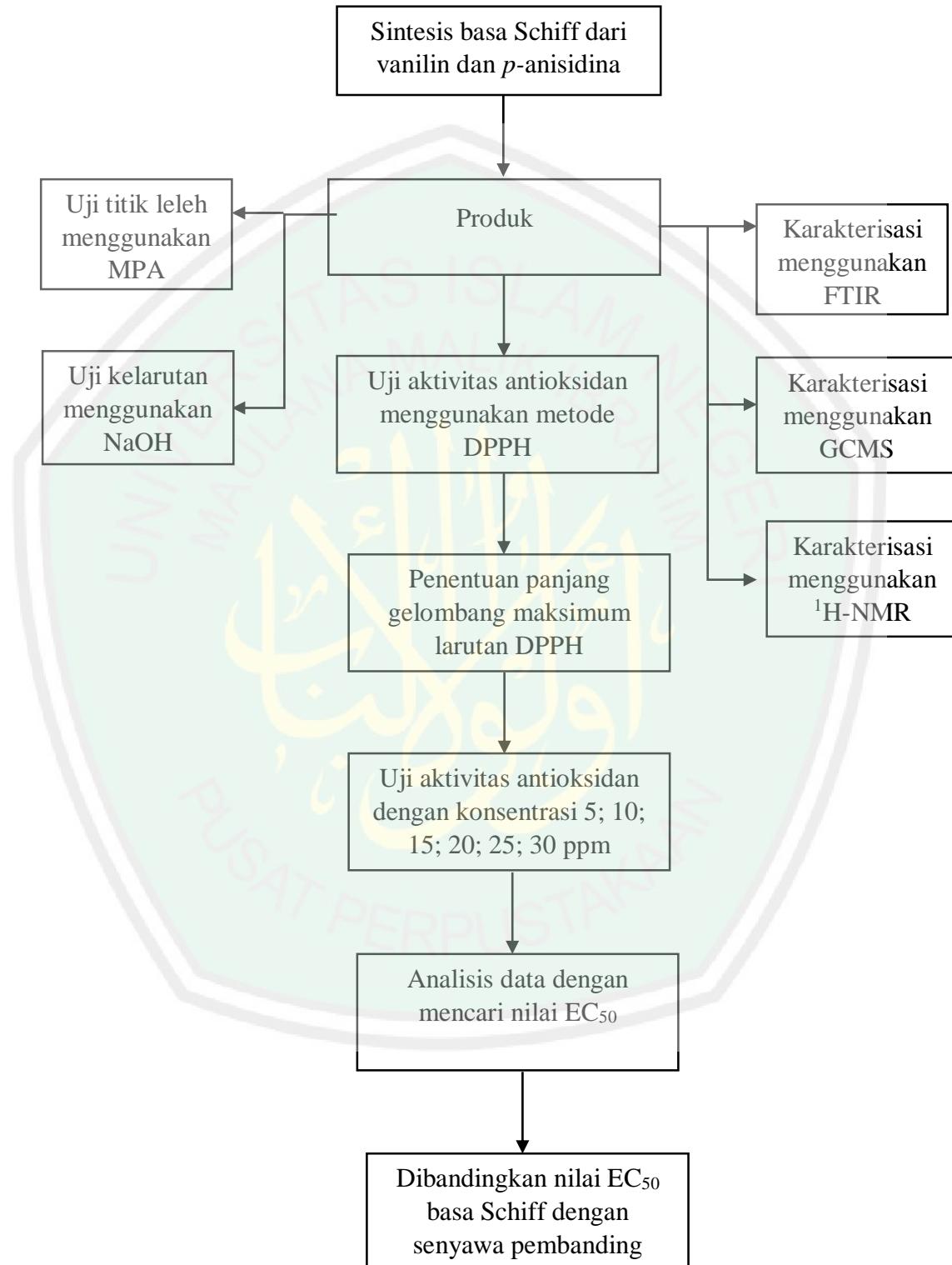
Umofia, E, V O T Omuaru, dan O Achugasim. 2016.“GREEN SOLVENTS FOR THE SYNTHESIS OF SOME TOLUIDINE-DERIVED SCHIFF BASES” *J.Chem.Soc.Nigeria*.41, no. 1 .

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

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

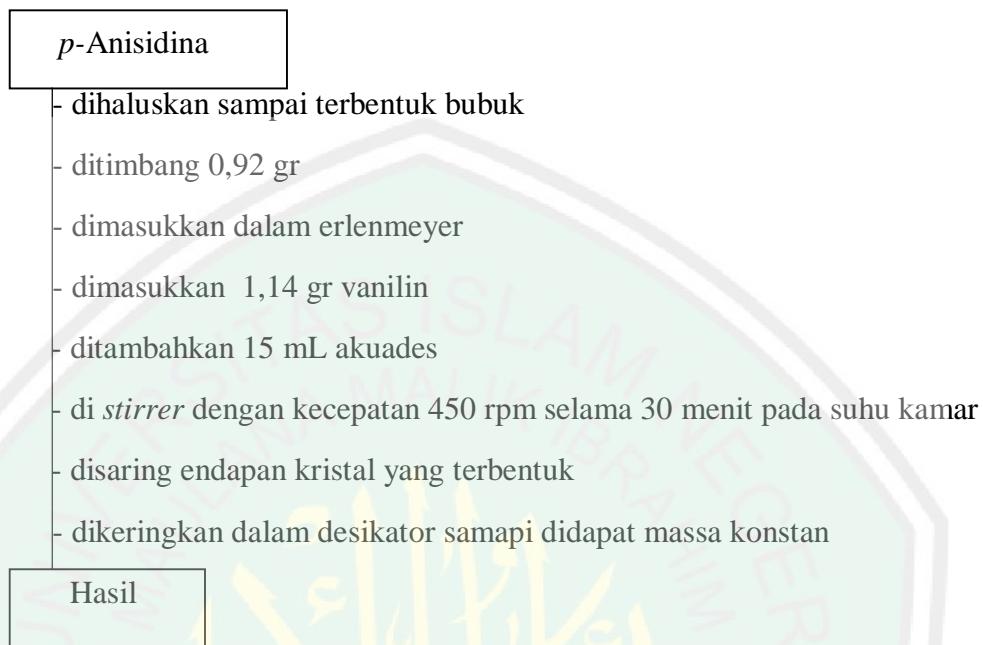
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian

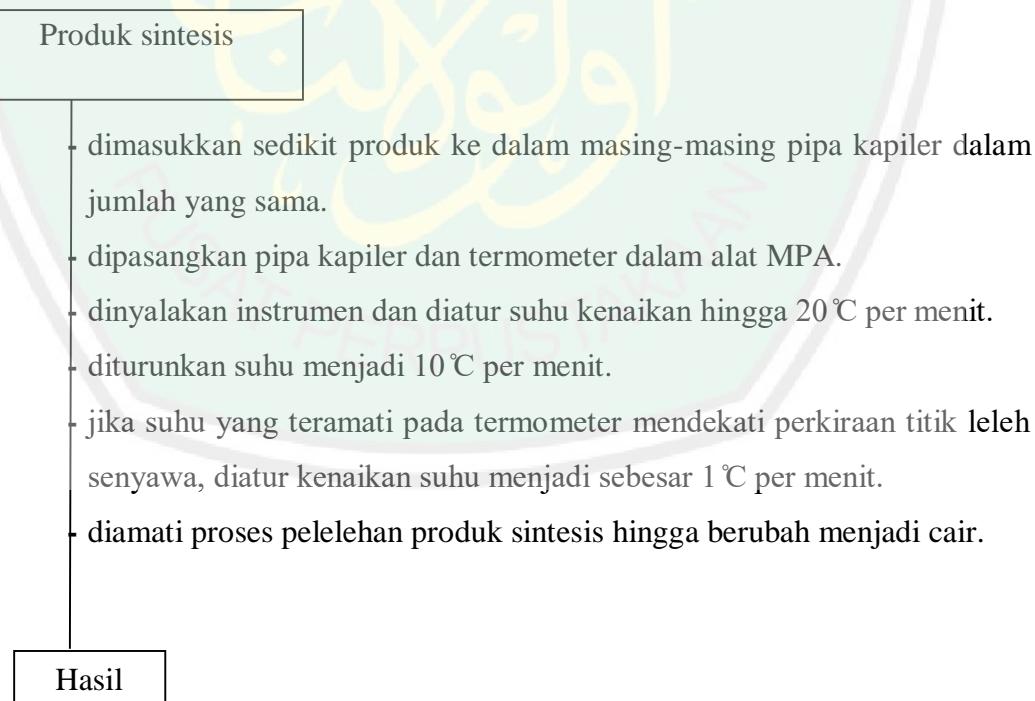


## Lampiran 2. Diagram Alir

### L.2.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina (1:1) menggunakan Pelarut Air



### L.2.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis menggunakan *Melting Point Apparatus*



### L.2.3 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis menggunakan Larutan NaOH

0,002 gr produk sintesis

- dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda.
- ditambahkan 2 mL akuades pada salah satu tabung reaksi.
- ditambahkan NaOH 2M sebanyak 2 mL pada tabung reaksi yang lain.
- dikocok.
- diamati perubahan yang terjadi.
- dilakukan 3 kali pengulangan pada produk sintesis

Hasil

### L.2.4 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan FTIR

Senyawa Hasil Sintesis

- digerus menggunakan mortar *agate*.
- dicampur dengan gerusan *pellet* KBr dengan perbandingan 2:98.
- diletakkan campuran pada *cell holder*.
- dilewati berkas sinar infra merah pada rentang bilangan gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ .

Hasil

### L.2.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan GC-MS

**Produk Basa Schiff**

- dilarutkan dengan kloroform dengan konsentrasi 30000 ppm.
- Diambil 5  $\mu\text{L}$
- diinjeksikan dengan menggunakan *sysinge* ke dalam injektor GCMS SHIMADZU QP2010S dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	:	Rtx 5
Panjang kolom	:	30 meter
Oven	:	Terprogram 100 °C (5 menit) $\rightarrow$ 300 °C (15 menit)
Temperatur injektor	:	300 °C
Tekanan gas	:	13,7 kPa
Kecepatan aliran gas	:	0,50 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	:	Helium
Start $m/z$	:	28
End $m/z$	:	600

- diamati hasil kromatogram dan spektra yang diperoleh.

**Hasil**

### L.2.6 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan $^1\text{H-NMR}$

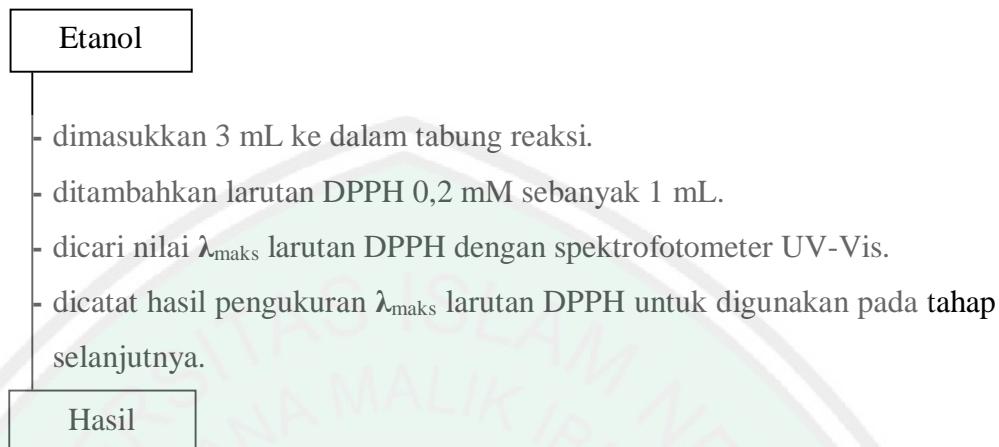
**Produk Sintesis**

- dilarutkan dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ .
- ditambahkan sejumlah kecil TMS sebagai internal standar.
- dimasukkan dalam tabung NMR sampai kedalaman 4,5 cm di dalam tabung (tempat sampel).
- diputar sekitar sumbunya untuk mengusahakan agar semua bagian dari larutan terkena medan magnet yang sama.
- dioperasikan instrumen NMR tipe Agilent DD2 dengan kekuatan medan magnet 500 MHz, hingga muncul signal  $^1\text{H-NMR}$ .

**Hasil**

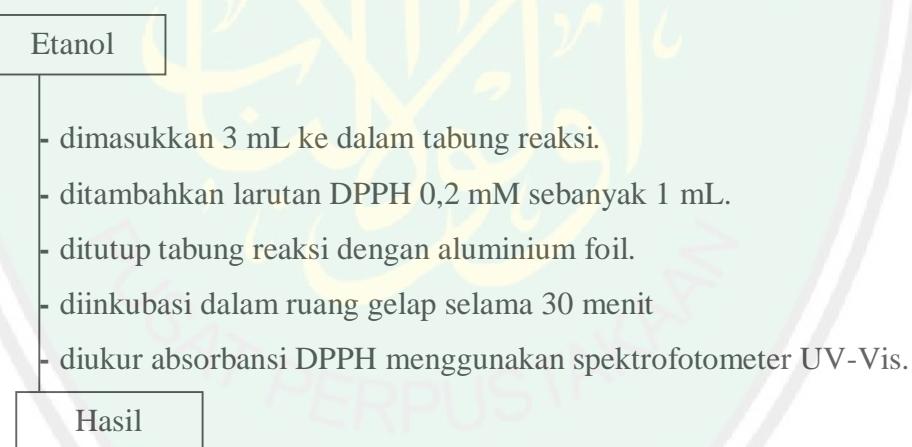
## L.2.7 Uji Aktivitas Antioksidan Produk Sintesis menggunakan Metode DPPH

### L.2.7.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum



## L.2.8 Pengukuran Aktivitas Antioksidan

### L.2.8.1 Pembuatan Larutan Kontrol



### L.2.8.2 Pengujian Aktivitas Antioksidan Seyawa Basa Schiff

Larutan stok basa Schiff 50 ppm

- dibuat variasi konsentrasi yaitu 5, 10, 15, 20, 25, dan 30 ppm.
  - disiapkan 6 tabung reaksi.
  - dimasukkan pada masing-masing tabung reaksi 3 mL dengan konsentrasi yang berbeda
  - ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL
  - ditutup tabung reaksi dengan aluminium foil.
  - diinkubasi dalam ruangan gelap selama 30 menit
  - diukur absorbansi DPPH menggunakan spektrofotometer UV-Vis
  - dihitung nilai persen (%) aktivitas antioksidan dengan persamaan
- $$\text{Aktivitas antioksidan} = \frac{\text{abs kontrol} - \text{abs DPPH sisa}}{\text{abs kontrol}} \times 100\%$$
- dianalisis data untuk mencari nilai EC<sub>50</sub>.

Hasil

### Lampiran 3. Perhitungan

#### L.3.1 Penentuan Massa Vanilin 0,0075 mol yang Digunakan (1)

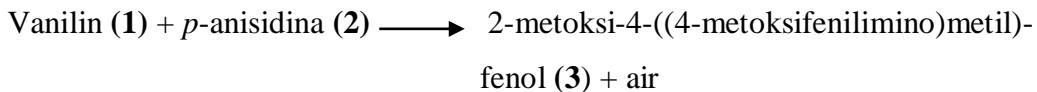
$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (1)} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{BM senyawa (1)} &= 152,1473 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (1)} &= 0,0075 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (1)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0075 \text{ mol} \times 152,1473 \text{ g/mol} \\
 &= 1,1410 \text{ g}
 \end{aligned}$$

#### L.3.2 Penentuan Massa p-Anisidin 0,0075 mol yang Digunakan (2)

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (2)} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \\
 \text{BM senyawa (2)} &= 122,1565 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (2)} &= 0,0075 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0075 \text{ mol} \times 122,1565 \text{ g/mol} \\
 &= 0,9237 \text{ g}
 \end{aligned}$$

### L.3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol

Reaksi :



Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	→	Senyawa (3)
Mula-mula	0,0075 mol		0,0075 mol		-
Reaksi	0,0075 mol		0,0075 mol		0,0075 mol
Setimbang	-		-		0,0075 mol



$$\text{BM senyawa (3)} = 257,1565 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol senyawa (3)} = 0,0075 \text{ mol}$$

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

$$= 0,0075 \text{ mol} \times 257,15 \text{ g/mol}$$

$$= 1,9287 \text{ g}$$

### L.3.4 Penentuan % Hasil Produk Sintesis

$$\text{Randemen (\%)} = \frac{\text{massa produk sintesis}}{\text{massa teoritis}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ Hasil} = \frac{1,8323}{1,9278} \times 100 \% = 95,00 \%$$

% Hasil berdasarkan GC-MS diperoleh sebagai berikut :

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

$$\% \text{ Hasil} = \frac{1,000 \times 1,8323}{1,9278} \times 100 \% = 95,00 \%$$

### L.3.5 Pengamatan Titik Lebur Produk Sintesis

Ulangan	Titik Lebur Produk (°C)
1	128-130
2	127-130
3	128-130
<b>Rata-rata</b>	<b>128-130</b>

*Suhu ketika temperatur pada termometer diturunkan menjadi 1 °C/menit*

### L.3.6 Pembuatan Larutan Uji Antioksidan

#### a) Larutan DPPH 0,2 mM

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= C_{18}H_{12}N_5O_6 \\
 \text{BM senyawa} &= 394,32 \text{ g/mol} \\
 \text{Volume larutan} &= 50 \text{ mL} \\
 \text{Mol senyawa} &= \text{konsentrasi} \times \text{volume} \\
 &= 0,2 \text{ mM} \times 0,05 \text{ L} \\
 &= 0,01 \text{ mmol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,01 \text{ mmol} \times 394,32 \text{ g/mol} \\
 &= 3,94 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

#### b) Larutan Stok

$$\begin{aligned}
 50 \text{ ppm sebanyak } 50 \text{ mL} \\
 \text{ppm} &= \text{mg/L} \\
 \text{mg} &= \text{ppm} \times \text{L} \\
 &= 50 \text{ ppm} \times 0,05 \text{ L} \\
 &= 2,5 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

#### c) Pembuatan Larutan Sampel 5 ppm

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} &= 50 \text{ ppm} \times V_2 \\
 V_2 &= 5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} / 50 \text{ ppm} \\
 &= 1 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Perhitungan larutan sampel 5 ppm dilakukan juga pada larutan sampel lain yang tertera pada Tabel L.3.1.

