

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SENYAWA KOMPLEKS Mn(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF
2-METOKSI-6((4-METOKSIFENILIMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

Oleh:

**NOVA ALFIAN HARIYANTO
NIM. 17630048**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SENYAWA KOMPLEKS Mn(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF
2-METOKSI-6((4-METOKSIFENILIMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

**Oleh:
NOVA ALFIAN HARIYANTO
NIM. 17630048**

**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)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SENYAWA KOMPLEKS Mn(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF
2-METOKSI-6((4-METOKSIFENILIMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

**Oleh:
NOVA ALFIAN HARIYANTO
NIM. 17630048**

**Telah Diperiksa dan Disetujui
Tanggal: 19 November 2021**

Pembimbing I



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

Pembimbing II



**Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068**

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**



**Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SENYAWA KOMPLEKS Mn(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF
2-METOKSI-6((4-METOKSIFENILIMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

**Oleh:
NOVA ALFIAN HARIYANTO
NIM. 17630048**

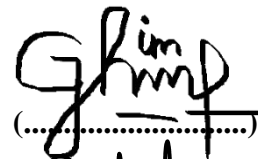
**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 19 November 2021**

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

**Ketua Penguji : Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech
NIDT. 63033**

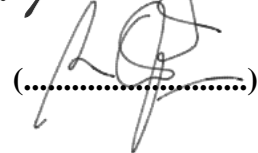
**Sekretaris Penguji : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069**

**Anggota Penguji : Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068**


(.....)


(.....)


(.....)


(.....)

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**



**Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010**

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nova Alfian Hariyanto

NIM : 17630048

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol

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

Malang, 19 November 2021
Yang membuat pernyataan,



Nova Alfian Hariyanto
NIM. 17630048

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah swt yang telah memberikan rahma dan ridho-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6((4-Metoksifenilimino)Metil)Fenol**”. Shalawat serta salam kita haturkan kepada kanjeng Nabi Muhammad SAW yang telah memberikan suri tauladan kepada umatnya. Semoga kita menjadi umat yang pandai dalam mensyukuri segala nikmat yang telah diberikan Allah SWT, dan berharap mendapatkan syafaat di dunia maupun akhirat. Amiiin.

Penyusunan penelitian ini dibuat untuk memenuhi salah satu kriteria kelulusan yang ada di jurusan kimia. Penelitian ini dapat disusun karena dukungan, motivasi serta bimbingan dari berbagai pihak. Tiada kata yang patut terucap untuk menguntai makna kebahagiaan. Oleh karena itu, izinkanlah penulis menyampaikan banyak terima kasih kepada:

1. Bapak Purhadi dan Ibu Isfiatun selaku kedua orang tua penulis yang telah mendo'akan, memberi semangat dan nasihatnya.
2. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen pembimbing penulis yang telah memberikan saran. mengarahkan, memberikan nasihat serta masukkan kepada penulis.
3. Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan saran serta masukkan kepada penulis.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

5. Kakak tingkat angkatan 2015 dan 2016 khususnya Safira N, Andrean Jovianto, M. Irchom Salafi yang telah membantu, memberikan informasi dan bekerja sama kepada penulis.
6. Teman seperjuangan penulis khususnya kelompok sintesis kompleks (Wariatus Solawati, Nining Ratna R, Raniqul Isfahani, Lumatut Durotil F) dan kelompok sintesis basa Schiff.
7. Orang terdekat penulis diantaranya Devi Rahmawati, Arief Hardiyan Fitroni, M. Finan Faried, Taufiqurrahman, M Rizal Al Farizi, M. Ilham Kusuma W., M. Khairul Umami dan seluruh teman angkatan kimia 2017 yang telah memotivasi dan bekerja sama dengan penulis.
8. Serta adik tingkat angkatan 2018 dan 2019 yang telah memberikan motivasi selama proses pengerjaan skripsi dari awal sampai akhir.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis sangat terbuka akan kritik dan saran yang bersifat membangun dari berbagai pihak. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana perkembangan ilmu pengetahuan baru, bermanfaat bagi semua pihak sehingga menjadi lebih baik, baik dan baik selamanya. Amin.

Malang, 19 November 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
ABSTRAK	xii
ABSTRACT	xiii
ملخص.....	xiv

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	5

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino) metil)fenol	6
2.2 Logam Mangan (Mn(II)).....	8
2.3 Kompleks Basa Schiff.....	8
2.4 Sintesis Kompleks Basa Schiff dengan Metode Sonikasi.....	10
2.5 Karakterisasi	11
2.5.1 FTIR	11
2.5.2 UV-Visible.....	12
2.5.3 ¹ H-NMR.....	13
2.5.4 XRD	14

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	16
3.2 Alat dan Bahan.....	16
3.2.1 Alat	16
3.2.2 Bahan	16
3.3 Rancangan Penelitian.....	17
3.4 Tahapan Penelitian.....	17
3.5 Cara Kerja	18
3.5.1 Karakterisasi Ligan	18
3.5.1.1 Uji titik leleh senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol	18
3.5.1.2 Uji kelarutan senyawa ligan basa Schiff dengan	18
3.5.1.3 Karakterisasi gugus fungsi dengan spektrofotometer FTIR	19
3.5.2 Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan [2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol] dan garam logam MnCl ₂ .4H ₂ O dengan metode sonikasi	19

3.5.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks.....	19
3.5.3.1 Uji Titik Leleh Senyawa Kompleks.....	19
3.5.3.2 Karakterisasi Kompleks Menggunakan UV-Visible	19
3.5.3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan FTIR.....	20
3.5.3.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan ¹ H-NMR.....	20
3.5.3.5 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan XRD	20

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Kestabilan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil) fenol.....	21
4.1.1 Karakterisasi Sifat Fisika	21
4.1.2 Uji Sifat Kimia Senyawa Ligan Basa Schiff dengan NaOH 2 M	22
4.1.3 Karakterisasi Senyawa ligan dengan FTIR	22
4.2 Sintesis Senyawa Kompleks Basa Schiff.....	24
4.3 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan UV-Vis	27
4.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan FTIR	29
4.5 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan ¹ H-NMR	32
4.6 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis dengan XRD	34
4.7 Senyawa Kompleks Basa Schiff dalam Perspektif Islam	36

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	40
5.2 Saran	40

DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN	46

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir.....	46
Lampiran 2. Perhitungan.....	30
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi.....	52
Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian.....	59

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Serapan gugus fungsi dari Spektra FTIR keempat produk sintesis	7
Tabel 4.1 Hasil karakterisasi sifat fisika ligan basa Schiff	21
Tabel 4.2 Gugus fungsi hasil konfirmasi senyawa ligan basa Schiff.....	24
Tabel 4.3 Hasil pengamatan dari senyawa kompleks basa Schiff	26
Tabel 4.4 Panjang gelombang dari logam $MnCl_2 \cdot 4H_2O$, ligan dan kompleks basa Schiff	29
Tabel 4.5 Gugus fungsi dari senyawa kompleks basa Schiff.....	32
Tabel L.3.4.1 <i>Peak List</i> Hasil Karakterisasi XRD Ligan Basa Schiff	55
Tabel L.3.4.2 <i>Peak List</i> Hasil Karakterisasi XRD Kompleks.....	56

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol	6
Gambar 2.2 Struktur Kompleks [Mn(<i>o</i> -VPA)(OAc)(H ₂ O)]	9
Gambar 2.3 Spektra IR senyawa kompleks Mn(II)	12
Gambar 2.4 Difraktogram MnCl ₂ .4H ₂ O standart dari <i>Inorganic Crystal Structure Database</i> (ICSD)	15
Gambar 4.1 Reaksi asam basa Bronsted-Lowry antara basa Schiff dengan NaOH	22
Gambar 4.2 Spektra FTIR hasil konfirmasi dari senyawa ligan basa Schiff	23
Gambar 4.3 Dugaan reaksi kompleks basa Schiff	25
Gambar 4.4 Hasil UV-Vis dari garam MnCl ₂ .4H ₂ O, senyawa ligan dan kompleks basa Schiff.....	28
Gambar 4.5 Hasil spektra FTIR dari senyawa ligan dan kompleks basa Schiff	30
Gambar 4.6 Hasil spektrum ¹ H-NMR dari kompleks basa Schiff	33
Gambar 4.7 Difraktogram dari ligan dan kompleks basa Schiff.....	34
Gambar 4.8 Dugaan struktur kompleks basa Schiff.....	36

ABSTRAK

Hariyanto, Nova Alfian. 2021. **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mn(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol**. SKRIPSI. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc. Pembimbing II: Rif'atul Mahmudah, M.Si. Konsultan: Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech

Kata kunci: *senyawa kompleks, senyawa basa Schiff, logam Mn(II), metode sonikasi.*

Senyawa kompleks adalah suatu senyawa yang terbentuk atas logam pusat dengan satu atau lebih ligan (gugus pelindung) yang memberikan pasangan elektron bebas. Atom pusat yang digunakan yaitu mangan (II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui karakteristik produk hasil sintesis senyawa kompleks basa Schiff. Sintesis senyawa kompleks basa Schiff menggunakan metode sonikasi. Metode tersebut dilakukan untuk mengefisiensi waktu sintesis, ramah lingkungan dan mengurangi limbah bahan kimia. Hasil konfirmasi menunjukkan bahwa senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol berwarna kuning, berwujud padatan dengan titik leleh kisaran 87,9 – 88,3 °C, larut dalam NaOH 2M dengan perubahan warna menjadi kuning. Karakterisasi dengan FTIR muncul daerah gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang 1616 cm^{-1} . Sedangkan, hasil sintesis kompleks basa Schiff berwarna merah kecoklatan, berwujud padatan dengan titik leleh 233 °C. Karakterisasi UV-Visible menghasilkan pergeseran pada panjang gelombang 615 nm. Hasil FTIR menunjukkan pergeseran gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang 1637 cm^{-1} , serta terdapat serapan Mn-O dan Mn-N pada masing-masing bilangan gelombang 533 cm^{-1} dan 498 cm^{-1} . Hasil $^1\text{H-NMR}$ terjadi pelebaran sinyal pada 3,74 ppm dengan indikasi terbentuknya senyawa kompleks. Sedangkan hasil XRD memiliki pola difraksi baru dari senyawa kompleks basa Schiff berada pada $2\theta = 14^\circ$ dengan hasil refinement R_p : 8,10, R_{wp} : 11,73 dan GoF : 1.

ABSTRACT

Hariyanto, Nova Alfian. 2021. **Synthesis and Characterization of Mn (II) Complex Compounds with Ligand Schiff base 2-methoxy-6 ((4-methoxyphenylimino) methyl) phenol**. SKRIPSI. Department of Chemistry, Faculty of Sains and Technology, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc. Supervisor II Rif'atul Mahmudah, M.Si. Consultant: Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech

Keywords: *complex compounds, Schiff base compound, metal Mn(II), sonication method.*

A complex compound is a compound formed on the central metal ion with one or more ligands (protective groups) that give its lone pair. The central atom used is manganese (II) with a Schiff base ligand 2-methoxy-6((4-methoxyphenylimino)methyl)phenol. The purpose of this study was to determine the characteristics of the product from the synthesis of the Schiff base complex compound. Schiff base complexes were synthesized using the sonication method. This method is carried out to make synthesis time efficient, environmentally friendly and reduce chemical waste. The results confirmation showed that the basic Schiff ligand compound 2-methoxy-6((4-methoxyphenylimino)methyl)phenol was yellow, in the form of a solid with a melting point of 87,9 – 88,3 °C, soluble in 2M NaOH with a yellow color change. Characterization with FTIR gives imine absorption area (C=N) at wave number 1616 cm⁻¹ with moderate intensity. Meanwhile, the results of the synthesis of the Schiff base complex gave a brownish-red color, in the form of a solid with a melting point of >233 °C. UV-Visible characterization resulted in a shift at a wavelength of 615 nm. The FTIR showed a shift in imine absorption (C=N) at wave number 1637 cm⁻¹ with moderate intensity, and there was Mn-O and Mn-N absorption wavenumbers 533 cm⁻¹ and 498 cm⁻¹. The ¹H-NMR results showed a widening of the signal at 3.74 ppm with an incitaion of complex compound is formed. While the XRD results have a new diffraction pattern from the Schiff base complex compound at 2θ = 14⁰ with refinement results of *Rp*: 8,10, *Rwp*: 11,73 and *GoF*: 1.

ملخص

حاري نبط ، نوبا الفيان، ٢٠٢١. توليف وتوصيف مركب المنغنيز (٢) المركب مع قاعدة شيف يجنـد ٢-
ميثوكسي-٦- (٤-ميثوكسيفينيلامينو) ميثيل) الفينول. البحث الجامعي. قسم الكيمياء ، كلية
العلوم والتكنولوجيا ، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأولى :
أحمد حنفي الماجستير العالمي، المشرفة لثاني: رفة المحمـدة الماجستير العالمية . و مستشار
فضيلة نور ليلى لطيفة الماجستير التكنولوجية الحيوية

الكلمات المفتاحية: مجمع معقد. مركب قاعدة شيف. فلز المنغنيز (٢). طريقة صوتنة

المركب المعقد هو مركب يتكون من معدن مركزي به رابطة واحدة أو أكثر (مجموعات واقية) تتبرع بزوج وحيد من الإلكترونات. الذرة المركزية المستخدمة هي المنغنيز (١١) مع قاعدة شيف يجنـد ٢-ميثوكسي-٦- (٤-ميثوكسيفينيلامينو) ميثيل) الفينول. كان الغرض من هذه الدراسة هو تحديد خصائص المنتج من تخليق معقد قاعدة شيف. تم تصنيع مجموعات قاعدة شيف باستخدام طريقة الصوتنة. يتم تنفيذ هذه الطريقة لجعل عملية التوليف فعالة من حيث الوقت وصديقة للبيئة وتقايل النفايات الكيميائية. أظهرت نتائج التأكيد أن مركب شيف يجنـد الأساسي ٢-ميثوكسي-٦- (٤-ميثوكسيفينيلامينو) ميثيل) الفينول كان أصفر ، على شكل مادة صلبة مع نقطة انصهار في حدود ٨٧,٩ - ٨٨,٣ درجة مئوية ، قابل للذوبان في M_2 . هيدروكسيد الصوديوم مع تغير اللون الأصفر. يظهر التوصيف باستخدام FTIR منطقة مجموعة imine (C = N) عند رقم الموجة ١٦١٦ سم^{-١}. في هذه الأثناء ، نتيجة تخليق معقد قاعدة شيف تكون حمراء بنية اللون ، على شكل مادة صلبة مع درجة انصهار ٢٣٣ درجة مئوية. أدى التوصيف المرئي للأشعة فوق البنفسجية إلى حدوث تحول بطول موجة يبلغ ٦١٥ نانومتر. تظهر نتائج FTIR تحولاً في مجموعة imine (C = N) عند رقم الموجة ١٦٣٧ سم^{-١} ، وهناك امتصاص Mn-N و Mn-Mn-O عند أرقام الموجة ٥٣٣ سم^{-١} و ٤٩٨ سم^{-١} ، على التوالي. أظهرت نتائج H-NMR اتساعاً للإشارة عند ٣,٧٤ دلالة على تكوين مركبات معقدة. بينما تحتوي نتائج XRD على نمط حيود جديد من مركب قاعدة شيف عند $140 = \theta$ ، مع نتائج التحسين $Rp : ٨,١٠$ و $Rwp : ١١,٧٣$ و $GoF : ١$.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa basa Schiff merupakan salah satu jenis ligan yang terbentuk dari keton atau aldehida dengan amina primer sehingga memiliki gugus azometina. Adanya gugus azometina memberikan keistimewaan seperti halnya selektivitas, kemudahan melakukan sintesis dan aplikasinya yang luas. Selain itu, senyawa basa Schiff memiliki kepekaan terhadap ion logam terutama ion logam transisi, sehingga dapat berikatan membentuk kompleks basa Schiff (Osowole, 2008).

Senyawa kompleks basa Schiff terbentuk dari ikatan kovalen koordinasi antara atom pusat (penerima elektron) dengan ligan (pendonor elektron). Ikatan kovalen koordinasi pada senyawa kompleks disebabkan adanya orbital kosong pada atom pusat sehingga dapat terisi oleh pasangan elektron bebas dari ligan. Senyawa kompleks basa Schiff memiliki berbagai manfaat diantaranya aktivitas antimikrobia (Mirsha dan Jain, (2011)), aktivitas antibakteri (Aziz dkk., 2020), sebagai katalis reaksi (Gupta dkk., 2008), dan aktivitas antikanker serta efisiensi dalam elektrokemoterapi (Alkis dkk., 2020). Menurut Misha dan Jain (2011) senyawa kompleks memiliki aktivitas antimikroba yang lebih tinggi daripada ligan. Meningkatnya aktivitas tersebut dikarenakan faktor polaritas ion logam, struktur mengkhelat sehingga meningkatkan penetrasi kompleks ke dalam membran lipid dan menghambat aktivitas mikroba. Berdasarkan hal tersebut menarik perhatian dari peneliti untuk mengembangkan penelitian bidang kimia khususnya dalam senyawa kompleks basa Schiff.

Sintesis kompleks basa Schiff dapat dilakukan dengan beberapa logam, salah satunya logam transisi. Terdapat logam-logam transisi yang baik dan stabil untuk digunakan dalam pembentukan kompleks dengan ligan basa Schiff, misalnya logam Mn(II), Cu(II), Ni(II) dan Co(II) (Yu dkk., 2009). Diantara logam transisi tersebut, logam Mn(II) memiliki konfigurasi $[Ar] 3d^5 4s^2$ dan terdapat orbital d yang kosong sehingga dapat membentuk ikatan kovalen koordinasi. Selain itu senyawa kompleks dari atom pusat Mn(II) memiliki uji toksisitas yang baik dengan nilai LC_{50} 182,79 ppm (Dharmayanti, 2015). Berdasarkan hal tersebut, logam Mn menjadi alternatif yang tepat dalam pembentukan senyawa kompleks sebagai atom pusat (Housecroft dan Sharpe, 2005).

Beberapa hasil penelitian memberikan informasi mengenai rendemen senyawa kompleks dari logam Mn(II) seperti penelitian dari Aziz dkk., (2020) yang telah mensintesis kompleks basa Schiff melalui metode ultrasonik menggunakan ligan *2-(benzo[d][1,3]dioxol-5-ylmethyleneamino) benzoic acid* dengan logam transisi Mn(II), Cu(II), dan Pb(II) menghasilkan rendemen berturut-turut sebesar 83%, 78%, dan 80%. Penelitian lain juga telah menghasilkan kompleks basa Schiff dari ligan *N-(o-Vanillinidene)-p-anisidine* dengan logam transisi Mn(II), Zn(II), dan Ni(II) menghasilkan rendemen berturut-turut sebesar 60%, 60%, dan 60% dengan metode refluks (Maurya dkk., 2003).

Allah swt berfirman dalam al-Qur'an surat Al-Jatsiyah (45) ayat 13 :

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْاَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ ۗ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لَاٰيٰتٍ لِّقَوْمٍ يَّتَفَكَّرُوْنَ

Artinya : “Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir” (QS. al-Jatsiyah : 13).

Menurut tafsir Ibnu Katsir kata menundukkan memiliki makna bahwa Allah Swt telah menciptakan apa yang di langit dan di bumi sehingga dapat digunakan dalam memenuhi kebutuhan manusia. Selanjutnya terdapat kalimat terakhir yang berartikan manusia diharuskan melakukan sebuah pola pemikiran mengenai inovasi, kreatifitas baru karena seluruh ciptaan Allah Swt memiliki manfaat sendiri-sendiri. Hal tersebut mendorong manusia untuk mengembangkan berbagai ilmu pengetahuan misalnya penelitian mengenai macam-macam senyawa baru di bidang kimia.

Sintesis kompleks basa Schiff telah dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya metode sonikasi (Aziz dkk., 2020), metode refluks (Maurya dkk., 2003), dan irradiasi *microwave* (Mishra dan Jain, 2011). Menurut Liqin dkk., (2007) sintesis dengan menggunakan metode sonikasi memiliki beberapa kelebihan diantaranya waktu reaksi relatif singkat, operasi alat yang sederhana dan hasil sintesis yang lebih tinggi. Parsaee (2017) telah mensintesis kompleks basa Schiff dengan ligan *4-((E)-((2-((E)-((3-methyl-phenyl)imino)methyl)phenyl)imino)methyl)-N-pentyl-N-(4-((E)-((2-((E)-((phenylimino)methyl)phenyl)imino)methyl)phenyl)aniline* dan logam Cd(II) menghasilkan rendemen sebesar 82% memanfaatkan metode sonikasi. Mousavi dkk., (2018) juga telah mensintesis senyawa kompleks basa Schiff dari logam Zn(II) dengan ligan yang berasal dari reaktan *triethylenetetramine* dan *cinnamaldehyde* menggunakan metode sonikasi menghasilkan rendemen sebesar 82%.

Berdasarkan uraian diatas, penelitian ini akan dilakukan sintesis kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol yang telah disintesis oleh Jovianto (2020) dan logam Mn(II) dengan menggunakan metode

sonikasi. Sebelum dilakukan sintesis kompleks basa Schiff, terlebih dahulu dilakukan konfirmasi uji secara fisik, uji kelarutan dan karakterisasi dengan FTIR untuk memastikan kestabilan senyawa ligan. Sedangkan, hasil sintesis kompleks basa Schiff akan dilakukan uji secara fisik, serta dikarakterisasi menggunakan spektroskopi UV-Vis, FTIR, ^1H NMR dan XRD.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana kestabilan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol dari hasil uji secara fisik, uji kelarutan dan karakterisasi menggunakan FTIR?
2. Bagaimana hasil karakterisasi kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol dengan logam Mn(II)?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui kestabilan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol dari dari hasil uji secara fisik, uji kelarutan dan karakterisasi menggunakan FTIR.
2. Untuk mengetahui karakterisasi kompleks basa Schiff dari sintesis ligan 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol dengan logam Mn(II).

1.4 Batasan Masalah

Batasan permasalahan dalam penelitian ini adalah :

1. Sampel yang digunakan adalah hasil sintesis dari Jovianto (2020) berupa senyawa 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol yang telah disimpan

± 1 tahun.

2. Menggunakan metode sonikasi (sonikator jarum) selama 5 menit pada suhu ruang.
3. Sintesis kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol dengan logam yang berasal dari garam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.
4. Karakterisasi senyawa produk terbatas hanya pada pengamatan wujud, warna, titik lebur, serta karakterisasi menggunakan FTIR, UV-Vis, ^1H NMR, dan XRD.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi dalam perkembangan ilmu pengetahuan. Salah satunya dalam penerapan inovasi metode sonikasi dalam sintesis kompleks basa Schiff. Serta dapat memberikan informasi mengenai karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol dan logam Mn(II).

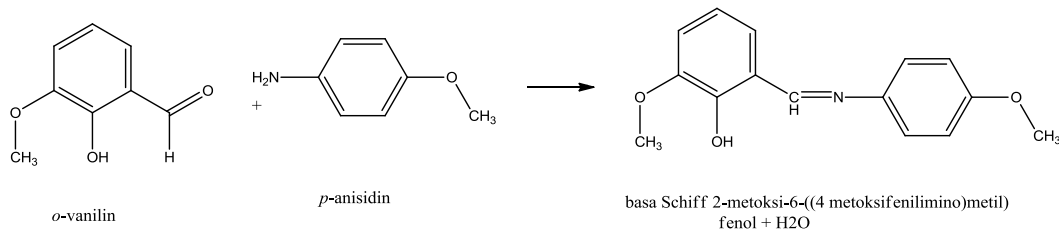
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol

Senyawa basa Schiff adalah salah satu senyawa yang berhasil ditemukan pertama kali oleh seorang kimiawan Jerman yang bernama Hugo Schiff pada tahun 1964 dengan reaksi kondensasi dari karbonil dan amina primer (Brodowska, 2014). Nama lain yang sering digunakan untuk menyebut senyawa basa Schiff yakni amina, azometina, dan anil. Senyawa basa Schiff memiliki ciri struktur yakni gugus (-C=N) dengan rumus umum (RHC=N-R1), R dan R1 dapat diganti dengan aril, alkil atau heterosiklik (Asharf, 2011).

Secara umum, reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dapat terjadi secara reversibel. Reaksi tersebut dapat dilakukan dengan pelarut organik volatil dan dikatalisasi dengan suatu asam. Selain itu, senyawa basa Schiff juga dapat dilakukan tanpa menggunakan pelarut dan katalis. Reaksi pembentukan tersebut juga dapat berjalan secara irreversibel (Gisbeck dkk., 2012). Salah satu contoh reaksi pembentukan basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol (Jovianto, 2020)

Karakteristik dari senyawa basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol memiliki wujud padatan kuning dan titik leburnya antara 89,9-90,2 °C. Karakteristik lain dari senyawa ini dapat dilakukan sintesis dengan beberapa metode seperti metode penggerusan dan sonikasi yang masing-masing metode tersebut menghasilkan rendemen tinggi yaitu sebesar 99,7123% dan 99,0749% (Jovianto, 2020). Selain itu, senyawa ini tidak larut dalam aquades dan larut dalam NaOH dengan adanya perubahan warna larutan menjadi kuning. Karakteristik gugus fungsi dari basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol yang dapat terdeteksi oleh detektor IR ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Spektra FTIR keempat produk sintesis (Jovianto, 2020)

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
	P1	P2	P3	P4
-OH <i>stretch</i>	3486,106	3488,339	3480,705	3481,504
C _{sp3} -H asimetrik	2948,451	2945,906	2945,379	2945,847
C _{sp3} simetrik	2836,743	2836,156	2835,830	2836,180
Overtone aromatik	2054-1767	2054-1767	2053-1776	2053-1765
C=N	1615,850	1615,633	1625,338	1615,383
C=C aromatis	1508,564	1508,524	1508,177	1508,099
	1298,020	1297,914	1297,914	1297,892
C-O-C asimetrik	1032,234	1032,213	1031,703	1031,532
C-O <i>stretch</i> fenol	1249,506	1249,088	1248,851	1248,988
-CH ₂ <i>bend</i>	833,227	833,199	832,904	832,970

Keterangan:

P1 = Produk sintesis dengan metode refluks

P2 = Produk sintesis dengan metode penggerusan

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

P4 = Produk sintesis dengan metode sonikasi

Senyawa basa Schiff merupakan salah satu ligan bidentat yang dapat berinteraksi dengan logam melalui atom O dan N. Atom O memiliki 2 pasangan elektron bebas, sedangkan atom N mempunyai 1 pasangan elektron bebas. Pasangan elektron bebas dari senyawa basa Schiff diduga dapat membentuk sepi

(khelat) sehingga dapat memperkuat medan kristal. Menurut Effendy, (2013) kekuatan medan kristal dapat dipengaruhi oleh kekuatan ligan, keelektronegatifan pada ligan netral dan kelebihan ligan dalam membentuk sepi (khelat). Hal ini dapat memberikan indikasi awal bahwa senyawa basa Schiff dapat membentuk senyawa kompleks.

2.2 Logam Mangan (Mn(II))

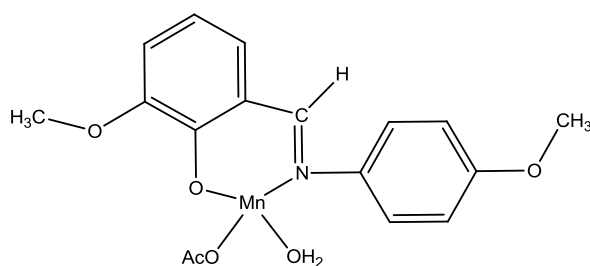
Pembentukan senyawa kompleks dapat menggunakan golongan logam pada transisi pertama. Mangan merupakan salah satu logam transisi pada deret pertama dengan nomor atom 25 dan massa atom relatif (Ar) sebesar 54.94 gram/mol (Lee, 1991). Mangan memiliki konfigurasi elektronik $[_{18}\text{Ar}] 3d^5 4s^2$ dengan ion yang umum yaitu Mn^{2+} dan tingkat oksidasi +2, +3, +4, +6, dan +7 (Sugiyarto, 2012). Mn (II) memiliki lima elektron yang tidak berpasangan sehingga dapat membentuk channel yang stabil serta kerangka polimer koordinasi yang dihasilkan berpori dan besar (Ma dkk., 2012). Konfigurasi elektronik $3d^5$ dari ion Mn(II) memberikan orbital d yang kosong serta dapat membentuk kompleks dengan mengalami distorsi apabila diletakkan kedalam simetri kubus yaitu bujur sangkar dan oktahedral.

2.3 Kompleks Basa Schiff

Senyawa kompleks adalah suatu senyawa yang terbentuk atas atom pusat dengan satu atau lebih ligan (gugus pelindung) yang memberikan pasangan elektron bebas. Donor pasangan elektron bebas ligan kepada atom pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks hasil sintesis juga disebut senyawa koordinasi (Cotton, 1984). Ligan (gugus pelindung) berada dibagian luar

dari senyawa koordinasi yang berperan sebagai basa Lewis (pendonor pasangan elektron bebas). Sedangkan atom pusat berada dibagian pusat (bagian tengah) senyawa koordinasi berperan sebagai asam Lewis (penerima pasangan elektron bebas) (Chang, 2004; Shriver, 2006).

Senyawa kompleks merupakan gabungan dari asam Lewis (atom pusat) dan basa Lewis salah satunya basa (ligan). Salah satu contoh ligan yang digunakan dalam senyawa kompleks yaitu ligan basa Schiff yang mempunyai donor elektron pada atom N,N,O (Dawood, 2009). Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2, bahwa atom pusat (logam) mengikat atom N, O sehingga membentuk senyawa kompleks.



Gambar 2.2 Struktur Kompleks $[Mn(o\text{-VPA})(Oac)(H_2O)]$ (Muarya dkk., 2003)

Muarya dkk., (2003) telah melakukan sintesis kompleks basa Schiff dengan berbagai logam transisi salah satunya logam Mn. Sintesis kompleks basa Schiff dilakukan dengan perbandingan mol ligan:atom pusat (2:1). Menurut Yu dkk., (2009) dugaan struktur kompleks Mn(II) oktahedral dengan mengikat 2 ligan basa Schiff dan 2 atom Cl. Dugaan tersebut dihasilkan dari karakterisasi menggunakan *Single crystal X-Ray Diffraction* dengan data kristalografi kompleks diantaranya sistem kristal *monoclinic*, *space group* $P2_1/c$ dan nilai GOF sebesar 0,938.

Senyawa kompleks basa Schiff memiliki manfaat diantaranya sebagai aktivitas antibakteri (Aziz dkk., 2020; Ismiyanto dkk., 2020), aktivitas antikanker (Alkis dkk., 2020), dan sebagai katalis (Gupta dkk., 2008). Menurut Mirsha dan Jain (2011) senyawa kompleks memiliki peningkatan aktivitas antimikroba karena terdapat struktur yang mengkhelat dan polaritas ion logam. Selain itu, pengaruh dari gugus amina juga dapat menyebabkan ikatan hidrogen sehingga dapat menghambat pertumbuhan organisme (Cahyana dan Pratiwi, 2015).

2.4 Sintesis Kompleks Basa Schiff dengan Metode Sonikasi

Metode sonikasi merupakan salah satu metode yang dapat digolongkan dalam metode *green synthesis* (Bendale dkk., 2011). Metode ini memiliki prinsip pemanfaatan efek gelombang ultrasonik (gelombang suara) yang berfrekuensi tinggi dan daya inputnya ke dalam campuran zat pada sistem kimia. Pada proses sintesis, umumnya tidak ada interaksi langsung antara gelombang ultrasonik dengan spesies molekuler (Ameta dkk., 2018). Namun, efek kimia dari gelombang ultrasonik dapat menyebabkan kavitasi akustik. Efek akustik yaitu proses pembentukan, pertumbuhan serta meletusnya gelembung akibat radiasi ultrasonik (Bendale, dkk., 2011). Hal itu menyebabkan pembentukan berbagai spesies kimia, yang tidak mudah dicapai dalam kondisi konvensional. Selain itu, spesies ini bertanggung jawab untuk mendorong ke arah reaktivitas yang tidak biasa dalam entitas molekuler (Ameta dkk., 2018).

Beberapa penelitian kompleks basa Schiff yang telah dilakukan menggunakan metode sonikasi yaitu Nikpassand dkk., (2013) telah melakukan sintesis kompleks basa Schiff dari logam $\text{Cu}(\text{OAc})_2$ dan ligan basa Schiff

menggunakan pelarut etanol 10 mL dengan metode sonikasi pada suhu 60 °C dan waktu 15 menit menghasilkan rendemen sebesar 98%. Selanjutnya hasil penelitian dari Hoseyni (2017) telah mensintesis logam Co(II) dengan ligan dari *para-chloro-aniline* dan *3-nitrobenzaldehyde* menggunakan metode ultrasonik dengan total waktu sintesis 9 menit. Sedangkan Aziz dkk., (2020) telah melakukan sintesis kompleks Mn (II), Cu (II) dan Sn(II) dengan ligan dari *piperonal* dan *anthranilic acid* menggunakan metode sonikasi pada suhu 60 °C selama 25-30 menit secara berturut-turut menghasilkan rendemen sebesar 83%, 78% dan 75%.

2.5 Karakterisasi

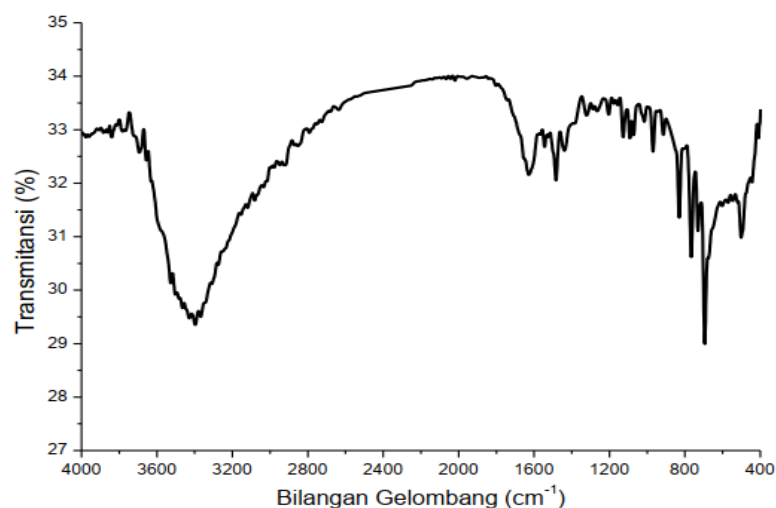
2.5.1 FTIR

Spektrofotometri *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) adalah salah satu instrumentasi yang sangat sering digunakan dalam identifikasi senyawa hasil sintesis terutama dalam sintesis senyawa organik. FTIR memiliki prinsip kerja yang cukup sederhana yakni apabila suatu radiasi gelombang elektromagnetik mengenai suatu materi, maka akan menimbulkan suatu interaksi berupa penyerapan energi (absorpsi) oleh molekul-molekul dari materi tersebut. Absorpsi sinar inframerah memiliki energi yang kurang untuk mengeksitasi elektron, namun dapat meningkatkan gerak vibrasi pada suatu molekul tersebut (Fessenden dkk., 1982). Karakterisasi FTIR menggunakan metode pelet KBr pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} , karena pada daerah tersebut terdapat serapan vibrasi gugus fungsi senyawa target (Gandjar dan Rohman, 2007).