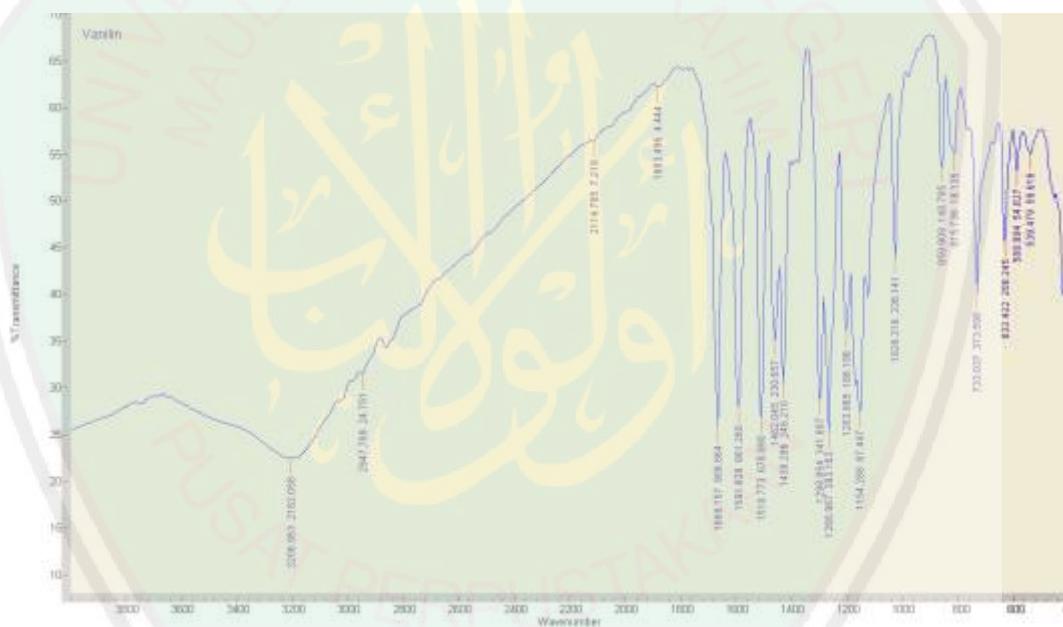
Tabel L.3.1 Larutan sampel uji antioksidan

Sampel	M1	V1 (Volume)	M2	V2 (Volume)
10 ppm	10 ppm	10 mL	50 ppm	2 mL
15 ppm	15 ppm	10 mL	50 ppm	3 mL
20 ppm	20 ppm	10 mL	50 ppm	4 mL
25 ppm	25 ppm	10 mL	50 ppm	5 mL
30 ppm	30 ppm	10 mL	50 ppm	6 mL

#### Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

##### L.4.1 Hasil Karakterisasi FTIR

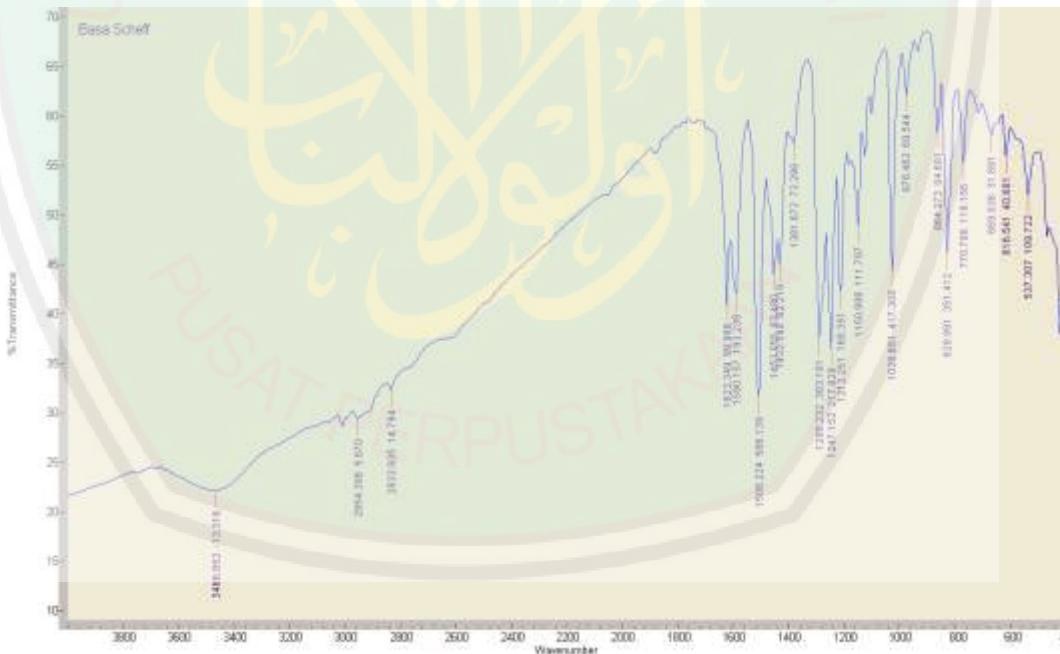
###### L.4.1.1 Spektra FTIR Vanilin



#### L.4.1.2 Spektra FTIR *p*-Anisidina



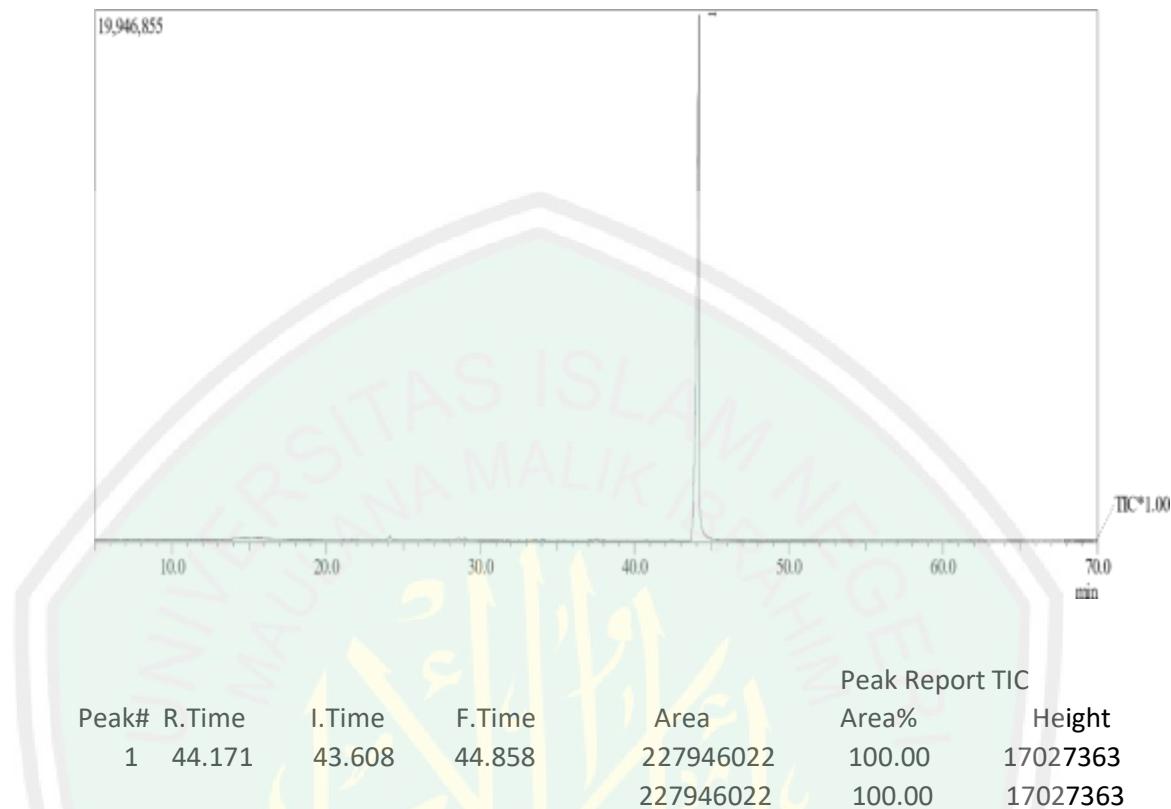
#### L.4.1.3 Spektra FTIR Produk Sintesis