Serapan khas senyawa basa Schiff terletak pada C=N pada daerah 1600-1550 cm^{-1} memiliki karakteristik serapan yang kuat (Ummathur, 2009). Menurut Muarya dkk., (2003), spektra FTIR pada hasil sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan

p-anisidina dengan serapan C=N sekitar daerah 1610 cm^{-1} , O-H fenolik sekitar 3400 cm^{-1} , C-O fenolik sekitar 1450 cm^{-1} . Spektra khas kompleks dapat dilihat dari serapan M-O sekitar 510 cm^{-1} dan serapan M-N dengan daerah serapan sekitar 435 cm^{-1} .

Martak, (2018) telah mensintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan 2-(4-klorofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dan logam $\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ditunjukkan pada Gambar 2.3. Hasil spektra IR senyawa kompleks Mn(II) memiliki ikatan C=N aromatik sekitar daerah $1627,97\text{ cm}^{-1}$, C=C aromatik sekitar daerah $1483,31\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan serapan C=N terlihat disekitar daerah $1091,75\text{ cm}^{-1}$, benzena yang tersubstitusi pada posisi *para* terlihat sekitar daerah $765,77\text{ cm}^{-1}$. Puncak khas senyawa kompleks terdapat ikatan Mn-O yang dapat dilihat pada daerah 501 cm^{-1} dan ikatan Mn-N terlihat pada daerah 443 cm^{-1} .



Gambar 2.3 Spektra IR senyawa kompleks Mn(II) (Martak, 2018)

2.5.2 UV-Visible

Spektrofotometri UV-Visible merupakan salah satu instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi senyawa hasil sintesis. Spektrofotometri UV-

Visible menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) sehingga digunakan sebagai analisis kuantitatif maupun kualitatif. Menurut Mulja dan Suharman, (1995) analisis kualitatif dapat diperoleh dari panjang gelombang maksimum yang digunakan sebagai data pendukung atau data sekunder. Absorpsi atom atau molekul (M) pada daerah ultraviolet dan sinar tampak akan memberikan efek transisi elektronik, yaitu promosi keadaan elektron-elektron dari orbital keadaan dasar dengan energi rendah ke keadaan tereksitasi dengan energi yang lebih tinggi.

Menurut Aziz dkk., (2020) produk hasil kompleks dari ligan *2-(benzo[d][1,3] dioxol-5-ylmethyleneamino) benzoic acid* dengan logam Mn(II) menghasilkan panjang gelombang aromatik pada 226 nm (transisi $\pi \rightarrow \pi^*$), imina pada 266 nm (transisi $\pi \rightarrow \pi^*$), dan imina pada 302 (transisi $n \rightarrow \pi^*$). Gueye dkk., (2018) telah mengetahui karakterisasi produk senyawa kompleks dari logam Mn(II) dengan ligan *2-((2-Hydroxyphenylimino)methyl)-6-methoxyphenol* pada panjang gelombang fenolik pada 266 nm (transisi $\pi \rightarrow \pi^*$), imina pada 300 nm (transisi $n \rightarrow \pi^*$). Selanjutnya, hasil penelitian dari Dharmayanti dan Martak, (2015) memberikan informasi bahwa panjang gelombang maksimum dari $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ pada daerah 286 nm, sedangkan panjang gelombang maksimum dari senyawa kompleks Mn(II)-2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol pada daerah 378 nm.

2.5.3 1H -NMR

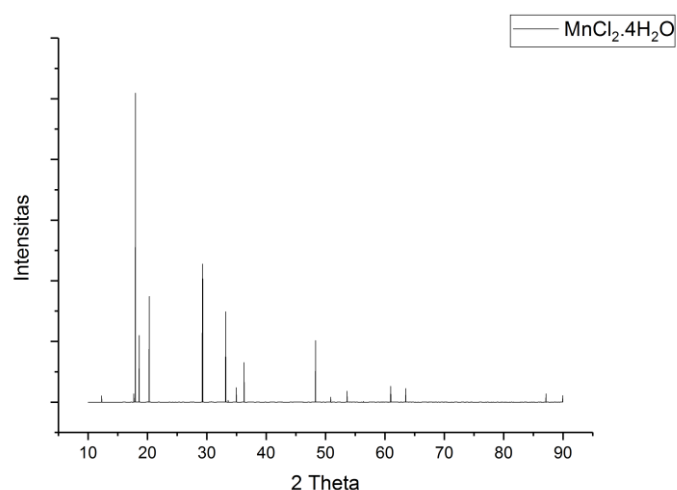
1H -NMR (*Hydrogen-Nuclear Magnetic Resonance*) merupakan suatu alat yang dapat digunakan untuk menentukan jumlah proton (H) lingkungan kimia pada molekul organik. Karakterisasi suatu senyawa organik melalui interaksi antara

frekuensi gelombang radio yang disertai medan magnet dengan sampel, sehingga atom-atom senyawa sampel akan mengalami perputaran spin dan memunculkan spektra pada rekorder melalui deteksi lingkungan kimia yang mengandung proton (H). Perlu diketahui bahwa, umumnya hanya suatu atom yang mengikat atom H yang dapat terdeteksi (Dachriyanus, 2004).

Menurut Aziz dkk., (2020) pergeseran kimia produk hasil kompleks dari ligan *2-(benzo[d][1,3]dioxol-5-ylmethyleneamino) benzoic acid* dengan logam Mn(II) diantaranya pada 8,78 (singlet, 2H, -CH=N), 8,44 (singlet, 1H, -CH=N), 7,49-6,86 (multiplet, 7H, Ar-H), 3,83 dan 3,76 (2 singlet, 6H, 2 -OCH₃). Govindaraj dkk., (2018) juga mengetahui produk basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tollimino)metil)fenol yang terbentuk dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina, diantaranya yang jelas melalui pergeseran kimia pada 8,9 ppm (singlet, 1H, -CH=N), dan 7,3-6,8 (multiplet, 7H, Ar-H).

2.5.4 XRD

XRD (*X-Ray Diffraction*) salah satu instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa berdasarkan pengamatan pola pembiasan cahaya yang memiliki susunan atom pada kisi kristalnya (Setidabudi, 2012). XRD menggunakan sumber cahaya dari sinar X dengan sudut tertentu yang menghasilkan pola difraksi dari pembiasan senyawa. Pola difraksi tersebut dijadikan dasar analisis secara kualitatif untuk senyawa kompleks basa Schiff. Analisis kualitatif dilakukan dengan cara membandingkan difraktogram hasil analisis dengan difraktogram standart yang telah tersedia. Salah satu difraktogram *database* dari MnCl₂.4H₂O disajikan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Difraktogram MnCl₂·4H₂O standart dari *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) No. 23939.

Alkis dkk., (2020) telah melakukan karakterisasi menggunakan *Powder X-ray diffraction* dengan rentang 2θ antara $10 - 90^\circ$. Penelitian tersebut menghasilkan puncak difraksi dari senyawa kompleks Ru(II) dan Co(II) masing-masing berada pada $2\theta = 10,3^\circ$; $13,6^\circ$; $15,9^\circ$; $37,2^\circ$ dan $2\theta = 28,2^\circ$. Menurut Buldurun dkk., (2019) karakterisasi kompleks Ru(II) dengan XRD terdapat difraksi baru pada $2\theta = 14,4^\circ$.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni – Juli 2021 dan bertempat di Laboratorium Organik, Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi ¹H-NMR dilaksanakan di Institut Teknologi Bandung. Serta karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium PT Inovasi Hijau Indonesia Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, *melting point apparatus* STUART tipe SMP11, seperangkat alat sonikasi (sonikator), spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000, Spektrofotometri UV-Vis Varian Cary 50, dan seperangkat instrumen ¹H-NMR Agilent DD2 500 MHz serta seperangkat alat XRD.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol hasil sintesis dari Jovianto (2020) yang telah disimpan ± 1 tahun, MnCl₂.4H₂O (Merck), etanol (P.a), NaOH 2M, dan aquades.

3.3 Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian ini dimulai dengan melakukan konfirmasi kestabilan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol hasil sintesis dari Jovianto (2020). Konfirmasi yang dilakukan meliputi uji titik leleh, uji kelarutan dan karakterisasi menggunakan instrumen FTIR. Kemudian tahap berikutnya yaitu sintesis senyawa kompleks basa Schiff dengan ligan tersebut dan logam Mn(II) yang berasal dari garam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ menggunakan metode sonikasi. Senyawa produk hasil selanjutnya diidentifikasi secara fisik dan diuji titik leleh. Tahapan berikutnya yaitu karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan instrumen UV-Vis, FTIR dan $^1\text{H-NMR}$ serta XRD. Identifikasi dan karakterisasi hasil senyawa produk hasil sintesis dilakukan analisis secara kualitatif .

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:

1. Uji titik leleh senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((4- metoksifenilimino)metil)fenol.
2. Uji kelarutan senyawa ligan basa Schiff menggunakan NaOH.
3. Karakterisasi senyawa ligan basa Schiff menggunakan spektrofotometer FTIR.
4. Sintesis kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol dengan logam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan metode sonikasi.
5. Uji titik leleh senyawa kompleks basa Schiff.
6. Karakterisasi senyawa kompleks hasil sintesis menggunakan UV-Vis.
7. Karakterisasi senyawa ligan dan kompleks hasil sintesis menggunakan FTIR.
8. Karakterisasi hasil produk kompleks termurni dengan $^1\text{H-NMR}$.

9. Karakterisasi hasil kompleks menggunakan XRD.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Karakterisasi Ligan

3.5.1.1 Uji Titik Leleh Senyawa Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol

Titik leleh senyawa ligan 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol ditentukan menggunakan *melting point apparatus* (MPA). Senyawa ligan 2-kometoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol dimasukkan dalam pipa kapiler kemudian dimasukkan dalam lubang kecil disamping blok termometer pada alat. Cara pengoperasian alat sesuai petunjuk MPA. Penentuan titik lebur dibuat dengan sistem *range* dimana titik bawah terukur ketika sampel pertama kali melebur dan titik atas terukur ketika sampel melebur sempurna.

3.5.1.2 Uji Kelarutan Senyawa Ligan Basa Schiff

Senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol diambil sebanyak 0,005 gram dimasukkan ke dalam 2 tabung reaksi. Tabung reaksi 1 ditambahkan dengan NaOH 2M sebanyak 3 mL, tabung reaksi 2 ditambahkan dengan aquades sebanyak 3 mL. Campuran tersebut dikocok dan diamati perubahan yang terjadi.

3.5.1.2 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi gugus fungsi senyawa ligan 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000. Senyawa ligan diambil sedikit dan campur dengan KBr kemudian digerus dengan mortar agate. Campuran tersebut dipres dan dibentuk

pellet lalu diletakkan dalam *cell holder* pada instrumen FTIR. Kemudian dioperasikan spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

3.5.2 Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan [2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol] dan garam logam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan metode sonikasi (Aziz dkk., 2020)

Garam logam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,09895 gram (0,5 mmol) dan ligan 2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol sebanyak 0,25719 gram (1 mmol) dicampur dalam etanol 20 mL dimasukkan kedalam gelas beaker. Campuran tersebut dilakukan sintesis menggunakan alat sonikasi dengan 20 kHz selama 5 menit pada suhu ruang. Hasil sintesis kemudian disaring dan dikeringkan dalam desikator sampai beberapa hari hingga massanya konstan. Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk menentukan rendemen produk hasil sintesis.

3.5.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks

3.5.3.1 Uji Titik Leleh Senyawa Hasil Sintesis

Titik leleh senyawa hasil sintesis ditentukan menggunakan *melting point apparatus* (MPA). Senyawa hasil sintesis dimasukkan dalam pipa kapiler kemudian dimasukkan dalam lubang kecil disamping blok termometer pada alat. MPA dinyalakan kemudian diatur suhu sesuai petunjuk penggunaan. Diamati proses pelelehan hasil sintesis hingga melebur.

3.5.3.2 Karakterisasi Kompleks Menggunakan UV-Visible

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Visible digunakan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum hasil sintesis senyawa kompleks. Logam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, ligan basa Schiff dan senyawa hasil sintesis masing-masing

dibuat dengan konsentrasi $7,8 \times 10^{-5}$ M dengan menggunakan pelarut etanol dan dimasukkan kedalam tabung reaksi. Kemudian, diambil sampel untuk dimasukkan kedalam *cell holder* pada instrumen UV-Visible. Pengukuran dilakukan dengan rentang panjang gelombang 200-800 nm.

3.5.3.3 Karakterisasi Gugus Fungsi kompleks dengan FTIR

Karakterisasi gugus fungsi senyawa kompleks menggunakan spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000. Senyawa kompleks diambil sedikit dan campur dengan KBr kemudian digerus menggunakan mortar agate. Setelah itu dipres dan dibentuk pellet lalu diletakkan dalam *cell holder* pada instrumen FTIR dan dianalisis spektrum IR pada rentang bilangan gelombang $4000-400 \text{ cm}^{-1}$.

3.5.3.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan $^1\text{H-NMR}$

Karakterisasi lingkungan proton senyawa kompleks dilakukan dengan menggunakan $^1\text{H-NMR}$. Sampel dilarutkan dalam pelarut DMSO- d_6 . Selanjutnya, sampel dituangkan ke dalam tabung NMR hingga kedalaman sampel 4,5 cm. Setelah itu, dijalankan alat $^1\text{H-NMR}$ hingga menghasilkan spektra. Langkah berikutnya yaitu interpretasi data yang dihasilkan secara kualitatif.

3.5.3.5 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada senyawa ligan basa Schiff dan senyawa kompleks untuk mengetahui pola difraksi. Pengukuran dilakukan menggunakan XRD pada suhu kamar pada rentang $2\theta = 3-90^\circ$.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Kestabilan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino) metil) fenol

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil) fenol telah disintesis dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina oleh Jovianto pada tahun 2020. Senyawa tersebut selanjutnya akan digunakan sebagai ligan dalam sintesis senyawa kompleks. Maka dari itu, perlu dilakukan karakterisasi ulang untuk mengkonfirmasi kestabilan senyawa basa Schiff tersebut. Karakterisasi ulang meliputi uji sifat fisik, kimia dan karakterisasi menggunakan instrumen FTIR.

4.1.1 Karakterisasi Sifat Fisika

Karakterisasi sifat fisika dari ligan basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol untuk mengamati wujud, warna dan titik lebur. Hasil konfirmasi sifat fisika senyawa basa Schiff memiliki kemiripan dengan hasil karakterisasi yang dilakukan oleh Jovianto, (2020). Hasil konfirmasi sifat fisika ligan basa Schiff ditunjukkan pada Tabel 4.1 Berdasarkan hal tersebut, senyawa ligan basa Schiff diindikasikan dalam keadaan masih stabil.

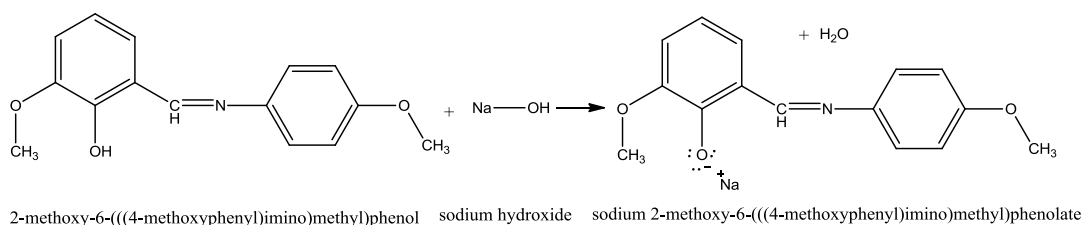
Tabel 4.1 Hasil konfirmasi sifat fisika ligan basa Schiff

Parameter	Hasil Karakterisasi		
	Konfirmasi	Jovianto (2020)	Referensi ^(a)
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Kuning Kecoklatan	Kuning Kecoklatan	Kuning Kecoklatan
Titik Lebur	87,9 – 88,3 °C	87,5-88,4 °C	98-100 °C

Keterangan: (a) Nadhifah (2020)

4.1.2 Uji Sifat Kimia Senyawa Ligan Basa Schiff dengan NaOH 2M

Uji sifat kimia dilakukan dengan melarutkan senyawa ligan dengan larutan NaOH 2M. Uji sifat kimia ini untuk mengetahui keberadaan gugus fenolat pada senyawa ligan. Prinsip yang digunakan dalam uji sifat kimia ini yaitu asam basa Bronsted-Lowry, dimana NaOH bertindak sebagai basa (penerima H^+), sedangkan senyawa ligan basa Schiff bertindak sebagai asam (pendonor H^+). Reaksi yang terjadi antara ligan basa Schiff dengan NaOH ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Reaksi asam basa Bronsted-Lowry antara basa Schiff dengan NaOH

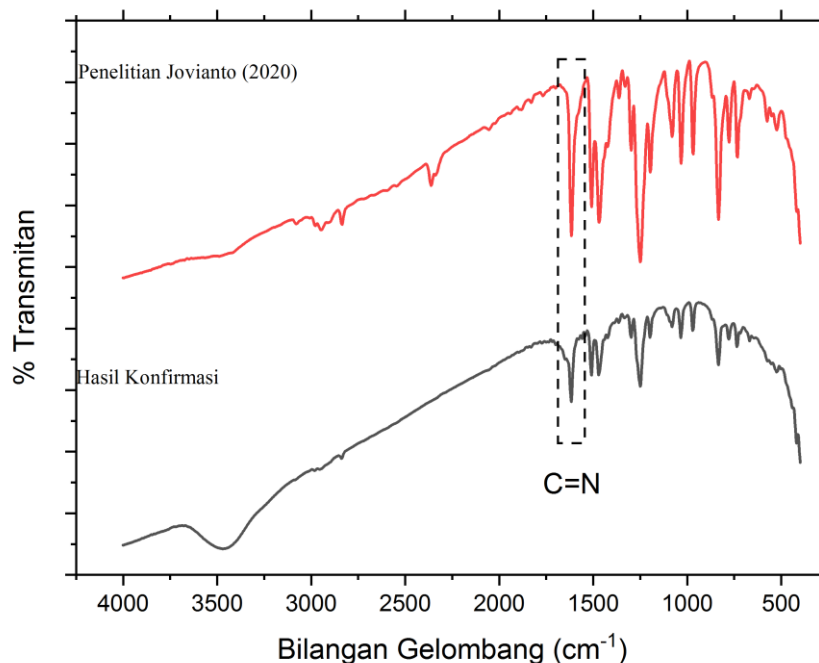
Hasil kelarutan dalam NaOH 2M menunjukkan bahwa senyawa ligan basa Schiff larut dengan adanya perubahan dari warna kuning kecoklatan menjadi kuning. Reaksi yang terjadi antara senyawa ligan dengan larutan NaOH menghasilkan sebuah molekul air dan garam natrium fenolat yang terlarut. Hal tersebut menunjukkan bahwa pada struktur senyawa basa Schiff masih terdapat gugus fenolat.

4.1.3 Karakterisasi Senyawa Ligan dengan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui serapan gugus fungsi senyawa ligan. Gugus fungsi khas senyawa ligan dapat diketahui dari

serapan imina ($-\text{C}=\text{N}-$) pada bilangan gelombang 1616 cm^{-1} dengan intensitas kuat.

Hasil spektra FTIR dari senyawa ligan ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Spektra FTIR hasil konfirmasi dari senyawa ligan basa Schiff

Berdasarkan Gambar 4.2 dapat diketahui serapan lain yang dapat memperkuat senyawa ligan, yaitu pada bilangan gelombang $3469\text{--}3475\text{ cm}^{-1}$ dengan serapan yang melebar mengindikasikan terdapat gugus fungsi $-\text{OH}$ *stretching*. Serapan dengan intensitas lemah pada bilangan gelombang sekitar 3028 cm^{-1} mengindikasikan adanya $\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H}$ *stretching*, serta indikasi adanya $\text{C}_{\text{sp}3}\text{-H}$ asimetrik terdapat pada bilangan gelombang sekitar 2944 cm^{-1} . Selanjutnya terdapat indikasi $\text{C}_{\text{sp}3}\text{-H}$ simetrik pada bilangan gelombang sekitar 2837 cm^{-1} dengan intensitas lemah. Terdapat serapan dengan intensitas sedang pada bilangan gelombang $2045\text{--}1756\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya cincin aromatik yang *overtone*. Kemudian pada bilangan gelombang $1508\text{--}1471\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan

adanya ikatan C=C aromatis pada benzena, serta terdapat ikatan C-O-C asimetrik metoksi dengan intensitas sedang pada bilangan gelombang 1297-1033 cm^{-1} . Adapun pada bilangan gelombang 1246 cm^{-1} terdapat indikasi ikatan C-O *stretching* pada fenol dengan intensitas sedang dan pada bilangan gelombang 832 cm^{-1} terdapat indikasi dari ikatan -CH *bending* aromatik dengan intensitas sedang. Rangkuman bilangan gelombang hasil konfirmasi senyawa ligan basa Schiff ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Gugus fungsi hasil konfirmasi senyawa ligan basa Schiff

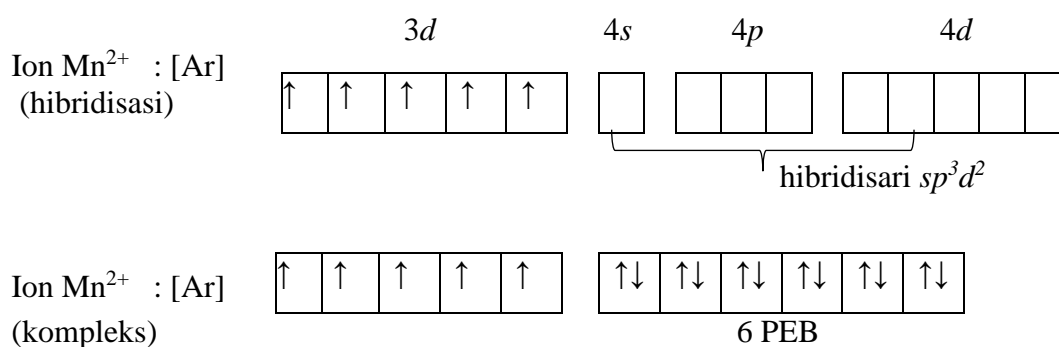
Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		
	Konfirmasi	Jovianto (2020)	Literatur
-OH <i>stretching</i>	3469	3488	3590-3400 ^(a)
C _{sp2} -H <i>stretching</i>	3028	3027	3080-3010 ^(a)
C _{sp3} -H asimetrik	2944	2945	2955-2935 ^(a)
C _{sp3} -H simetrik	2837	2836	2835 ^(b)
<i>Overtone</i> aromatik	2045-1756	2054-1767	2000-1800 ^(a)
C=N	1616,322	1615	1645-1605 ^(a)
C=C aromatik	1508-1471	1508	1525-1470 ^(a)
C-O-C asimetrik	1297-1033	1297-1032	1300-1000 ^(a)
C-O <i>stretching</i> fenol	1246	1249	1260-1180 ^(a)
-CH <i>bending</i> aromatik	832	833	860-760 ^(a)

Keterangan : (a) Socrates, (2001); (b) Shriner dkk., (2004)

Berdasarkan Tabel 4.2 diketahui gugus fungsi imina (C=N) pada bilangan gelombang 1616 cm^{-1} dari hasil konfirmasi senyawa ligan basa Schiff terdapat kesamaan dengan gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} hasil penelitian dari Jovianto (2020). Hal tersebut memperkuat dugaan bahwa senyawa ligan basa Schiff dalam keadaan masih stabil.

4.2 Sintesis Senyawa Senyawa Kompleks Basa Schiff

Sintesis kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)



Berdasarkan teori ikatan valensi, pembentukan senyawa kompleks dapat dilakukan tanpa melibatkan proses eksitasi. Sifat senyawa kompleks yaitu paramagnetik ditunjukkan dengan adanya lima elektron yang tidak berpasangan pada orbital $3d$. Maka dari itu, senyawa kompleks memiliki bilangan koordinasi 6 yang mengindikasikan membentuk struktur oktahedral.

Sintesis kompleks basa Schiff dilakukan menggunakan metode sonikasi dengan pelarut etanol. Hasil sintesis kompleks basa Schiff dilakukan pengamatan meliputi sifat fisika dan perhitungan rendemen yang ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil pengamatan dari senyawa kompleks basa Schiff

Parameter	Senyawa		
	$MnCl_2 \cdot 4H_2O$	Basa Schiff	Kompleks basa Schiff
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Merah muda	Kuning Kecoklatan	Merah Kecoklatan
Titik Leleh ($^{\circ}C$)	>450 $^{\circ}C$	87,9-88,3 $^{\circ}C$	>233 $^{\circ}C$
Massa (mg)	-	-	0,1744
Rendemen (%)	-	-	80,08 %

Berdasarkan hasil pengamatan yang ditunjukkan pada Tabel 4.3, senyawa produk kompleks basa Schiff yang terbentuk memiliki karakteristik berwujud padatan berwarna merah kecoklatan. Karakteristik ligan basa Schiff yaitu berwujud

padatan berwarna kuning dan garam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ berwujud padat berwarna merah muda. Ketiga senyawa tersebut memiliki perbedaan yang jelas, sehingga menjadi dugaan awal terbentuknya kompleks basa Schiff. Hal ini diperkuat oleh penelitian Maurya dkk., (2003) yang telah melakukan sintesis kompleks basa Schiff dengan ligan dan logam yang sama dengan karakteristik padatan berwarna merah kecoklatan.

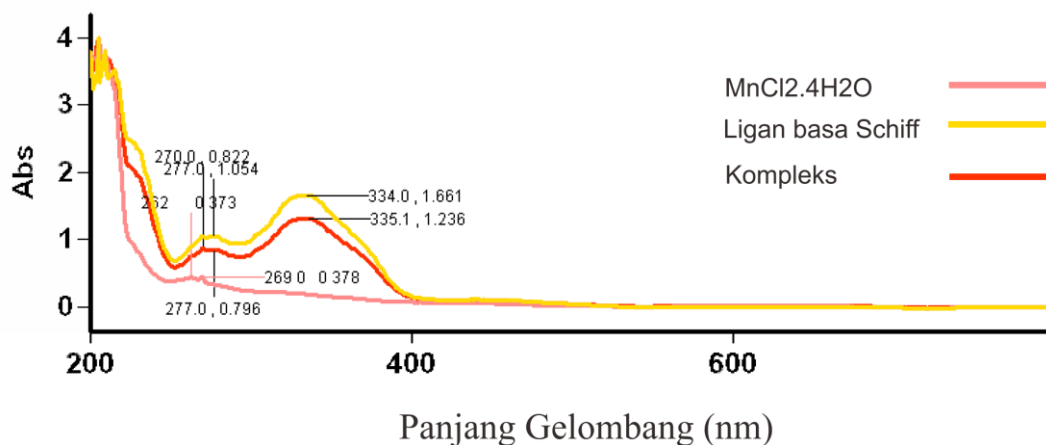
Hasil uji titik leleh senyawa ligan basa Schiff berada pada rentang suhu 87,9 – 88,3 °C. Titik leleh garam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ berada pada suhu >450 °C. Sedangkan, uji titik leleh senyawa kompleks pada suhu >233 °C. Ketiga senyawa tersebut memiliki perbedaan titik leleh yang relatif jauh. Menurut Yu dkk., (2009) hasil uji titik leleh senyawa kompleks Mn(II) berada pada suhu ~260 °C. Berdasarkan uraian tersebut, hasil uji titik leleh memperkuat dugaan terbentuknya senyawa kompleks basa Schiff.

Sintesis senyawa kompleks telah dilakukan dengan waktu 5 menit pada suhu ruang dan pelarut etanol . Pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa rendemen yang dihasilkan relatif tinggi sebesar 80,08 %. Menurut Nikpassand dkk. (2013) sintesis kompleks basa Schiff dengan metode sonikasi menggunakan waktu 7-8 menit dengan pelarut etanol menghasilkan rendemen 89%. Hal ini menguatkan dugaan bahwa sintesis dengan metode sonikasi membutuhkan waktu yang relatif singkat dan menghasilkan rendemen relatif tinggi dengan menggunakan pelarut etanol.

4.3 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan UV-Visible

Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Visible dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum dari senyawa hasil sintesis.

Karakterisasi dilakukan dalam spektrum sinar ultraviolet dan sinar tampak pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Hasil spektra UV-Visible ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil UV-Visible dari garam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, senyawa ligan dan kompleks basa Schiff

Hasil spektra UV-Visible memberikan informasi mengenai panjang gelombang maksimum ketiga senyawa tersebut. Senyawa garam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 269 nm. Hal ini sesuai dengan literatur yang melaporkan panjang gelombang maksimum sebesar 286 nm (Dharmayanti dkk., 2015). Sedangkan senyawa basa Schiff memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 277 nm dengan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ menggambarkan adanya gugus aromatik dan pada panjang gelombang maksimum sebesar 334 nm yang mengalami transisi $n \rightarrow \pi^*$ menggambarkan adanya gugus $\text{C}=\text{N}$. Hal itu sesuai dengan laporan penelitian yang telah dilakukan oleh Khasanudin, (2018) menunjukkan panjang gelombang maksimum 283 nm dengan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dan 335 nm dengan transisi $n \rightarrow \pi^*$.

Berdasarkan hasil UV-Visible, senyawa kompleks basa Schiff memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 277 nm yang mengalami transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ pada gugus aromatik. Serta terdapat transisi $n \rightarrow \pi^*$ pada gugus imina pada panjang gelombang maksimum 335 nm. Selanjutnya, terdapat panjang gelombang maksimum 615 nm yang menunjukkan adanya transisi $d \rightarrow d$ transisi dari senyawa kompleks basa Schiff. Hasil penelitian Alkis dkk., (2020) menunjukkan bahwa senyawa kompleks basa Schiff $[\text{CuCIL}(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ memiliki panjang gelombang 274, 288, 295, 327, 386, 614, 648 dan 677 nm. Hasil UV-Visible telah dirangkum dalam Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Panjang gelombang dari logam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, ligan dan kompleks basa Schiff

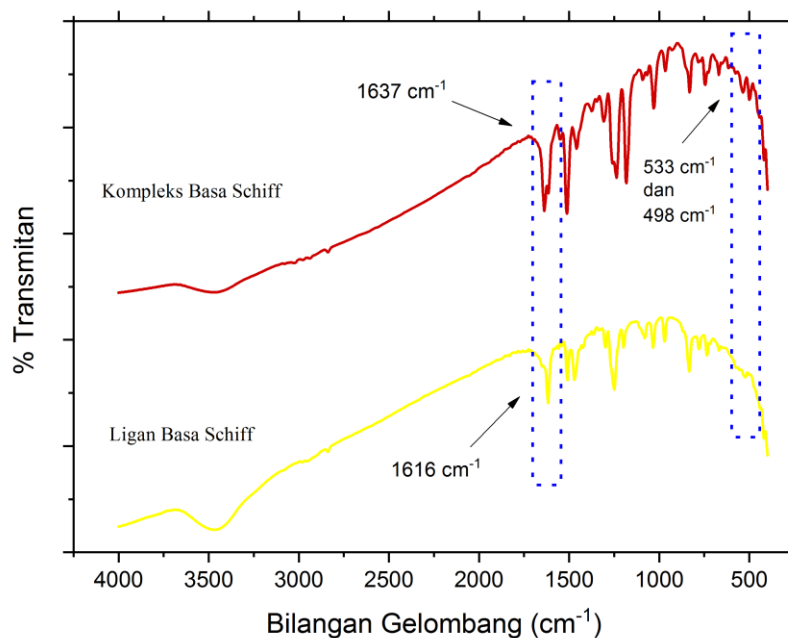
Senyawa	Panjang Gelombang (nm)
$\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	213, 262 dan 269
Basa Schiff	270, 277 dan 334
Kompleks	270, 277, 335 dan 615

Berdasarkan Tabel 4.4 hasil spektra UV-Visible dari ketiga senyawa tersebut memberikan perbedaan panjang gelombang maksimum. Hal itu dapat dilihat dari munculnya panjang gelombang maksimum senyawa kompleks basa Schiff sebesar 615 nm. Adanya perbedaan panjang gelombang tersebut dapat menguatkan dugaan bahwa senyawa kompleks basa Schiff telah terbentuk.

4.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan FTIR

Karakterisasi senyawa produk dengan menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa tersebut. Karakterisasi

spektra FTIR dilakukan dengan bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Gugus fungsi hasil dari senyawa produk ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Hasil spektra FTIR dari senyawa ligan dan kompleks basa Schiff

Berdasarkan hasil spektra FTIR, pada bilangan gelombang 3469 cm^{-1} terdapat gugus $-\text{OH}$ dari ligan basa Schiff. Kemudian terjadi pergeseran ke daerah bilangan gelombang 3472 cm^{-1} pada senyawa kompleks basa Schiff. Penelitian Buldurun dkk., (2019) menyebutkan ada pergeseran gugus $-\text{OH}$ senyawa ligan menjadi kompleks basa Schiff dari bilangan gelombang 3347 cm^{-1} menjadi 3430 cm^{-1} . Hal tersebut didukung oleh munculnya serapan pada bilangan gelombang 533 cm^{-1} yang mengindikasikan ikatan Mn-O. Menurut Maurya dkk., (2003) ikatan Mn-O muncul pada bilangan gelombang 522 cm^{-1} . Penelitian lainnya juga menyebutkan ikatan Mn-O muncul pada bilangan gelombang 595-500 cm^{-1} (Buldurun dkk., 2019), dan pada bilangan gelombang 532 cm^{-1} (Alkis dkk., 2020).

Selain adanya ikatan Mn-O, terdapat pergeseran gugus C-O dari senyawa ligan menjadi kompleks basa Schiff pada bilangan gelombang dari 1246 cm^{-1} menjadi 1236 cm^{-1} . Menurut penelitian Yu dkk., (2009) pergeseran gugus C-O dari senyawa ligan menjadi kompleks basa Schiff muncul pada bilangan gelombang dari 1257 cm^{-1} menjadi 1237 cm^{-1} . Selain itu, masih adanya gugus -OH fenolik di dalam senyawa kompleks basa Schiff diduga karena tidak terjadi deprotonasi (Guoliang dkk., 2006).