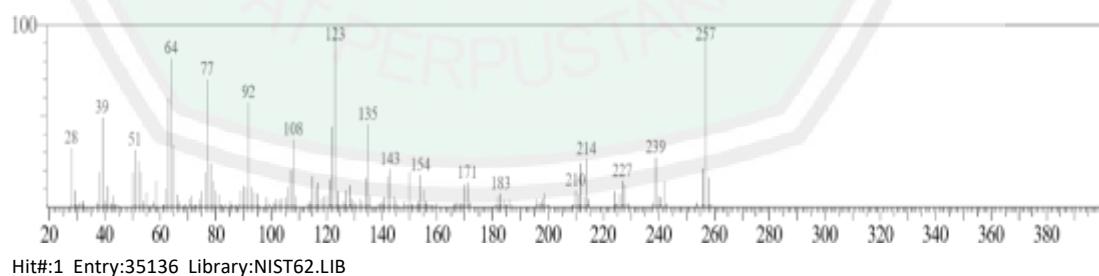
## L.4.2 Hasil Karakterisasi GCMS

### L.4.2.1 Hasil Kromatogram

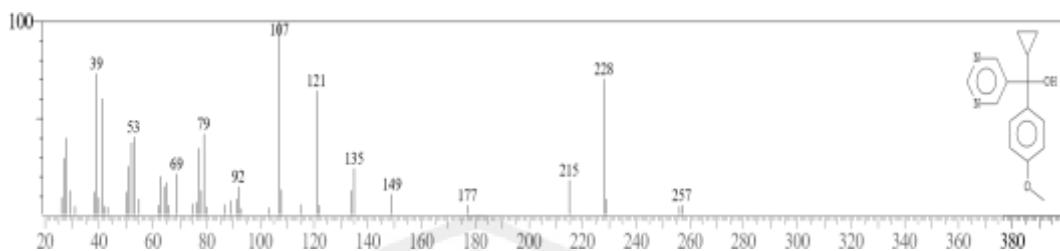


### L.4.2.2 Hasil Spektra Massa

Library  
<< Target >>  
Line#:1 R.Time:44.175(Scan#:4918) MassPeaks:157  
RawMode:Averaged 44.167-44.183(4917-4919) BasePeak:256.90(1069317)  
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



SI:58 Formula:C15H16N2O2 CAS:12771-68-5 MolWeight:256 RetIndex:0 CompName:Ancymidol \$\$ 5 Pyrimidinemethanol, .alpha.-cyclopropyl-.alpha.-(4-methoxyphenyl)- \$\$ 5-Pyrimidinemethanol, .alpha.-cyclopropyl-.alpha.-(p-methoxyphenyl)-



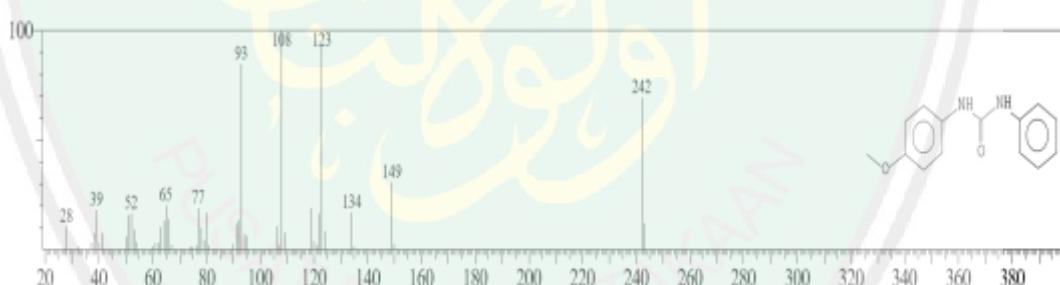
Hit#:2 Entry:102911 Library:WILEY229.LIB

SI:56 Formula:C14 H14 N2 O2 CAS:3746-53-0 MolWeight:242 RetIndex:0 CompName:Urea, N-(4-methoxyphenyl)-N'-phenyl- (CAS) Carbanilide, 4-methoxy- \$\$ 1-(p\text{-Methoxyphenyl})-3\text{-phenylurea} \$\$ N-p-Methoxyphenyl-N'-phenylurea \$\$ N\text{-}(4\text{-Methoxyphenyl})\text{-}N'\text{-phenylurea} \$\$ N-Ph



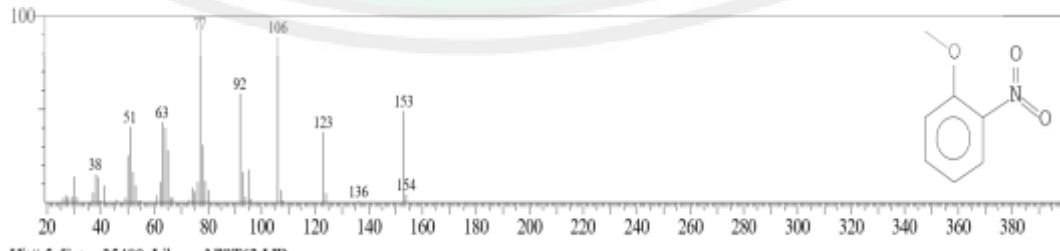
Hit#:3 Entry:32326 Library:NIST62.LIB

SI:56 Formula:C14H14N2O2 CAS:3746-53-0 MolWeight:242 RetIndex:0 CompName:Urea, N-(4-methoxyphenyl)-N'-phenyl- \$\$ Carbanilide, 4\text{-methoxy-} \$\$ 1-(p-Methoxyphenyl)-3-phenylurea \$\$ N\text{-}p\text{-Methoxyphenyl}\text{-}N'\text{-phenylurea} \$\$ N\text{-}(4\text{-Methoxyphenyl})\text{-}N'\text{-phenylurea} \$\$ N\text{-Phenyl}



Hit#:4 Entry:10493 Library:NIST62.LIB

SI:56 Formula:C7H7NO3 CAS:91-23-6 MolWeight:153 RetIndex:0 CompName:Benzene, 1-methoxy-2-nitro- \$\$ Anisole, o\text{-nitro-} \$\$ o-Nitroanisole \$\$ o\text{-Nitrophenyl methyl ether} \$\$ 1-Methoxy-2-nitrobenzene \$\$ 1\text{-Nitro-2-methoxybenzene} \$\$ 2-Methoxy-1-nitrobenzene \$\$ 2\text{-M}

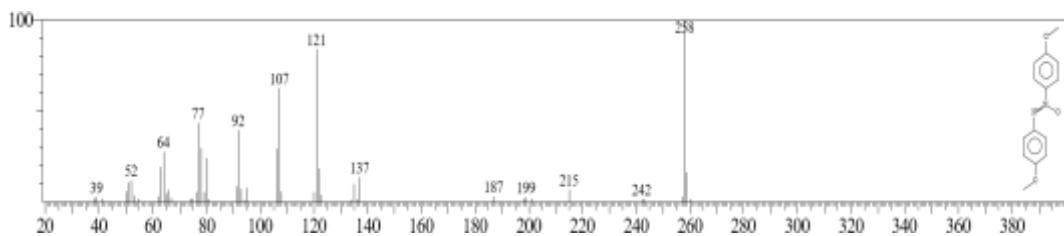


Hit#:5 Entry:35489 Library:NIST62.LIB

SI:55 Formula:C14H14N2O3 CAS:1562-94-3 MolWeight:258 RetIndex:0



CompName:Diazene, bis(4-methoxyphenyl)-, 1-oxide §§ Azoxybenzene, 4,4'-dimethoxy- §§ p-Azoxyanisole §§ p-Azoxydianisole §§ P,p'-azoxyanisole §§ P,p'-azoxydianisole §§ 4,4'-Azoxyanisole §§ 4,4'-Azoxyd



Lab Kimia Organik FMIPA - UGM

- 70.0  
5.00 300.0 5.00  
19.00

GCMS-QP2010S SHIMADZU  
Kolom : Rtx 5  
Panjang : 30 meter  
ID : 0,25 mm  
Film : 0,25 um  
Gas pembawa : Helium  
Pengionan : EI 70 Ev

< Ready Check Heat Unit >  
Column Oven : Yes  
SPL1 : Yes  
MS : Yes  
< Ready Check Detector(FTD) >  
< Ready Check Baseline Drift >  
< Ready Check Injection Flow >  
SPL1 Carrier : Yes  
SPL1 Purge : Yes  
< Ready Check APC Flow >  
< Ready Check Detector APC Flow >  
External Wait :No Equilibrium  
Time :3.0 min

Method

[GC Program]

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

[GC-2010]

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

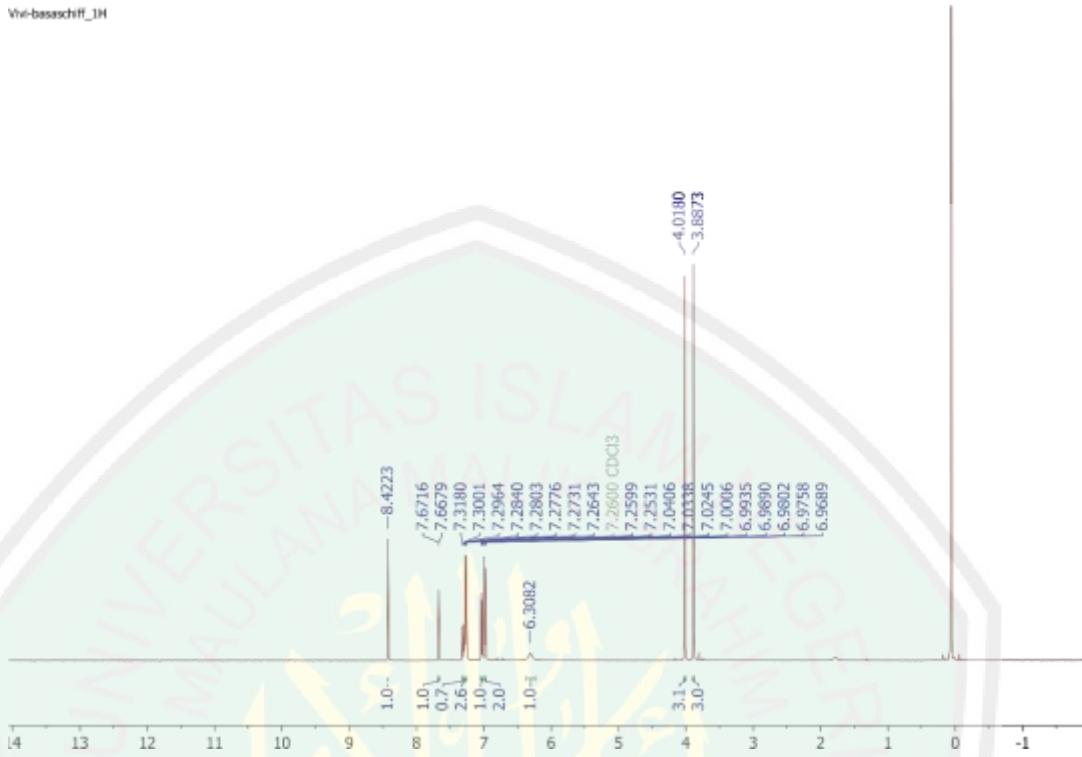
[GCMS-QP2010]  
IonSourceTemp :250.00 °C  
Interface Temp. :305.00 °C  
Solvent Cut Time :3.00 min  
Detector Gain Mode :Relative  
Detector Gain :+0.00 kV  
Threshold :0  
[MS Table]  
--Group 1 - Event 1--  
Start Time :3.20min  
End Time :70.00min  
ACQ Mode :Scan  
Event Time :0.50sec Scan  
Speed :1250  
Start m/z :28.00  
End m/z :600.00  
Sample Inlet Unit :GC  
[MS Program]  
Use MS Program :OFF

Hold Time(min)

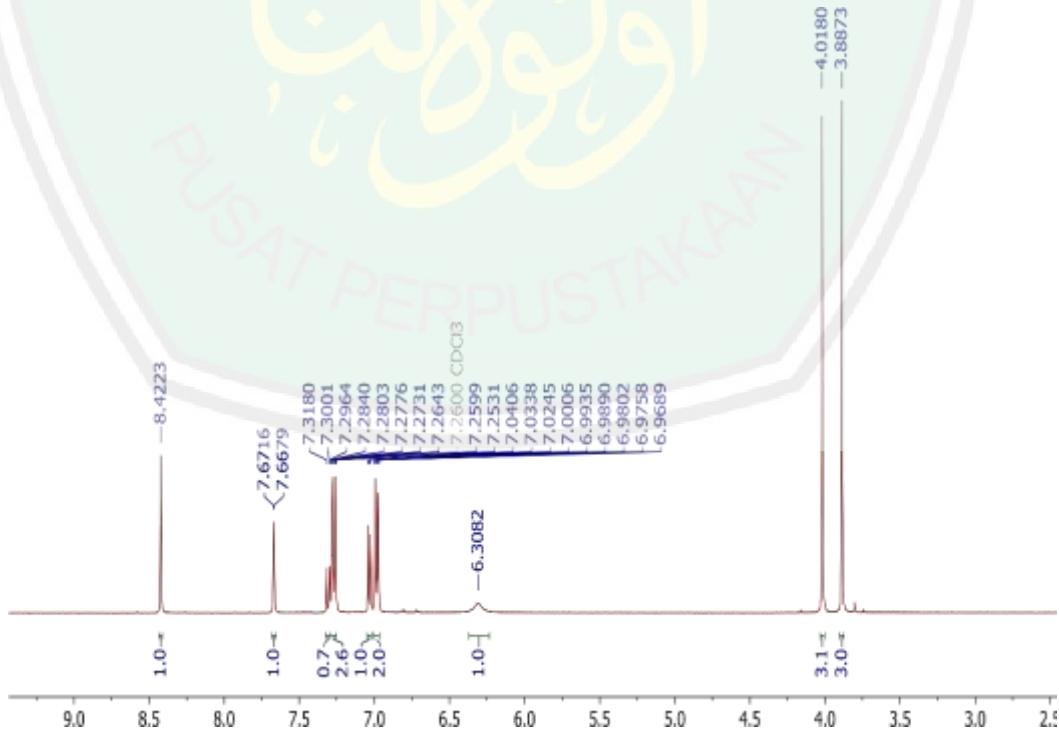
### L.4.3 Hasil Karakterisasi $^1\text{H-NMR}$