Hasil spektra FTIR juga terdapat pergeseran pada gugus C=N dari senyawa ligan menjadi kompleks basa Schiff dengan bilangan gelombang 1616 cm^{-1} menjadi 1637 cm^{-1} . Menurut Buldurun dkk., (2019) gugus C=N mengalami pergeseran dari bilangan gelombang 1594 cm^{-1} menjadi 1604 cm^{-1} . Pergeseran tersebut diduga disebabkan adanya peregangan dari gugus azometin (C=N) yang membentuk ikatan kovalen koordinasi pada atom N dengan atom pusat Mn. Hal tersebut didukung oleh adanya serapan pada bilangan gelombang 498 cm^{-1} yang mengindikasikan ikatan Mn-N. Dugaan ini diperkuat dengan hasil penelitian dari Alkis dkk., (2020) yang menjelaskan bahwa ikatan Mn-N dapat ditemukan pada bilangan gelombang 506 cm^{-1} , dan 457 cm^{-1} . Penelitian lain juga menemukan ikatan Mn-N pada bilangan gelombang 490 cm^{-1} (Mirsha dan Jain, (2011). Beberapa gugus fungsi lain dari senyawa ligan dan kompleks basa Schiff telah dirangkum dalam Tabel 4.5.

Berdasarkan perbandingan Tabel 4.5 hasil spektra FTIR terdapat pergeseran gugus fungsi antara senyawa ligan dan kompleks basa Schiff. Pada senyawa kompleks basa Schiff, munculnya ikatan Mn-O dan Mn-N pada bilangan gelombang 533 cm^{-1} dan 498 cm^{-1} . Hal tersebut menguatkan indikasi bahwa

senyawa kompleks basa Schiff telah terbentuk. Dugaan struktur kompleks basa Schiff ditunjukkan pada Gambar 4.8.

Tabel 4.5 Gugus fungsi dari senyawa kompleks basa Schiff

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		
	Ligan	Kompleks	Literatur
-OH <i>stretching</i>	3469	3472	3590-3400 ^(a)
C _{sp2} -H <i>stretching</i>	3028	3030	3080-3010 ^(a)
C _{sp3} -H asimetrik	2944	2958	2955-2935 ^(a)
C _{sp3} -H simetri	2835	2837	2835 ^(b)
<i>Overtone</i> aromatik	2045-1756	2054-1767	2000-1800 ^(a)
C=N	1616	1637	1645-1605 ^(a)
C=C aromatis	1508 – 1471	1511 – 1457	1525-1470 ^(a)
C-O-C asimetrik	1297 – 1033	1307	1300-1000 ^(a)
C-O <i>stretching</i> fenol	1246	1236	1260-1180 ^(a)
-CH <i>bending</i> aromatik	832	830	860-760 ^(a)
Mn-O	-	533	587-523 ^(c)
Mn-N	-	498	450 ^(d)

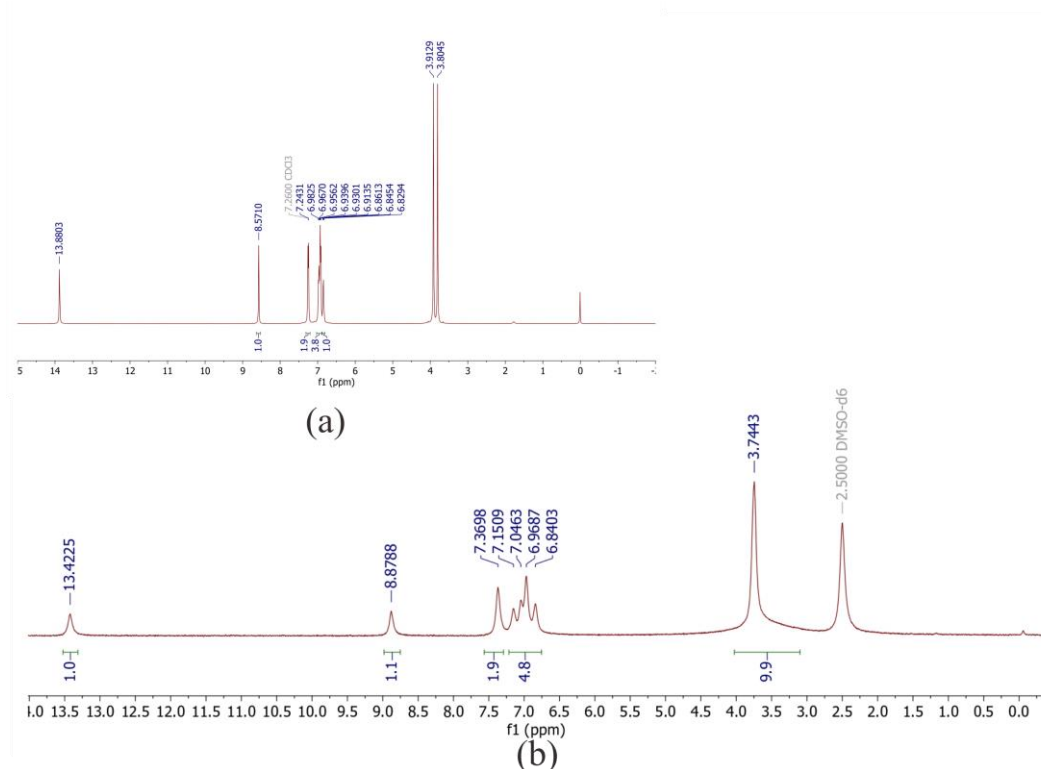
Keterangan : (a) Socrates, (2001); (b) Shriner, dkk., (2004); (c) Alkis, dkk., (2020); (d) Maurya, dkk., (2003)

4.5 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan ¹H-NMR

Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff dengan instrumentasi ¹H-NMR digunakan untuk mengetahui lingkungan proton di dalam senyawa tersebut. Karakterisasi ini memakai pelarut DMSO-D₆ dengan operasi instrumen pada 500 MHz. Hasil spektrum ¹H-NMR ditunjukkan pada Gambar 4.6.

Berdasarkan Gambar 4.6, sinyal proton dari gugus hidroksi fenol muncul pada pergeseran kimia 13,42 ppm (1H, *s*). Adanya gugus hidroksi fenol diduga tidak terdeprotonasi (Gouliang, dkk., 2006). Kemudian terdapat sinyal proton pada gugus imina (-HC=N) pada 8,87 ppm (1H, *s*). Menurut Unver dan Hayvali, (2009) pergeseran kimia gugus imina muncul pada sekitar 8,38 ppm dengan bentuk *singlet*. Selanjutnya, muncul pergeseran kimia pada sekitar 7,15 ppm (1H, *d*); 6,84 ppm

(1H, *t*); 7,0463 ppm (1H, *d*); 7,36 ppm (2H, *d*) dan 6,96 (2H, *d*) yang menunjukkan sinyal dari cincin aromatik. Menurut Guoliang dkk., (2006), adanya cincin aromatik pada pergeseran kimia 7,27 ppm (2H, *d*); 7,23-6,88 ppm (3H, *m*). Jika dibandingkan dengan spektrum $^1\text{H-NMR}$ dari ligan basa Schiff (Gambar 4.6 (a)), maka pergeseran kimia pada gugus $-\text{OH}$, $-\text{HC}=\text{N}$, dan cincin aromatik relatif sama.



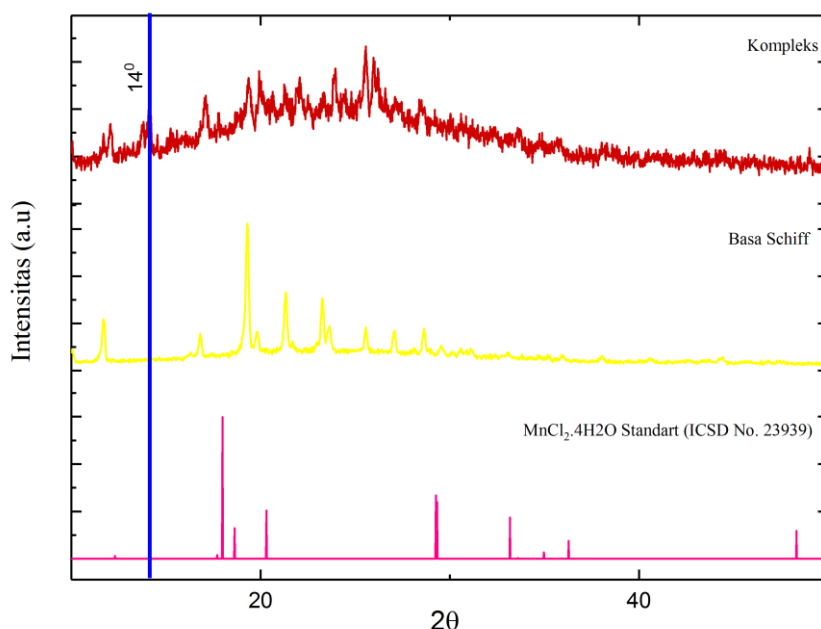
Gambar 4.6 Hasil spektrum $^1\text{H-NMR}$ (a) ligan dan (b) kompleks basa Schiff

Hasil $^1\text{H-NMR}$ ligan basa Schiff terdapat pergeseran kimia 3,91 ppm dan 3,80 ppm yang menunjukkan adanya gugus metoksi dengan jumlah proton 6H. Sedangkan hasil spektrum $^1\text{H-NMR}$ kompleks terdapat pergeseran kimia 3,74 ppm dengan indikasi gugus metoksi ($-\text{OCH}_3$). Akan tetapi terdapat tumpang tindih pada gugus metoksi yang menyebabkan jumlah proton menjadi 10H. Perbedaan jumlah

proton pada gugus metoksi, mengindikasikan bahwa telah terbentuk senyawa produk.

4.6 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis Menggunakan XRD

Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff dengan instrumentasi XRD bertujuan untuk mengetahui pola difraksi. Karakterisasi ini menggunakan *Powder X-Ray Diffraction* dengan dilakukan pada range $3^{\circ} - 90^{\circ}$. Hasil difraktogram XRD ditunjukkan pada Gambar 4.7.



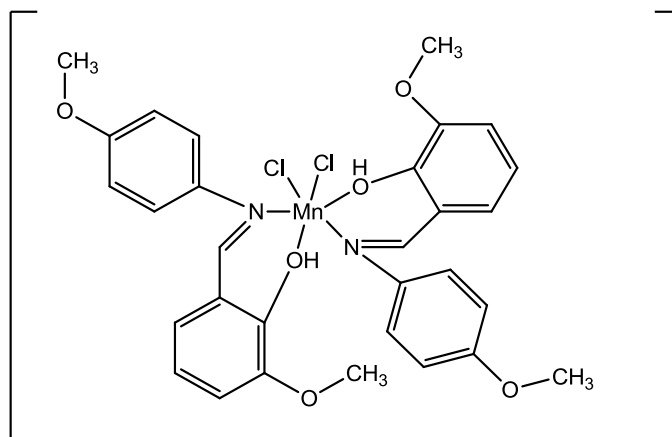
Gambar 4.7 Difraktogram dari ligan dan kompleks basa Schiff

Berdasarkan hasil difraktogram (Gambar 4.7) terdapat pola difraksi dari senyawa ligan basa Schiff pada $2\theta = 12, 19, 21, 23,$ dan 30 . Pola difraksi dari $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ pada $2\theta = 12, 16, 20, 21,$ dan 29 . Pola difraksi dari senyawa kompleks basa Schiff pada $2\theta = 11, 14, 19, 23,$ dan 28 . Pola difraksi antara senyawa ligan dan kompleks basa Schiff relatif sama. Akan tetapi, terdapat puncak difraksi baru dari

senyawa kompleks basa Schiff yang terlihat pada $2\theta = 14^\circ$. Hal tersebut terdapat kemiripan dengan penelitian dari Buldurun dkk., (2019) yang melaporkan bahwa senyawa Ru(II) kompleks menghasilkan puncak difraksi pada $2\theta = 14,4^\circ$.

Pola difraksi dari $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.7, terlihat berbeda dengan kompleks basa Schiff, hal itu diduga $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sudah membentuk senyawa baru. Dugaan lain terlihat dari intensitas senyawa kompleks yang sudah berubah dari reaktan. Dimana senyawa kompleks memiliki kristalinitas yang lebih rendah dibandingkan reaktan. Apabila kedua reaktan tidak bereaksi (membentuk komposit), harusnya pola difraksi $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan ligan basa Schiff terlihat seluruhnya.

Data kristalografi senyawa kompleks basa Schiff diperoleh dari hasil *refinement* menggunakan software Rietica dan metode Le Bail. Data standar yang digunakan dalam proses *refinement* senyawa kompleks basa Schiff (CCDC No. 700722). Hasil *refinement* diperoleh struktur kristal *monoclinic*, group ruang $P2_1/c$, $Z=4$. Parameter kisi $a=9,019620$; $b=11,389239$; $c=28,409822$; dan $\alpha=90$; $\beta=92$; $\gamma=90$. Sedangkan nilai residu profil (R_p) = 8,10 dan residu profil berbobot (R_{wp}) = 11.73, serta nilai *Good of Fitness* (GoF) diperoleh berada pada nilai 1. Menurut Andrieux dkk., (2018) nilai R_p kurang dari 15 %, R_{wp} kurang dari 20%, dan *GoF* kurang dari 5 dapat dikatakan memiliki kecocokan yang baik. Hal tersebut mengindikasikan bahwa senyawa kompleks memiliki kemiripan yang baik dengan data standart (Yu, dkk., 2009). Berdasarkan uraian tersebut, dugaan struktur kompleks ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Dugaan struktur kompleks basa Schiff

4.7 Senyawa Kompleks Basa Schiff dalam Perspektif Islam

Senyawa kompleks basa Schiff memiliki beberapa manfaat berdasarkan penelitian yang telah dilakukan seperti dibidang biologi, farmasi, dan analitik (Gupta dkk., 2008). Selain itu, senyawa tersebut juga memiliki manfaat antara sebagai katalis reaksi (Gupta dkk., 2008), dan aktivitas antimikroba (Mirsha dan Jain, (2011). Salah satu contoh aplikasinya yaitu senyawa kompleks basa Schiff digunakan sebagai kain antibakteri (Ismiyarto, dkk., 2020) dan bedak (Omnia, dkk., 2018). Sebagaimana firman Allah swt. dalam surat Luqman ayat 29 yang berbunyi:

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ يُولِجُ اللَّيْلَ فِي النَّهَارِ وَيُولِجُ النَّهَارَ فِي اللَّيْلِ وَسَخَّرَ الشَّمْسَ وَالْقَمَرَ كُلًّا يَجْرِي إِلَىٰ آجَلٍ مُّسَمًّى وَأَنَّ اللَّهَ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ ۝

Artinya: “*Tidakkah engkau memperhatikan, bahwa Allah memasukkan malam ke dalam siang dan memasukkan siang ke dalam malam dan Dia menundukkan matahari dan bulan, masing-masing beredar sampai kepada waktu yang ditentukan. Sungguh, Allah Mahateliti apa yang kamu kerjakan*”. (QS. Luqman; 29).

Menurut tafsir Kementerian Agama (Kemenag) Allah swt. mengendalikan apa yang ada di langit dan bumi. Diantara bentuk pengendalian-Nya diperlihatkan dalam mengatur siang dan malam sehingga terjadinya beberapa musim dibelahan bumi. Allah swt. juga menundukan matahari dan bulan untuk kegunaan manusia. Pada akhir ayat dinyatakan bahwa Allah swt. Maha teliti mengenai apa yang telah dikerjakan hamba-Nya.

Berdasarkan manfaat yang telah disebutkan, senyawa kompleks basa Schiff tidak ditemukan secara langsung di alam, maka dari itu perlu dilakukan sintesis untuk memperolehnya. Upaya dalam memperoleh senyawa kompleks basa Schiff dapat dilakukan dengan memilih reaktan dan metode sintesis yang tepat. Pertimbangan dalam memilih reaktan yang akan digunakan diantaranya memiliki aktivitas biologis relatif tinggi dan kemudahan mendapatkannya. Kemudian, dari hasil beberapa metode sintesis diperlukan efisiensi metode sintesis untuk mendapatkan senyawa produk dengan rendemen relatif tinggi dan waktu sintesis yang lebih cepat. Upaya-upaya tersebut telah digambarkan oleh Allah swt dalam surat al-Isra ayat 1:

سُبْحَانَ الَّذِي أَسْرَىٰ بِعَبْدِهِ لَيْلًا مِّنَ الْمَسْجِدِ الْحَرَامِ إِلَى الْمَسْجِدِ الْأَقْصَا الَّذِي
بَرَكْنَا حَوْلَهُ لِنُرِيَهُ مِنْ آيَاتِنَا إِنَّهُ هُوَ السَّمِيعُ الْبَصِيرُ ۝

Artinya: “Maha Suci Allah, yang telah memperjalankan hamba-Nya pada suatu malam dari Masjidil Haram ke Masjidil Aqsha yang telah Kami berkahi sekelilingnya agar Kami perlihatkan kepadanya sebagian tanda-tanda (kebesaran) Kami. Sesungguhnya Dia Maha Mendengar, Maha Mengetahui”. (QS. Al Isra; 1).