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

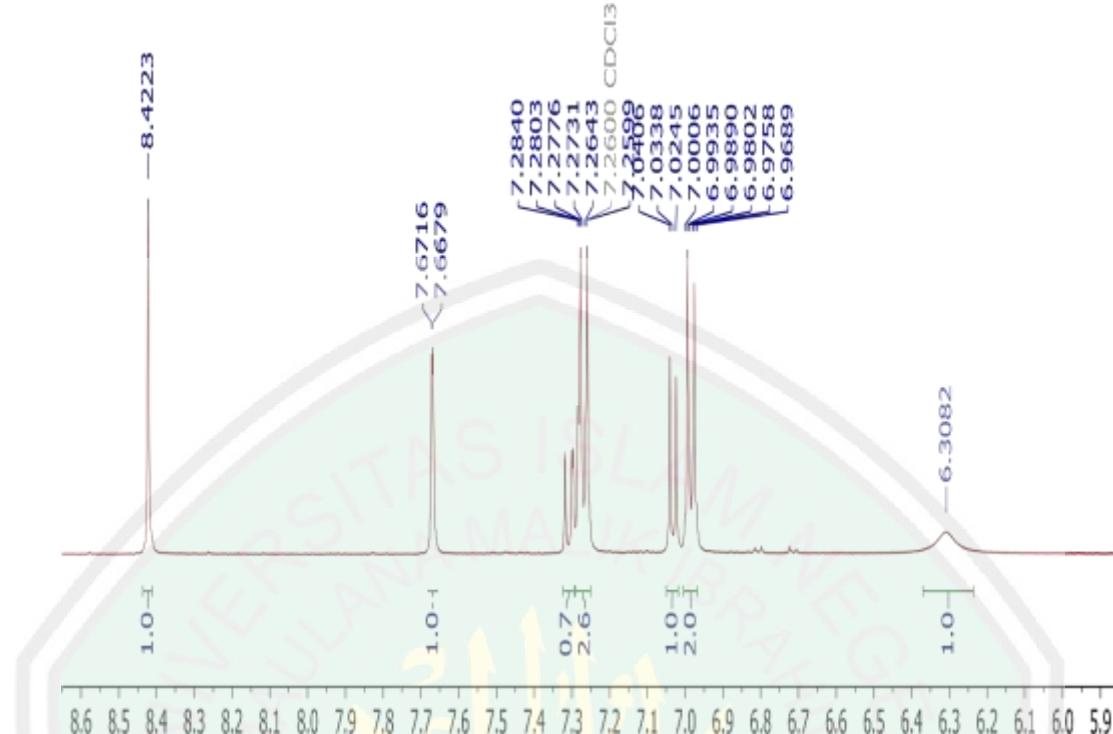
Vivi-bassachiff\_IH



#### L.4.3.2 Hasil Karakterisasi $^1\text{H-NMR}$ Perbesaran 1x



#### L.4.3.3 Hasil Karakterisasi $^1\text{H-NMR}$ Perbesaran 2x



#### Lampiran 5. Data Analisis Potensi Antioksidan

##### L.5.1 Senyawa Basa Schiff

Tabel L.5.1.1 Absorbansi Senyawa Basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Absorbansi Rata- Rata
	A1	A2	A3	
Kontrol	0,4670	0,4742	0,4585	0,4666
5	0,2590	0,2557	0,3730	0,2959
Kontrol	0,4669	0,4741	0,4577	0,4662
10	0,2115	0,2327	0,3125	0,2522
Kontrol	0,4662	0,4742	0,4575	0,4660
15	0,1594	0,1651	0,2694	0,1980
Kontrol	0,4668	0,4745	0,4589	0,4667
20	0,1307	0,1327	0,2321	0,1667
Kontrol	0,4663	0,4740	0,4585	0,4663
25	0,1244	0,1176	0,2057	0,1492
Kontrol	0,4666	0,4738	0,4581	0,4662
30	0,0996	0,1083	0,1947	0,1342

Tabel L.5.1.2 Aktivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff

Konsentrasi	Absorbansi Kontrol	Absorbansi Sampel	Aktivitas Antioksidan (%)
5	0,4666	0,2959	36,58
10	0,4662	0,2522	45,90
15	0,4660	0,1980	57,52
20	0,4667	0,1667	64,92
25	0,4663	0,1492	67,99
30	0,4662	0,1342	71,21

Persen (%) aktivitas antioksidan dihitung menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{ Aktifitas antioksidan} = \frac{\text{absorbansi kontrol} - \text{absorbansi DPPH sisa}}{\text{absorbansi kontrol}} \times 100\%$$

Contoh :

$$\% \text{ Aktifitas antioksidan} = \frac{0,4666 - 0,2959}{0,4666} \times 100\% = 36,58\%$$

Nilai EC<sub>50</sub> dihitung menggunakan program *software* “GraphPad prism 7 software” dengan persamaan regresi non linier “Regresion for analizing dose-respon data”

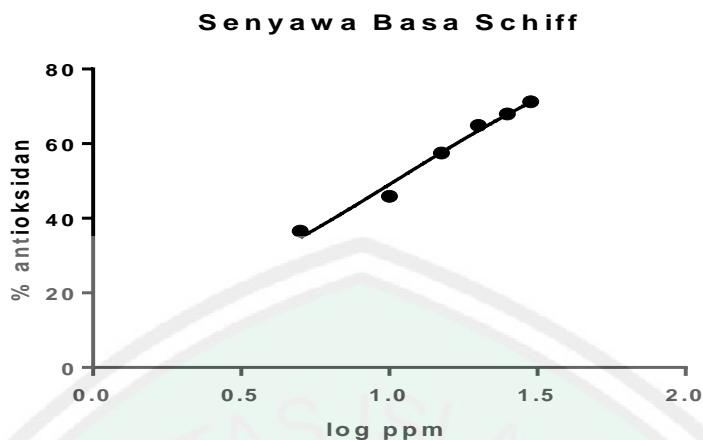
Tabel L.5.1.3 Perhitungan EC<sub>50</sub> Senyawa Basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	Log ppm	Aktivitas Antioksidan (%)
5	0,699	36,58
10	1,000	45,90
15	1,176	57,52
20	1,301	64,92
25	1,398	67,99
30	1,477	71,21

Sehingga diperoleh nilai EC<sub>50</sub>:

Comparison of Fits	Can't calculate
Null hypothesis	Different curve for each data set
Alternative hypothesis	One curve for all data sets
P value	
Conclusion (alpha = 0.05)	Models have the same DF
Preferred model	Different curve for each data set
F (DFn, DFd)	
Different curve for each data set	
Best-fit values	
Bottom	= 0
Top	= 100
LogEC50	1,019
HillSlope	0,8535
EC50	10,46

Span	= 100	
Std. Error		
LogEC50	0,02016	
HillSlope	0,05929	
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	0,9573 to 1,072	
HillSlope	0,6914 to 1,023	
EC50	9,064 to 11,8	
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom	4	
R square	0,9834	
Absolute Sum of Squares	15,33	
Sy.x	1,958	
Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Top	Top = 100	
One curve for all data sets		
Best-fit values		
Bottom	= 0	
Top	= 100	
LogEC50	1,019	1,019
HillSlope	0,8535	0,8535
EC50	10,46	10,46
Span	= 100	
Std. Error		
LogEC50	0,02016	0,02016
HillSlope	0,05929	0,05929
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	0,9573 to 1,072	0,9573 to 1,072
HillSlope	0,6914 to 1,023	0,6914 to 1,023
EC50	9,064 to 11,8	9,064 to 11,8
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom	4	
R square	0,9834	
Absolute Sum of Squares	15,33	
Sy.x	1,958	
Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Top	Top = 100	
LogEC50	LogEC50 is shared	
HillSlope	HillSlope is shared	
Number of points		
# of X values	6	
# Y values analyzed	6	



### L.5.2 Senyawa Vanilin

#### L.5.2 Senyawa Vanilin

Tabel L.5.2.1 Absorbansi Senyawa Vanilin

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Absorbansi Rata- Rata
	A1	A2	A3	
Kontrol	0,5071	0,5671	0,7575	0,6106
500	0,3120	0,3995	0,5575	0,4230
Kontrol	0,5072	0,5663	0,7570	0,6102
750	0,2787	0,3620	0,5198	0,3868
Kontrol	0,5069	0,5655	0,7594	0,6106
1000	0,2470	0,3367	0,4644	0,3494
Kontrol	0,5068	0,5648	0,7553	0,6090
1250	0,2220	0,3140	0,4233	0,3194
Kontrol	0,5069	0,5651	0,7572	0,6097
1500	0,1995	0,2888	0,4048	0,2977
Kontrol	0,5069	0,5653	0,7560	0,6094
1750	0,1809	0,2681	0,3581	0,2690

Tabel L.5.2.2 Aktivitas Antioksidan Senyawa Vanilin

Konsentrasi	Absorbansi Kontrol	Absorbansi Sampel	Aktivitas Antioksidan (%)
500	0,6106	0,4230	30,72
750	0,6102	0,3868	36,60
1000	0,6106	0,3494	42,78
1250	0,6090	0,3194	47,55
1500	0,6097	0,2977	51,18

1750	0,6094	0,2690	55,85
------	--------	--------	-------

Persen (%) aktivitas antioksidan dihitung menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{ Aktifitas antioksidan} = \frac{\text{absorbansi kontrol} - \text{absorbansi DPPH sisa}}{\text{absorbansi kontrol}} \times 100\%$$

Contoh :

$$\% \text{ Aktifitas antioksidan} = \frac{0,6106 - 0,4230}{0,6106} \times 100\% = 30,70\%$$

Nilai EC<sub>50</sub> dihitung menggunakan program *software* “GraphPad prism 7 software” dengan persamaan regresi non linier “Regresion for analizing dose-respon data”

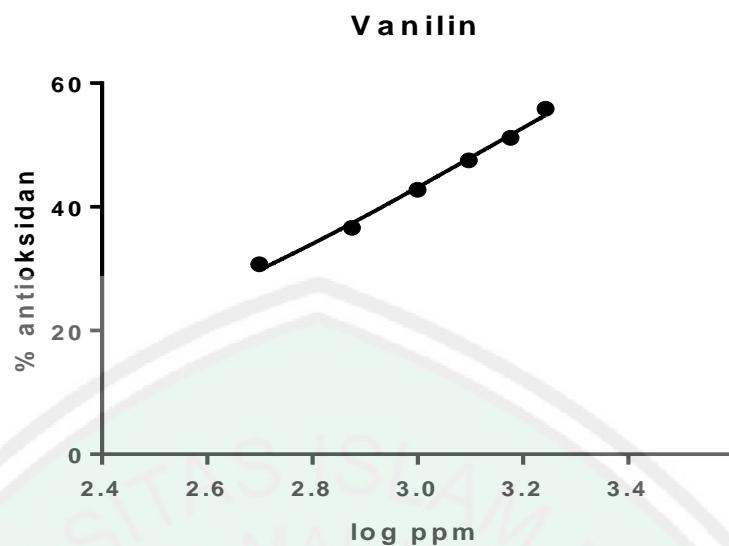
Tabel L.5.2.3 Perhitungan EC<sub>50</sub> Senyawa Vanilin

Konsentrasi (ppm)	Log ppm	Aktivitas Antioksidan (%)
500	2,699	30,72
750	2,875	36,60
1000	3,000	42,78
1250	3,097	47,55
1500	3,176	51,18
1750	3,243	55,85

Sehingga diperoleh nilai EC<sub>50</sub> :

Comparison of Fits	Can't calculate
Null hypothesis	Different curve for each data set
Alternative hypothesis	One curve for all data sets
P value	
Conclusion (alpha = 0.05)	Models have the same DF
Preferred model	Different curve for each data set
F (DFn, DFd)	
 Different curve for each data set	
Best-fit values	
Bottom	= 0
Top	= 100
LogEC50	3,143
HillSlope	0,8389
EC50	1388
Span	= 100
Std. Error	
LogEC50	0,008749
HillSlope	0,03569
95% CI (profile likelihood)	
LogEC50	3,12 to 3,169

HillSlope	0,7403 to 0,9392	
EC50	1317 to 1474	
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom	4	
R square	0,9935	
Absolute Sum of Squares	2,851	
Sy.x	0,8442	
Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Top	Top = 100	
One curve for all data sets		
Best-fit values		
Bottom	= 0	
Top	= 100	
LogEC50	3,143	3,143
HillSlope	0,8389	0,8389
<b>EC50</b>	<b>1388</b>	<b>1388</b>
Span	= 100	
Std. Error		
LogEC50	0,008749	0,008749
HillSlope	0,03569	0,03569
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	3,12 to 3,169	3,12 to 3,169
HillSlope	0,7403 to 0,9392	0,7403 to 0,9392
EC50	1317 to 1474	1317 to 1474
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom	4	
R square	0,9935	0,9935
Absolute Sum of Squares	2,851	2,851
Sy.x	0,8442	0,8442
Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Top	Top = 100	
LogEC50	LogEC50 is shared	
HillSlope	HillSlope is shared	
Number of points		
# of X values	6	
# Y values analyzed	6	



### L.5.3 Senyawa BHT

Tabel L.5.3.1 Absorbansi Senyawa BHT

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Absorbansi Rata- Rata
	A1	A2	A3	
Kontrol	0,4305	0,5639	0,4829	0,4924
5	0,3101	0,3742	0,2458	0,3100
Kontrol	0,4314	0,5647	0,4822	0,4927
10	0,2400	0,2884	0,2327	0,2357
Kontrol	0,4330	0,5646	0,4827	0,4934
15	0,1993	0,2489	0,1868	0,2117
Kontrol	0,4301	0,5645	0,4828	0,4925
20	0,1661	0,2418	0,1869	0,1982
Kontrol	0,4275	0,5642	0,4829	0,4915
25	0,1538	0,2249	0,1779	0,1855
Kontrol	0,4269	0,5651	0,4824	0,4915
30	0,1258	0,2189	0,1641	0,1696

Tabel L.5.3.2 Aktivitas Antioksidan Senyawa BHT

Konsentrasi	Absorbansi Kontrol	Absorbansi Sampel	Aktivitas Antioksidan (%)
5	0,4924	0,3100	37,04
10	0,4927	0,2537	48,52
15	0,4934	0,2117	57,10
20	0,4925	0,1982	59,75
25	0,4915	0,1855	62,25
30	0,4915	0,1696	65,49

Persen (%) aktivitas antioksidan dihitung menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{ Aktifitas antioksidan} = \frac{\text{absorbansi kontrol} - \text{absorbansi DPPH sisa}}{\text{absorbansi kontrol}} \times 100\%$$

Contoh :

$$\% \text{ Aktifitas antioksidan} = \frac{0,4924 - 0,3100}{0,4924} \times 100\% = 37,04 \%$$

Nilai EC<sub>50</sub> dihitung menggunakan program *software* “GraphPad prism 7 software” dengan persamaan regresi non linier “Regresion for analizing dose-respon data”

Tabel L.5.2.3 Perhitungan EC<sub>50</sub> Senyawa Vanilin

Konsentrasi (ppm)	Log ppm	Aktivitas Antioksidan (%)
5	0,699	37,04
10	1,000	48,52
15	1,176	57,10
20	1,301	59,75
25	1,398	62,25
30	1,477	65,49

Sehingga diperoleh nilai EC<sub>50</sub> :

Comparison of Fits

Can't calculate

Null hypothesis

Different curve for each data set

Alternative hypothesis

One curve for all data sets

P value

Models have the same DF

Conclusion (alpha = 0.05)

Different curve for each data set

Preferred model

F (DFn, DFd)

Different curve for each data set

Best-fit values

Bottom

= 0

Top

= 100

LogEC50

1,037

HillSlope

0,6486

EC50

10,88

Span

= 100

Std. Error

LogEC50

0,01445

HillSlope

0,03244

95% CI (profile likelihood)

0,9938 to 1,075

LogEC50

0,5594 to 0,7395

HillSlope

9,859 to 11,88

EC50

Goodness of Fit

4

Degrees of Freedom

0,9909

R square

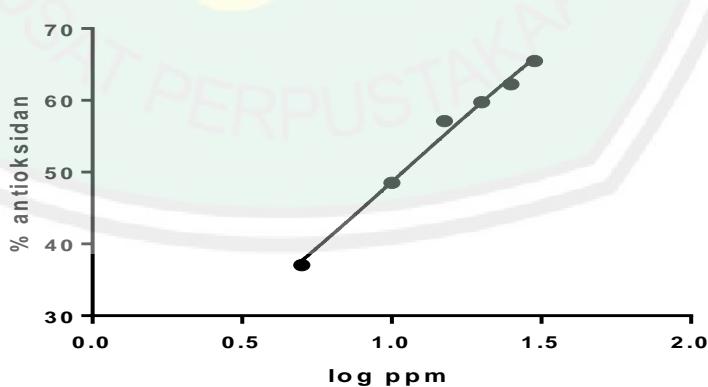
5,044

Absolute Sum of Squares

1,123

Sy.x

Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Top	Top = 100	
One curve for all data sets		
Best-fit values		
Bottom	= 0	
Top	= 100	
LogEC50	1,037	1,037
HillSlope	0,6486	0,6486
EC50	10,88	10,88
Span	= 100	
Std. Error		
LogEC50	0,01445	0,01445
HillSlope	0,03244	0,03244
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	0,9938 to 1,075	0,9938 to 1,075
HillSlope	0,5594 to 0,7395	0,5594 to 0,7395
EC50	9,859 to 11,88	9,859 to 11,88
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom		4
R square	0,9909	0,9909
Absolute Sum of Squares	5,044	5,044
Sy.x		1,123
Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Top	Top = 100	
LogEC50	LogEC50 is shared	
HillSlope	HillSlope is shared	
Number of points		
# of X values	6	
# Y values analyzed	6	



#### L.5.4 Senyawa Vitamin C

Tabel L.5.4.1 Absorbansi Senyawa Vitamin C

<b>Konsentrasi (ppm)</b>	<b>Absorbansi</b>			<b>Absorbansi Rata- Rata</b>
	<b>A1</b>	<b>A2</b>	<b>A3</b>	
Kontrol	0,5150	0,7539	0,7577	0,6773
1	0,4629	0,6414	0,6674	0,5906
Kontrol	0,5135	0,7580	0,7575	0,6763
2	0,4285	0,5609	0,5672	0,5189
Kontrol	0,5138	0,7563	0,7568	0,6756
3	0,3738	0,4463	0,4225	0,4142
Kontrol	0,5142	0,7573	0,7586	0,6767
4	0,3215	0,3103	0,3148	0,3155
Kontrol	0,5139	0,7585	0,7591	0,6772
5	0,2756	0,2079	0,1832	0,2222
Kontrol	0,5142	0,7588	0,7606	0,6779
6	0,2444	0,1184	0,1127	0,1585

Tabel L.5.3.2 Aktivitas Antioksidan Senyawa BHT

<b>Konsentrasi</b>	<b>Absorbansi Kontrol</b>	<b>Absorbansi Sampel</b>	<b>Aktivitas Antioksidan (%)</b>
1	0,6773	0,5906	12,81
2	0,6763	0,5189	23,28
3	0,6756	0,4142	38,69
4	0,6767	0,3155	53,37
5	0,6772	0,2222	67,18
6	0,6779	0,1585	76,62

Persen (%) aktivitas antioksidan dihitung menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{ Aktifitas antioksidan} = \frac{\text{absorbansi kontrol} - \text{absorbansi DPPH sisa}}{\text{absorbansi kontrol}} \times 100\%$$

Contoh :

$$\% \text{ Aktifitas antioksidan} = \frac{0,6773 - 0,5906}{0,6773} \times 100\% = 12,81 \%$$