Tafsir Kemenag menjelaskan bahwa Allah swt. memberikan pernyataan kemahasucian-Nya dengan kata “Subhana” agar manusia mengakui dan menyakini

sifat-sifat kesucian-Nya. Ungkapan tersebut sebagai pernyataan atas kebesaran-Nya yang telah memperjalankan hamba-Nya pada suatu malam. Perjalanan yang dilakukan yaitu pada malam hari dikarenakan waktu yang paling utama untuk mendekatkan diri kepada Allah swt. serta memperlihatkan tanda-tanda kebesaran-Nya. Pada aspek ini, proses melakukan penelitian sintesis senyawa kompleks basa Schiff bersesuaian dengan firman Allah swt. diatas dalam hal menentukan reaktan yang digunakan serta pemilihan metode sintesis.

Senyawa kompleks basa Schiff telah disintesis dengan menggunakan reaktan senyawa basa Schiff dan garam $MnCl_2 \cdot 4H_2O$. Metode yang digunakan yaitu sonikasi pada suhu ruang selama 5 menit. Hasil sintesis tersebut sesuai dengan literatur berdasar pengamatan dari segi wujud, warna dan diidentifikasi menggunakan berbagai instrumen. Akan tetapi, pelarut yang digunakan dalam sintesis tersebut belum termasuk ramah lingkungan dikarenakan kurangnya literatur mengenai sintesis kompleks basa Schiff. Oleh hal itu, Allah swt. berfirman dalam surat Ibrahim ayat 7 yang berbunyi:

وَإِذْ تَأَذَّنَ رَبُّكُمْ لَئِن شَكَرْتُمْ لَأَزِيدَنَّكُمْ وَلَئِن كَفَرْتُمْ إِنَّ عَذَابِي لَشَدِيدٌ

Artinya: “Dan (ingatlah) ketika Tuhanmu memaklumkan, “Sesungguhnya jika kamu bersyukur, niscaya Aku akan menambah (nikmat) kepadamu, tetapi jika kamu mengingkari (nikmat-Ku), maka pasti azab-Ku sangat berat” . (QS. Ibrahim; 7).

Berdasarkan ayat tersebut, tafsir Kemenag menjelaskan yaitu Allah swt. kembali mengingatkan kepada hamba-Nya agar selalu bersyukur atas segala nikmat-Nya. Apabila selalu mensyukuri atas limpahan nikmat-Nya, maka akan ditambah nikmat oleh-Nya. Begitupun sebaliknya, Allah swt. juga telah

mengingatkan kepada hamba-Nya yang tidak mau bersyukur, bahwa akan mendapatkan azab yang sangat berat. Salah satu nikmat yang telah diberikan oleh-Nya yaitu keberhasilan sintesis senyawa kompleks basa Schiff. Hal itu dikarenakan, hasil sintesis kompleks basa Schiff sesuai yang diharapkan dengan memiliki kemiripan karakter dengan literatur. Kemiripan karakter tersebut diamati dari senyawa kompleks basa Schiff memiliki sifat fisik padatan serbuk berwarna merah kecoklatan (Maurya, 2003), terbentuknya gugus Mn-O dan Mn-N (Buldurun dkk.,2019), serta adanya puncak difraksi pada $2\theta = 14^{\circ}$ dengan intensitas 492(64) cps. Sedangkan hasil refinement yaitu nilai residu profil (R_p) = 8,10 dan residu profil berbobot (R_{wp})= 11.73, serta nilai *Good of Fitness* (GoF) diperoleh berada pada nilai 1, sehingga dugaan struktur yaitu oktahedral.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

- a. Ligan basa Schiff memiliki warna kuning kecoklatan, larut dalam NaOH dan titik lebur pada 87,9-88 °C. Hasil karakterisasi FTIR menjelaskan adanya gugus C=N pada bilangan gelombang 1616 cm⁻¹. Berdasarkan data tersebut, senyawa ligan basa Schiff diduga masih stabil.
- b. Sintesis senyawa kompleks memiliki warna merah kecoklatan, dan titik lebur >233 °C. Hasil karakterisasi UV-Vis dari senyawa kompleks terlihat dari adanya pergeseran panjang gelombang maksimum 615 nm. Hasil FTIR menjelaskan adanya pergeseran gugus C=N dari bilangan gelombang 1616 cm⁻¹ menjadi 1637 cm⁻¹, serta munculnya gugus Mn-N dan Mn-O masing-masing pada bilangan gelombang 533 cm⁻¹ dan 498 cm⁻¹. Selain itu, hasil karakterisasi ¹H-NMR pada gugus -OH tidak mengalami deprotonasi dan mengalami *overlapping peak* pada pergeseran kimia 3,74 ppm. Hasil XRD menunjukkan puncak difraksi yang berbeda antara MnCl₂.4H₂O, senyawa ligan dan kompleks. Posisi puncak difraksi senyawa kompleks basa Schiff berada pada $2\theta = 14^{\circ}$. Hasil refinement menunjukkan nilai residu profil (*Rp*) = 8,10 dan residu profil berbobot (*Rwp*) = 11,73, serta nilai *Good of Fitness* (GoF) diperoleh berada pada nilai 1, sehingga dugaan struktur kompleks oktahedral.

5.2 Saran

- a. Dalam melakukan sintesis perlu adanya variasi waktu dan pelarut untuk

mengetahui produk optimum dari sintesis senyawa kompleks basa Schiff.

- b. Perlu dilakukan karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff untuk melengkapi karakterisasi senyawa tersebut seperti menggunakan instrumentasi *Single crystal X-Ray Diffraction*, SEM-EDS dan XRF serta adanya uji aktivitas biologis.

DAFTAR PUSTAKA

- Alkis, Mehmet Esref., Kelestemur, Unzile., Alan, Yusuf., Turan, Nevin., and Buldurun, Kenan. 2020. Cobalt and ruthenium complexes with pyrimidine based schiff base: Synthesis, characterization, anticancer activities and electrochemotherapy efficiency. *Molecular Structure*, 1-8.
- Ameta, S.C., Ameta, R., dan Ameta, G. 2018. *Sonochemistry: An Emerging Green Technology*. CRC Press. *and Charts*, 3rd ed. New York: Wiley.
- Aziz, Ahmad., Obaid-Ur-Rahman, Rehman, Wajid., and Kashif, Muhammad. 2020. Ultrasonic Assisted synthesis, characterization and bioactivity assessment of novel piperonal based schiff base and its metal complexes. *Chem. Eng*, 2-5.
- Bendale, A.R., Bhatt, R., Nagar, A., Jadhav, A.G. dan Vidyasagar, G. 2011. Schiff base synthesis by unconventional route: An innovative green approach. *Der PHarma Chemica*. Vol. 3(2): 36-37.
- Buldurun, Kenan., Turan, Nevin., Aras, Abdulmelik., Mantarci, Asim., Turkan, Fikret., and Bursal, Ercan. 2019. Spectroscopic and structural characterization, enzyme inhibitions, and antioxidant effects of new Ru(II) and Ni(II) complexes of Schiff base. *Chem, Biodiversity*. Vol. 16. E. 1900243.
- Cahyana, Herry dan Pratiwi, Putri. 2015. Sintesis Ramah Lingkungan Senyawa Imina Turunan Vanilin dan 2-Hidroksi Asetofenon Serta Uji Aktivitas Biologi dan Antioksidan. *Pharm Sci Res*. Vol 2. No. 1: 47-58.
- Chang, Raymond. 2004. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Cotton, F. A.m and Wilkinson. G. 1984. *Kimia Anorganik Dasar*, (terjemahan). Jakarta: UI Press.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik secara Spektroskopi*. Padang: LPTIK.
- Dharmayanti, Arynta., dan Martak. Fahimah. 2015. Sintesis Senyawa Aktif Kompleks Mangan(II) dengan Ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol. *Jurnal Sains dan Seni ITS*. No. 2. Vol. 4 ;2337-3520
- Effendy. 2013. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1 Edisi 2*. Malang: Indonesian Academic Publishing.
- Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.

- Gandjar, I.G., dan Rohman, A. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar. Hal.419, 425.
- Guoliang, Zhao., Yunlong Feng., and Yihang, Wen. 2006. Synthesis , Crystal Structures and Kinetic Mechanisms of Thermal Decompositon of Rare Earth Complexes with Schiff Base Derived from *o*-Vanilin and *p*-Toluidine. *Journal Of Rare Earths*. No. 24. Vol:268-275
- Govindaraj, V.R.S., dan Rasikamary. 2018. Synthesis, Spectral Characterization and MIC Evaluation of Schiff Base Ligands Derived from *o*-Vanilin. *Der Chemica Sinica*. Vol. 9(3) 729
- Gupta K.C., and Sutar Alekha Kumar., 2008, Catalytic Activities of Schiff Base Transition Metal Complexes. *Elsevier-Science Direct.Coord.Chem*. Rev. 252: 1420-1450.
- Gueye, Amadou., Tamboura, Farba Bouyagui., and Planeix, Jean-Marc. 2018. Synthesis and spectroscopic study of transition metal complexes of tridentate ligand formed by direct condensation of *o*-vanillin and 2-aminophenol: X-ray structural characterization of the zinc(II) complex. *European Journal of Chemistry*. Vol. 9. No. 4: 281-286.
- Hoseyni, Seyed Jalal., Manoochehri, Mahboobe. Asli, Maryam Daghighi. 2017. *Synthesis of Cobalt nanoparticles by Complex Demoliton Method Using the Reaction between Organic Ligand Schiff base and Cobalt Chloride by Ultrasonication*. Bulletin de la Societe Royale des Sciences de Liege. Vol. 86. 182-188
- Housecroft, C. E., dan Sharpe, A. G. 2005. *Inorganic Chemistry*, Second edition, Pearson, Prentice Hall, Hal. 539, 557, 581.
- Ismiyarto., Sesika Novari., Ngadiwiyan., Pubowatiningrum Ria Sarjono., 2020. Modifikasi Kain Aktif Antibakteri Berbasis Kompleks Mn(II) Basa Schiff Kitosan-Salisilaldehid. *Jurnal Penelitian Saintek*. Vol. 25. No.1 : 11-23.
- Jovianto, Andrean. 2020. Perbandingan Metode Sintesis Refluks, Penggerusan, Pelarut Air (*Stirrer*) dan Sonikasi pada Sintesis Senyawa Basa Schiff dari *O*-Vanilin dan *P*-Anisidina. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Katsir, Ibnu. 2000. *Tafsir Ibnu Katsir Juz 4*. Bandung : Penerbit Sinar Baru Algensiondo Bandung.
- Khasanudin, Arif. 2018. Sintesis basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Jus Jeruk Nipis. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

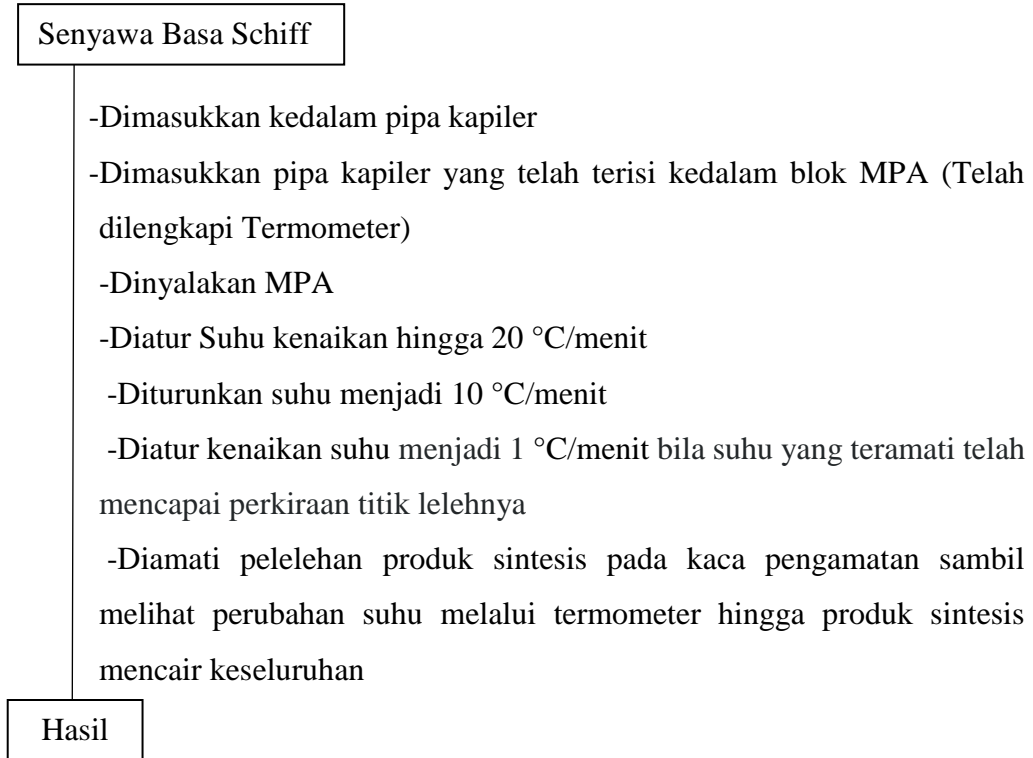
- Kementrian Agama. 2017. *Tafsir Kemenag RI*. Jakarta: Adhi Aksara Abadi Indonesia.
- Lee, J.D. 1991, *Concise Inorganic Chemistry*. Capmann and Hall, London.
- Liqin, Ding., Wei, Wang., and Aiqing, Zhang. 2007. Synthesis of 1,5-dinitroaryl-1.4-pentadien-3-ones under ultrasound irradiation. *ScienceDirect*, 563-567.
- Martak, Fahimah., Wahyudi, Agus., Limanto, Dicky., dan Tajudir, Moh. Ali. 2018. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mangan(II) dengan Ligan 2-(4-Klorofenil)-4,5-Difenil-1H-Imidazol. *Jurnal Akta Kimindo*. Vol 3(2) : 159-174.
- Maurya, R. C., Patel, P., and Rajput, S. 2003. Synthesis and characterization of N-(o-Vanilinidene)-p-anisidine and N,N'-bis(o-Vanillinidene)ethylenediamine and Their metal complexes. *Synthesis and reactivity in inorganic and metal-organic chemistry*, 2-19.
- Mishra, A.P., and Jain, Rajendra. K. 2011. Conventional and microwave synthesis, spectral, thermal and antimicrobial studies of some transition metal complexes containing 2-amino-t-methylthiazole moiety. *Saudi Chemical Society*, 3-10.
- Mousavi, S. A., Montazerozohori, M., Masoudiasll, A., Mahmoudi, Gh., and White, Jonathan. M. 2018. Sonication-assisted synthesis of a new cationic zinc nitrate complex with a tetradentate Schiff base ligand: Crystal structure, Hirshfeld surface analysis and investigation of different parameters influence on morphological properties. *Ultrasonics Sonochemistry*, 1-25.
- Nikpassand, Mohammad., Zare Fekri, Leila., and Sharafi, Shohreh. 2013. An Efficient and Green Synthesis of Novel Azo Schiff Base and its Complex Under Ultrasound Irradiation. *Oriental Journal Of Chemistry*. Vol. 29 No. (3).
- Omnia Farahna Sungkar., Safira Khanza., Rizki Aji Pangestu. 2018. Aktivitas Antibakteri Bedak Yang Diperkaya dengan Konsentrasi Ekstrak Buah (*Rhizopora mucronata*). *Jurnal Teknologi Pangan*. Vol 2. No. 2 : 135-140.
- Oswole, A. A. 2008. Syntheses and Characterization of Some Tetradentate Schiff-Base Complexes and Their Heteroleptic Analogues. *E-Journal of Chemistry*. Vol. 5 No. 1.
- Parsaee, Zohreh. 2017. Sonochemical Synthesis and DFT Studies of Nano Novel Schiff base Cadmium Complexes: Green, Efficient, Recyclable Catalysts and Precursors of Cd NPs. *Molecular Structure*, 2-32.
- Shriner, R.L., Hermann, C.K.F., Morrill, T.C., Curtin, D.Y., dan Fuson, R.C. 2004. *The Systematic Identification of Organic Compounds Eighth Edition*. Virginia: Wiley

- Shriver, D. F. 2006. *Inorganic Chemistry, Fourth Edition*. New York: W.H. Freeman.
- Socrates, G. 2001. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables*
- Unver, Huseyin., and Hayvali, Zeliha. 2009. Synthesis, spectroscopic studies and structures of square-planar nickel(II) and copper(II) complexes derived from 2-{(Z)-[furan-2-ylmethyl]imino}methyl}-6-methoxyphenol.
- Yu, Yu. Ye., Xian. Hui-Duo, Liu, Jian-Feng., and Zhao, Guo-Liang. 2009. Synthesis, Characterization, Crystal Structure and Antibacterial Activities of Transition Metal(II) Complexes of the Schiff Base 2-[(4-Methylphenylimino)methyl]-6-methoxyphenol. *Molecules*, **14**: 1747-1754.

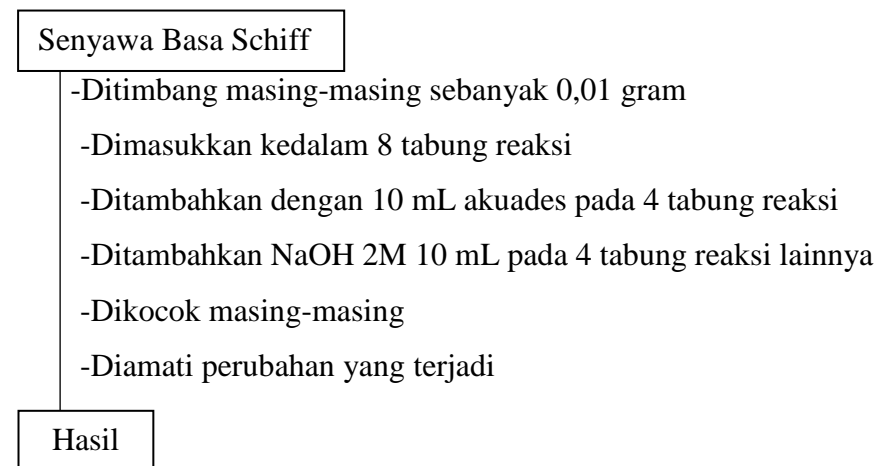
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

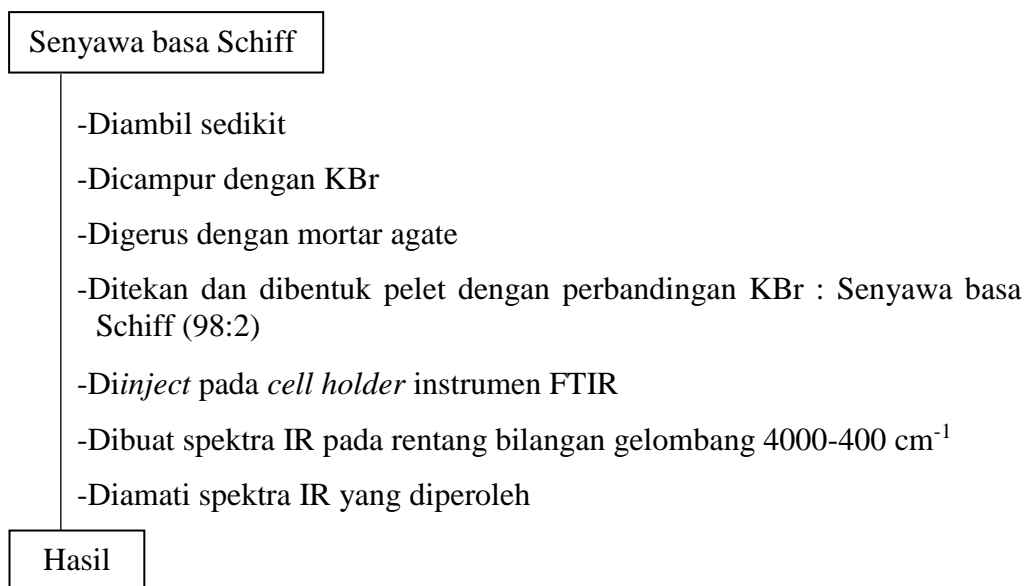
L.1.1 Uji Titik Leleh Senyawa Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenilimino)metil)fenol



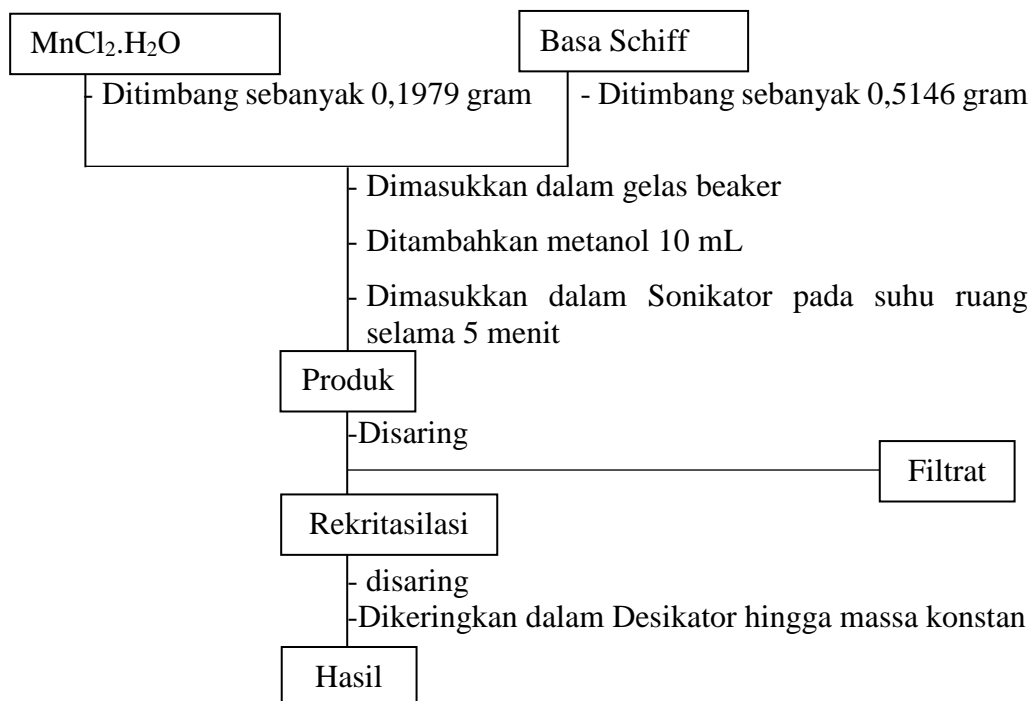
L.1.2 Uji Kelarutan Senyawa Ligan Basa Schiff dengan Larutan NaOH 2M



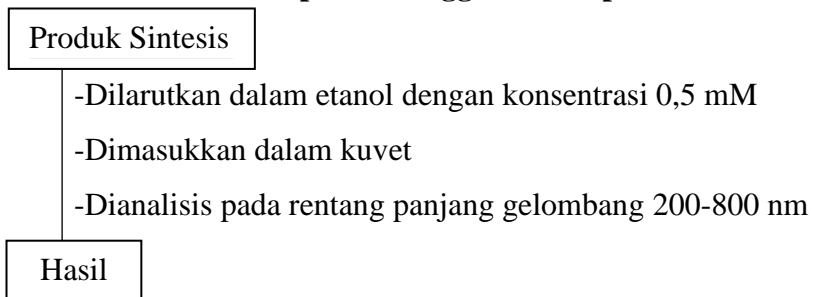
L.1.3 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer FTIR



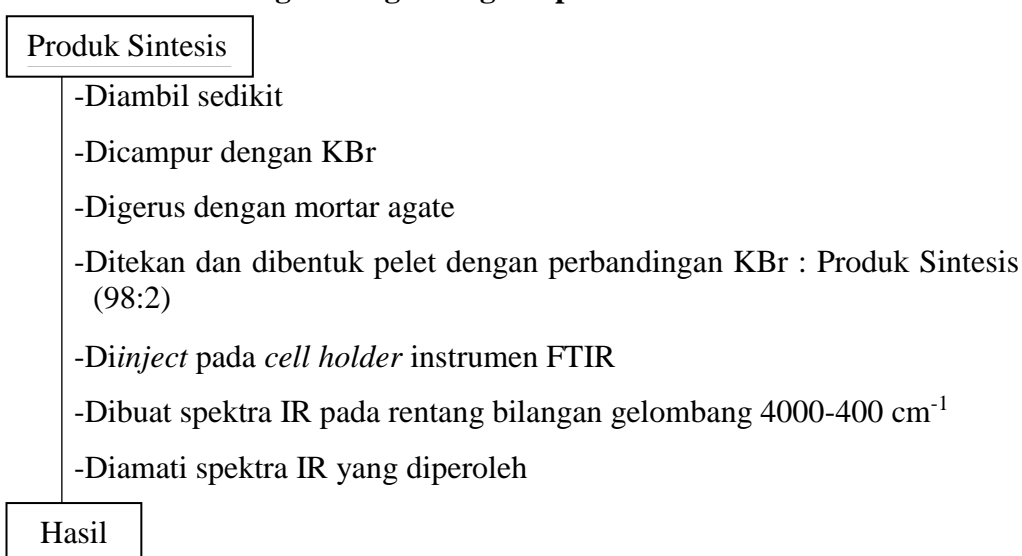
L.1.4 Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan [2-metoksi-6-((4 metoksifenilimino)metil)fenol] dan garam logam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan metode sonikasi



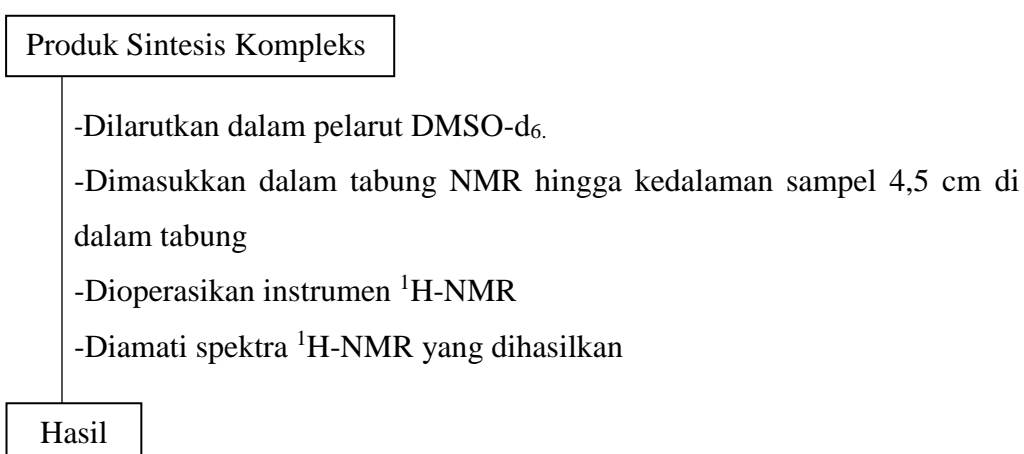
L.1.5 Karakterisasi Kompleks Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis



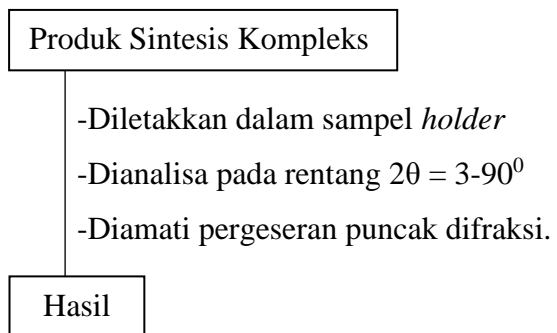
L.1.6 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer FTIR



L.1.7 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Spektrofotometer $^1\text{H-NMR}$



L.1.7 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan XRD



Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Perhitungan Pengambilan Massa Logam Mn(II) 1 mmol (1)

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa (1)} &= \text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\ \text{BM senyawa (1)} &= 197,91 \text{ gram/mol} \\ \text{Mol senyawa (1)} &= 0,0005 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (1)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0005 \text{ mol} \times 197,91 \text{ gram/mol} \\ &= 0,09895 \text{ gram}\end{aligned}$$

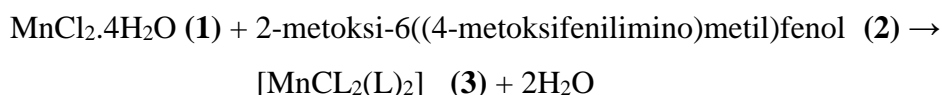
L.2.2 Perhitungan Pengambilan Massa Ligan 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol 1 mmol (2)

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa (2)} &= \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3 \\ \text{BM senyawa (2)} &= 257,2917 \text{ gram/mol} \\ \text{Mol senyawa (2)} &= 0,001 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,001 \text{ mol} \times 257,2917 \text{ gram/mol} \\ &= 0,25719 \text{ gram}\end{aligned}$$

L.2.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Kompleks

L.2.3.1 Struktur (a) (3)

Reaksi =



Reaksi	senyawa (1)	+	senyawa (2)	→	senyawa (3)
Mula-mula	0,0005 mol		0,001 mol		-
Bereaksi	0,0005 mol		0,001 mol		0,0005 mol
Setimbang	-		-		0,0005 mol

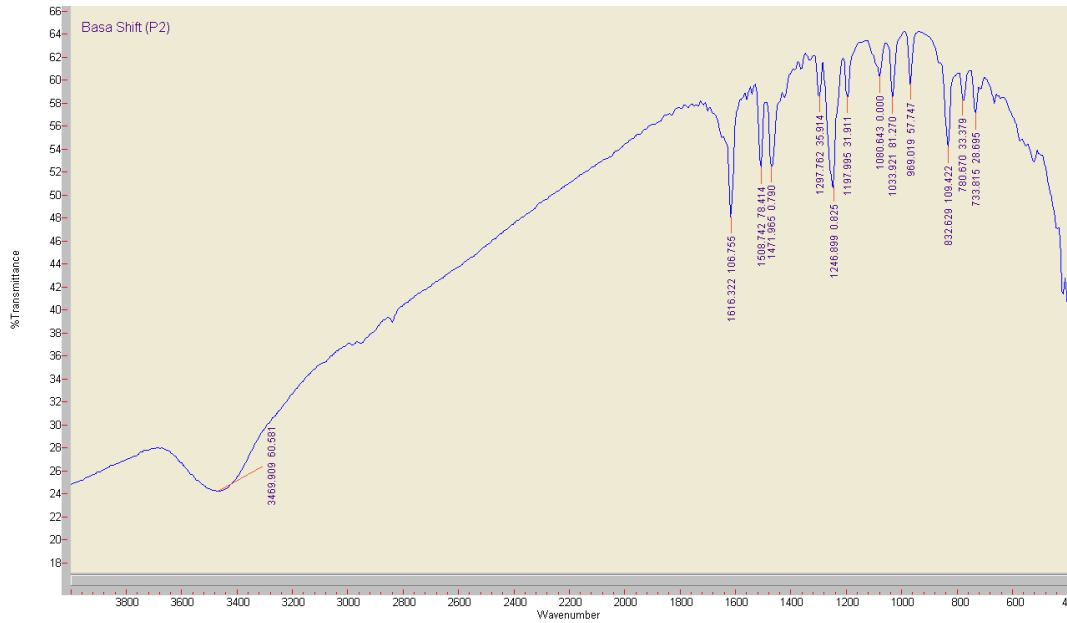
$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa (3)} &= [\text{MnCl}_2(\text{L})_2] \\ \text{BM senyawa (3)} &= 639,6 \text{ gram/mol} \\ \text{Mol senyawa (3)} &= 0,0005 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (3)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,3198 \text{ gram}\end{aligned}$$

L.2.4 Perhitungan Rendemen Kompleks

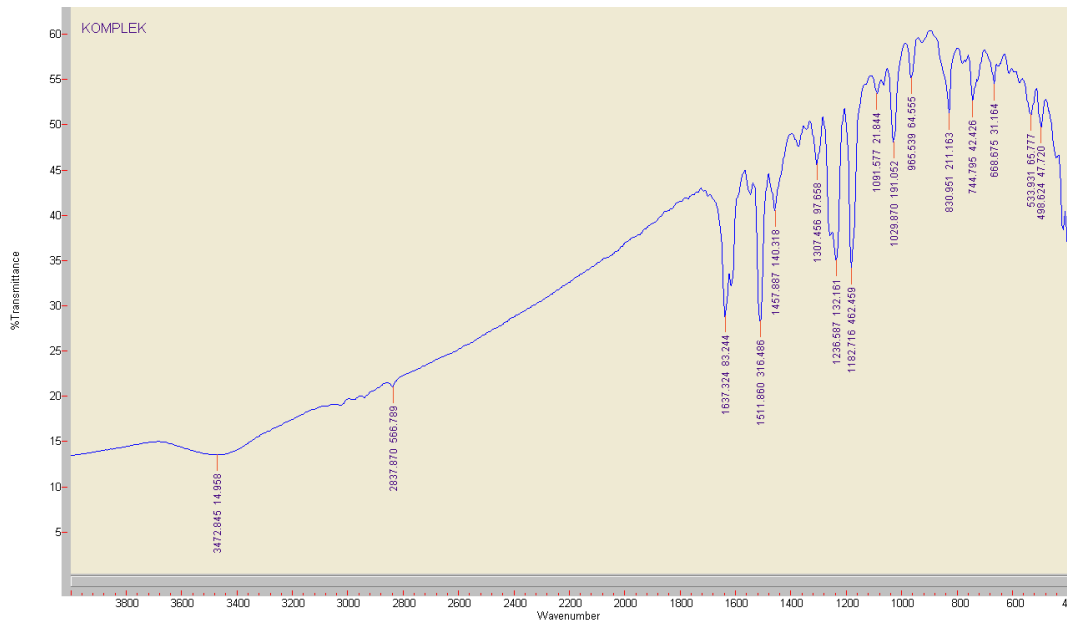
$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{massa produk}}{\text{massa teoritis}} \times 100 \%$$

Struktur (a) Rendemen = $\frac{0,2561}{0,3198} \times 100 \% = 80,08 \%$

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi
L.3.1 Hasil Karakterisasi FTIR
L.3.1.1 Hasil Karakterisasi FTIR Ligan Basa Schiff