Nilai EC<sub>50</sub> dihitung menggunakan program *software* “GraphPad prism 7 software” dengan persamaan regresi non linier “Regresion for analizing dose-respon data”

Tabel L.5.2.3 Perhitungan EC<sub>50</sub> Senyawa Vanilin

Konsentrasi (ppm)	Log ppm	Aktivitas Antioksidan (%)
1	0,000	12,81
2	0,301	23,28
3	0,477	38,69
4	0,602	53,37
5	0,699	67,18
6	0,778	76,62

Sehingga diperoleh nilai EC<sub>50</sub>:

Comparison of Fits

Can't calculate

Null hypothesis

Different curve for each data set

Alternative hypothesis

One curve for all data sets

P value

Models have the same DF

Conclusion (alpha = 0.05)

Different curve for each data set

Preferred model

F (DFn, DFd)

Different curve for each data set

Best-fit values

Bottom

= 0

Top

= 100

LogEC50

0,5545

HillSlope

2

EC50

3,585

Span

= 100

Std. Error

0,01586

LogEC50

0,1888

HillSlope

0,5085 to 0,5982

95% CI (profile likelihood)

1,499 to 2,638

LogEC50

3,225 to 3,965

HillSlope

EC50

Goodness of Fit

Degrees of Freedom

4

R square

0,9833

Absolute Sum of Squares

51,9

Sy.x

3,602

Constraints

Bottom

Bottom = 0

Top

Top = 100

One curve for all data sets

Best-fit values

Bottom

= 0

Top

= 100

LogEC50

0,5545

0,5545

HillSlope

2

2

EC50

3,585

3,585

Span

= 100

Std. Error

0,01586

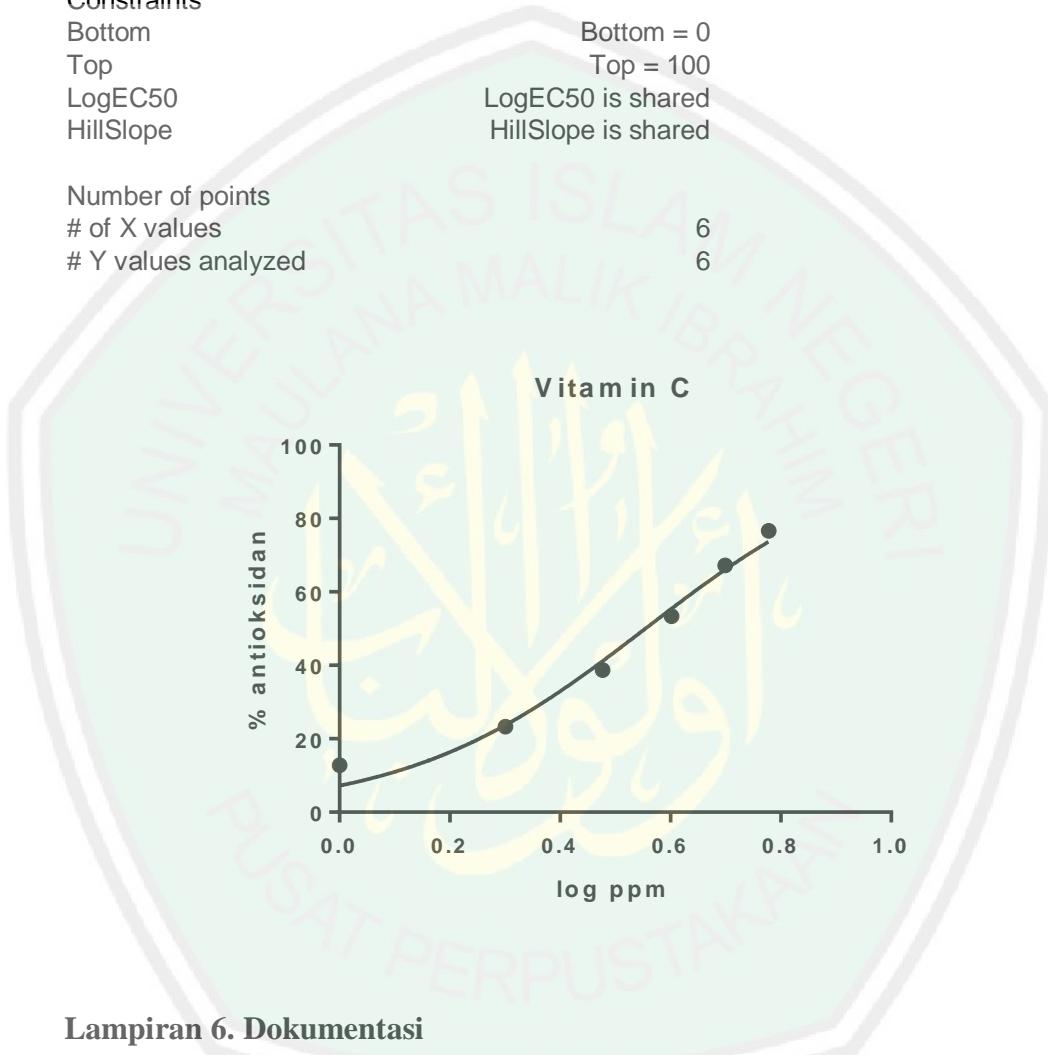
0,01586

LogEC50

0,1888

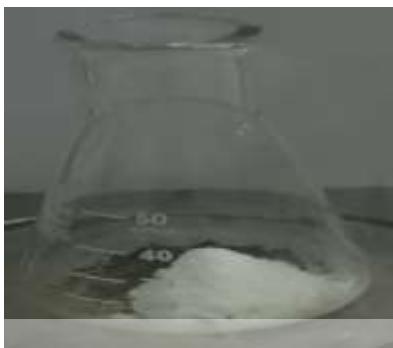
0,1888

95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	0,5085 to 0,5982	0,5085 to 0,5982
HillSlope	1,499 to 2,638	1,499 to 2,638
EC50	3,225 to 3,965	3,225 to 3,965
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom		4
R square	0,9833	0,9833
Absolute Sum of Squares	51,9	51,9
Sy.x		3,602
Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Top	Top = 100	
LogEC50	LogEC50 is shared	
HillSlope	HillSlope is shared	
Number of points		6
# of X values		6
# Y values analyzed		



#### Lampiran 6. Dokumentasi

##### L.6.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)-fenol



Vanilin dan *p*-anisidina



Proses *stirrer*



Hasil *stirrer* vanilin dan *p*-anisidina



Proses penyaringan



Produk sintesis setelah dimasukkan  
desikator



Hasil uji titik lebur

### L.6.2 Uji Sifat Kimia



*p*-anisidina dengan air



vanilin dengan air



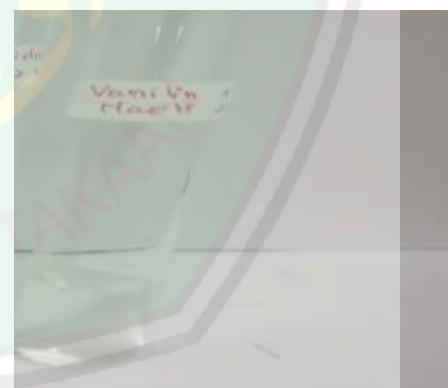
produk sintesis dengan air



produk sintesis dengan NaOH 2M



*p*-anisidina dengan NaOH 2M



vanilin dengan NaOH 2M

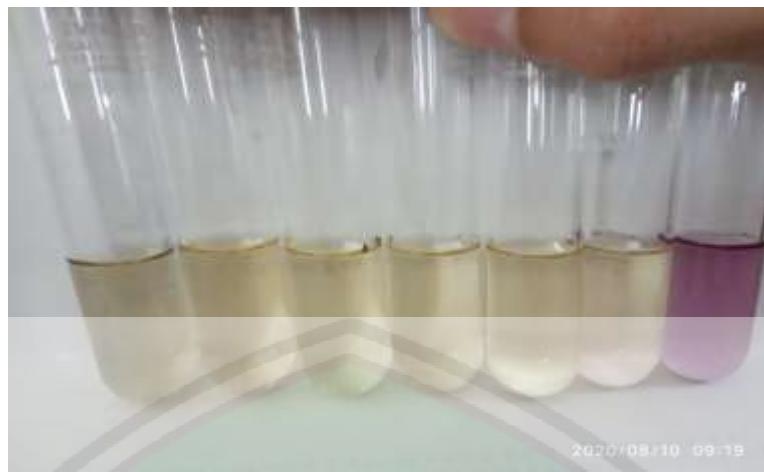
### L.6.3 Uji Aktivitas Antioksidan



Reaksi senyawa basa Schiff dengan DPPH



Reaksi senyawa vanlin dengan DPPH



Reaksi senyawa BHT dengan DPPH



Reaksi senyawa Vitamin C dengan DPPH