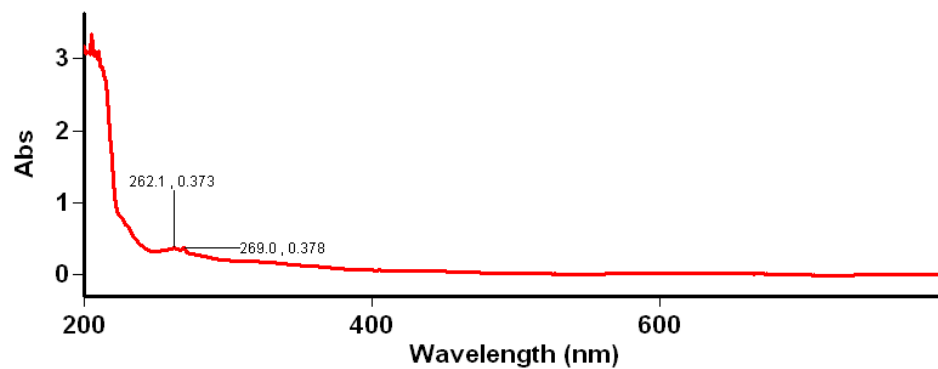


L.3.1.2 Hasil Karakterisasi FTIR Kompleks



L.3.2 Hasil Karakterisasi UV-Vis

L.3.2.1 Hasil Karakterisasi UV-Vis

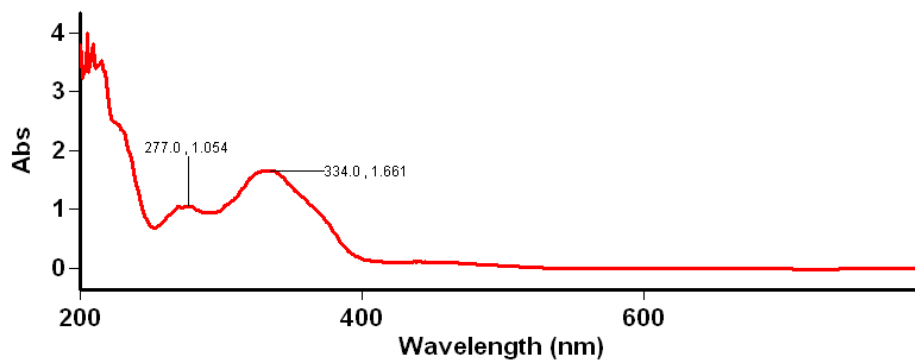


Peak Table	
Peak Style	Peaks
Peak Threshold	0.0100
Range	800.0nm to 199.9nm

Wavelength (nm) Abs

269.0	0.378
262.1	0.373
213.0	2.896
210.0	3.108
207.9	3.109
205.0	3.345
202.9	3.101

L.3.2.2 Hasil Karakterisasi UV-Vis Ligan Basa Schiff



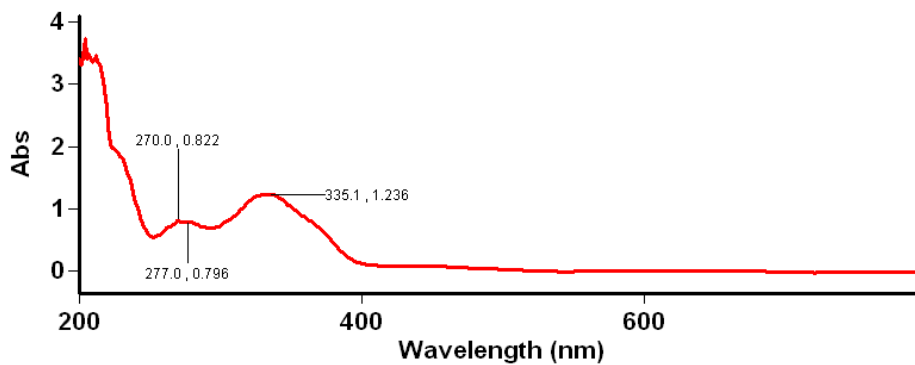
Peak Table	
Peak Style	Peaks
Peak Threshold	0.0100
Range	800.0nm to 200nm

Wavelength (nm) Abs

334.0	1.661
277.0	1.054
270.0	1.058
218.0	3.342
215.0	3.520
212.1	3.449

209.1	3.803
205.0	3.991
202.9	3.451

L.3.2.3 Hasil Karakterisasi UV-Vis Kompleks



Peak Table	
Peak Style	Peaks
Peak Threshold	0.0100
Range	800.0nm to 199.9nm

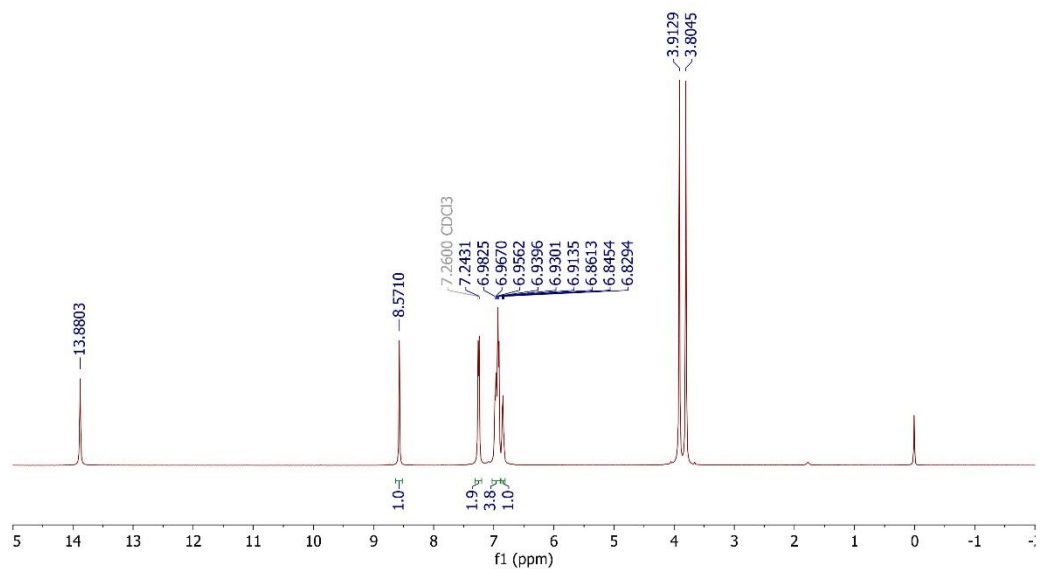
Wavelength (nm)	Abs
-----------------	-----

615.1	0.009
335.1	1.236
277.0	0.796
270.0	0.822
212.1	3.476
210.0	3.413
207.0	3.485
204.0	3.732

L.3.3 Hasil Karakterisasi $^1\text{H-NMR}$

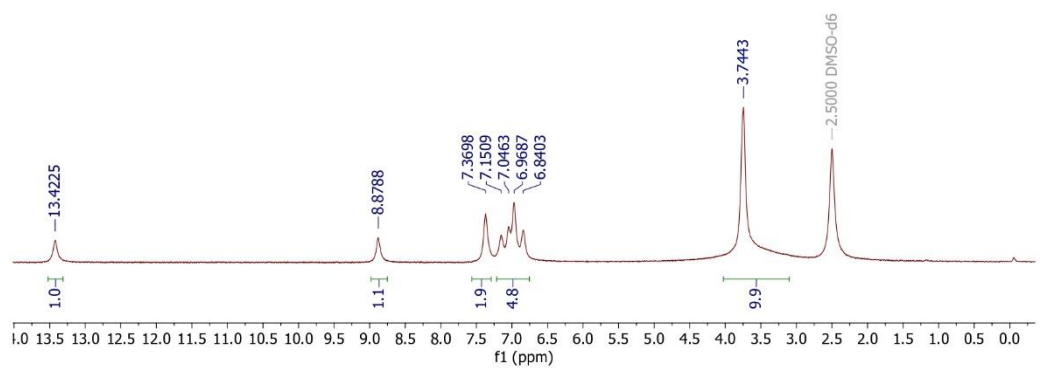
L.3.3.1 Hasil Karakterisasi $^1\text{H-NMR}$ Ligan

Ahmad-bsanisidin_1H



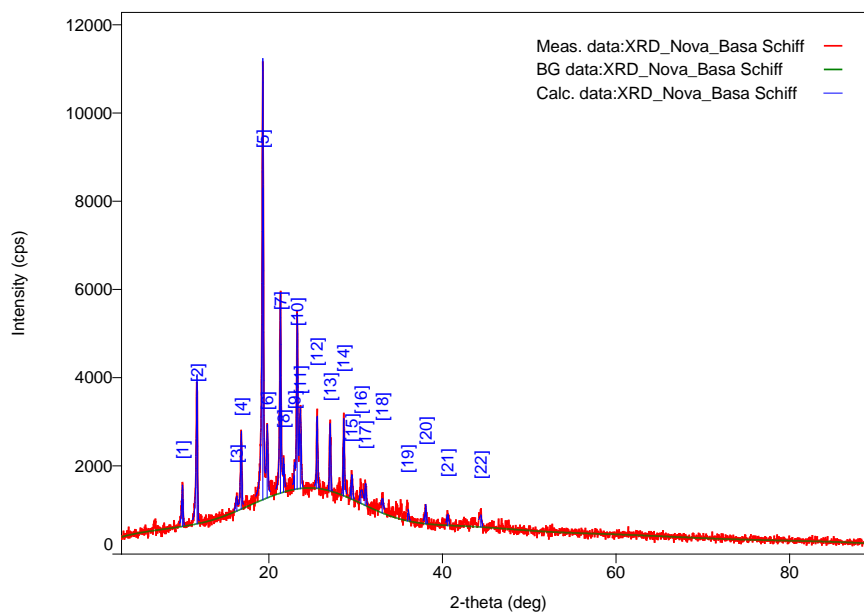
L.3.3.2 Hasil Karakterisasi $^1\text{H-NMR}$ Kompleks

Nova-k1a1_1H2



L.3.4 Hasil Karakterisasi XRD

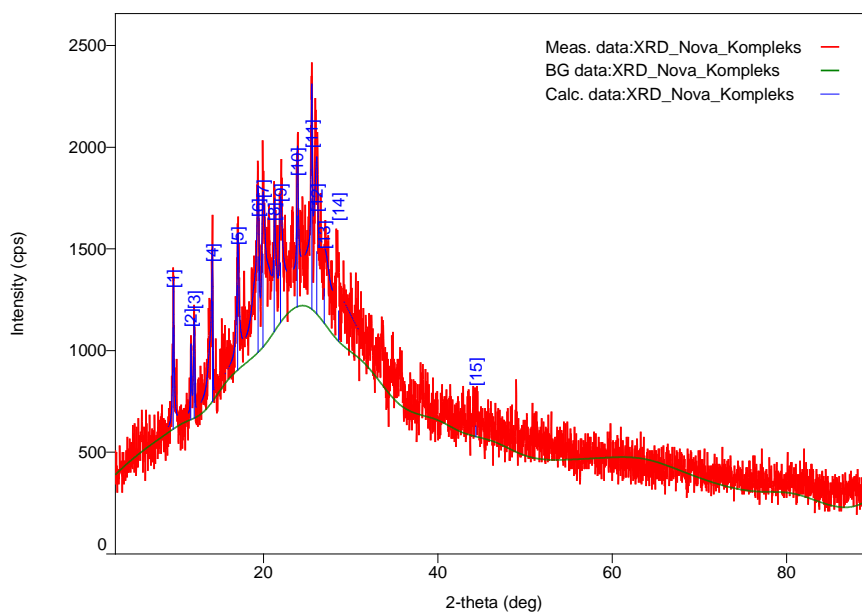
L.3.4.1 Hasil Karakterisasi XRD Ligan Basa Schiff



Tabel L.3.4.1 *Peak List* Hasil Karakterisasi XRD Ligan Basa Schiff

2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)
10.039(15)	8.804(13)	624(72)	0.196(16)
11.707(6)	7.553(4)	2321(139)	0.168(6)
16.310(18)	5.430(6)	195(40)	0.19(5)
16.813(13)	5.269(4)	1209(100)	0.168(11)
19.284(5)	4.5990(11)	7074(243)	0.165(5)
19.805(7)	4.4792(16)	1098(96)	0.186(14)
21.319(10)	4.1643(19)	3243(164)	0.163(8)
21.686(10)	4.0947(19)	550(68)	0.07(2)
22.938(13)	3.874(2)	319(52)	0.11(4)
23.253(7)	3.8223(12)	2801(153)	0.151(7)
23.604(12)	3.7662(19)	1249(102)	0.242(17)
25.518(14)	3.4878(19)	1293(104)	0.136(15)
27.032(15)	3.2958(18)	1142(98)	0.159(11)
28.612(16)	3.1174(17)	1329(105)	0.147(16)
29.53(4)	3.023(4)	394(57)	0.21(3)
30.59(2)	2.920(2)	210(42)	0.44(9)
31.095(9)	2.8739(8)	380(56)	0.14(3)
33.05(7)	2.708(6)	232(44)	0.29(11)
35.99(2)	2.4937(15)	181(39)	0.66(13)
38.052(18)	2.3629(11)	359(55)	0.12(3)
40.57(8)	2.222(4)	196(40)	0.21(9)
44.417(19)	2.0379(8)	190(40)	0.43(10)

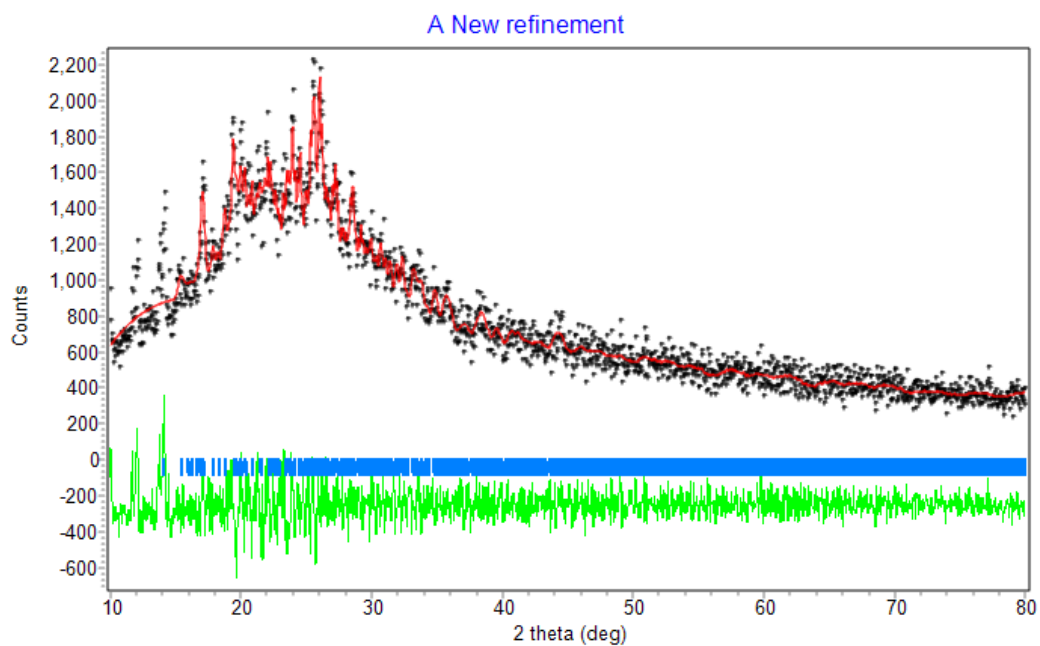
L.3.4.2 Hasil Karakterisasi XRD Kompleks



Tabel L.3.4.2 *Peak List* Hasil Karakterisasi XRD Kompleks

2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)
9.665(7)	9.144(6)	500(65)	0.13(3)
11.678(11)	7.572(7)	259(46)	0.09(7)
12.07(3)	7.326(18)	300(50)	0.18(3)
14.16(2)	6.251(10)	492(64)	0.23(3)
17.05(4)	5.197(11)	419(59)	0.24(5)
19.38(3)	4.575(7)	472(63)	0.41(5)
19.948(16)	4.447(3)	458(62)	0.55(7)
21.25(3)	4.178(6)	350(54)	0.13(8)
21.949(18)	4.046(3)	296(50)	0.36(7)
23.88(5)	3.724(8)	447(61)	0.16(5)
25.545(8)	3.4843(11)	545(67)	0.14(3)
26.113(19)	3.410(2)	307(51)	0.41(8)
26.99(9)	3.301(11)	171(38)	3.2(5)
28.6(6)	3.12(6)	150(35)	4.5(6)
44.4(3)	2.040(12)	53(21)	6.6(11)

L.3.4 Hasil Refinement



CELL PARAMETERS = 9.019620 0.008832 0.009410
 11.389239 0.011044 0.012999
 28.409822 0.022081 0.031250
 90.000008 0.000000 0.000000
 92.578300 -0.006935 0.027226
 90.000008 0.000000 0.000000

| Rp | Rwp | GOF |

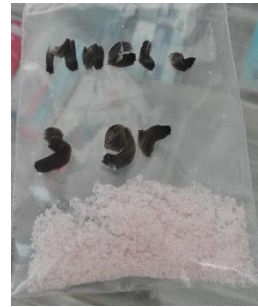
+-----+
 | 8.07 | 11.67 | 0.1840E+02 |

Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian

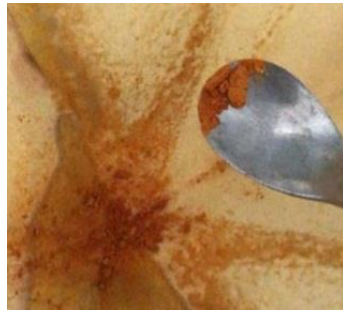
L.4.1 Sintesis Senyawa Kompleks Basa Schiff



Ligan basa Schiff



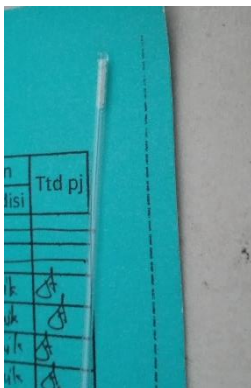
Garam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$



Kompleks basa Schiff

L.4.2 Uji Titik Lebur

L.4.2.1 Garam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$



Titik lebur 0 °C



Titik lebur 150 °C



Titik lebur 240 °C

L.4.2.2 Ligan Basa Schiff

Titik lebur 0 °C



Titik lebur 54 °C



Titik lebur 88 °C

L.4.2.3 Senyawa Kompleks

Titik lebur 0 °C



Titik lebur 123 °C



Titik lebur 233 °C