

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS MANGAN (II)
DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-[(*P*-TOLILIMINO)
METIL)FENOL MENGGUNAKAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

**Oleh:
WARIATUS SOLAWATI
NIM. 17630067**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS MANGAN (II)
DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-[(P-TOLILIMINO)
METIL)FENOL MENGGUNAKAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:

**WARIATUS SOLAWATI
NIM. 17630067**

**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 MANGAN (II)
DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-[(P-TOLILIMINO)
METIL)FENOL MENGGUNAKAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:

**WARIATUS SOLAWATI
NIM. 17630067**

**Telah Diperiksa dan Disetujui
Tanggal: 16 Desember 2021**

Pembimbing I



**Nur Aini, M.Si
NIP. 19840608 201903 2 009**

Pembimbing II



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



**Mengesahkan,
Ketua Program Studi**

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS MANGAN (II)
DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-[(P-TOLILIMINO)
METIL)FENOL MENGGUNAKAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

**Oleh:
WARIATUS SOLAWATI
NIM. 17630067**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 16 Desember 2021**

**Penguji Utama : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007**

(.....

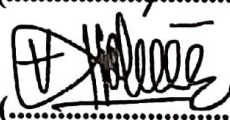
.....)

**Ketua Penguji : Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc
NIP. 19900906 20180201 2 239**

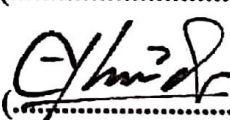
(.....

.....)

**Sekretaris Penguji : Nur Aini, M.Si
NIP. 19840608 201903 2 009**

(.....

.....)

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

(.....

.....)

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**


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

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Wariatius Solawati

NIM : 17630067

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mangan (II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino) metil)fenol menggunakan Metode Sonikasi

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan, atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Malang, 16 Desember 2021
Yang Membuat Pernyataan,



Wariatius Solawati
NIM. 17630067

MOTTO

خَيْرُ النَّاسِ أَنْفَعُهُمْ لِلنَّاسِ

**“Sebaik–baik manusia adalah yang dapat memberikan
manfaat bagi manusia lain”**

HR. Ahmad

HALAMAN PERSEMBAHAN

الحمد لله رب العالمين

Skripsi ini saya persembahkan teruntuk kedua orang tua tercinta, Bapak Ahmad Yahya (alm) dan Ibu Siti Rahmawati, beserta keluarga besar R. Abd. Su'ud dan K. Syafi'i, dan untuk adik saya Herliana Rosalinda dan Atha Wulan Javiera. Terima kasih atas segala do'a, nasehat, dan dukungan yang selalu diberikan kepada saya. Semoga Allah senantiasa memberikan rahmat, nikmat, kemudahan dalam segala hajatnya dan memberikan sebaik-baiknya balasan, serta menjadi tabungan untuk kehidupan di akhirat kelak, aamiin.

KATA PENGANTAR

السَّلَامُ عَلَيْكُمْ وَرَحْمَةُ اللَّهِ وَبَرَكَاتُهُ

Alhamdulillah, segala puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik serta hidayah-Nya yang tiada henti kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS MANGAN (II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-[(P-TOLILIMINO)METIL]FENOL MENGGUNAKAN METODE SONIKASI”**. Sholawat serta salam semoga senantiasa dilimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah memberikan suri tauladan kepada umatnya, keluarganya, sahabatnya serta para pengikutnya.

Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu kriteria kelulusan. Alhamdulillah skripsi ini dapat diselesaikan atas dukungan, motivasi dan bimbingan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini dengan segenap ketulusan hati penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua tersayang Ibu Siti Rahmawati dan Bapak Ahmad Yahya (alm) yang senantiasa memberikan do'a, nasehat serta dukungan yang tak mungkin dapat terbalaskan.
2. Ibu Nur Aini, M.Si dan Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan dan arahan dengan penuh kesabaran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Ibu Suci Amalia, M.Sc dan Ibu Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc selaku dosen penguji yang telah memberikan arahan, kritik dan saran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini..
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku ketua Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

5. Seluruh dosen dan laboran Program Studi Kimia, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu pengetahuan dan wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
6. Teman-teman Angkatan 2017 yang telah memberikan motivasi dan bantuan kepada penulis, khususnya sahabat tercinta dan teman dengan tema sintesis kompleks Tria, Suci, Puspa, Erlina, Putri, Iim, Soy, Happy, Nining, Raniqul, Ilum, Nova dan Fuad.
7. Serta semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan do'a, dukungan dan motivasi sehingga penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, dengan kerendahan hati penulis menerima segala kritik dan saran dari semua pihak yang bersifat membangun. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah ilmu pengetahuan. Aamiin

وَالسَّلَامُ عَلَيْكُمْ وَرَحْمَةُ اللَّهِ وَبَرَكَاتُهُ

Malang, 16 Desember 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR LAMPIRAN	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR PERSAMAAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
مستخلص البحث	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Senyawa Kompleks Logam Mangan (Mn(II) dengan Ligan Basa Schiff	7
2.2 Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol Sebagai Ligan	8
2.3 Sintesis Senyawa Kompleks Menggunakan Metode Sonikasi	10
2.4 Karakterisasi Ligan Kompleks	13
2.4.1 Karakterisasi Ligan Basa Schiff menggunakan <i>Gas</i> <i>Chromatography Mass Spectroscopy</i> (GC-MS)	13
2.4.2 Karakterisasi Ligan Basa Schiff dan Kompleks menggunakan Spektrofotometer <i>Fourier Transform - Infrared</i> (FTIR)	14
2.4.3 Karakterisasi Kompleks Basa Schiff menggunakan Spektrofotometer <i>Ultraviolet – Visible</i> (UV-Vis)	16
2.4.4 Karakterisasi Kompleks Basa Schiff menggunakan <i>Powder X-Ray</i> <i>Diffraction</i> (XRD)	18
2.5 Sintesis Senyawa Kompleks Mangan(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol menggunakan Metode Sonikasi dalam Perspektif Islam	19
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	22
3.2 Alat dan Bahan	22

3.2.1 Alat-alat	22
3.2.2 Bahan-bahan	22
3.3 Rancangan Penelitian	22
3.4 Tahapan Penelitian	23
3.5 Prosedur Penelitian	23
3.5.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol menggunakan Metode Sonikasi	23
3.5.2 Sintesis Kompleks Mangan (II) dengan Ligan 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol menggunakan Metode Sonikasi	24
3.5.3 Karakterisasi Ligan dan Kompleks	24
3.5.3.1 Karakterisasi menggunakan Uji Titik Lebur	24
3.5.3.2 Karakterisasi Ligan menggunakan GC-MS	25
3.5.3.3 Karakterisasi Ligan dan Kompleks menggunakan UV-Vis	25
3.5.3.4 Karakterisasi Ligan dan Kompleks menggunakan FTIR	26
3.5.3.5 Karakterisasi Ligan dan Kompleks menggunakan P-XRD	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol	27
4.1.1 Karakterisasi Ligan menggunakan FTIR	29
4.1.2 Karakterisasi Ligan menggunakan GC-MS	30
4.2 Sintesis Kompleks Mn(II) dengan Ligan 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol	34
4.2.1 Karakterisasi Kompleks menggunakan UV-Vis	36
4.2.2 Karakterisasi Kompleks menggunakan FTIR	41
4.2.3 Karakterisasi Kompleks menggunakan P-XRD	42
4.3 Sintesis Senyawa Kompleks Mangan (II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol dalam Perspektif Islam	45
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	49
5.2 Saran	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN	55

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir	55
Lampiran 2	Perhitungan	57
Lampiran 3	Hasil Karakterisasi	61
Lampiran 4	Dokumentasi	69
Lampiran 5	Biodata	71

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Reaksi sintesis basa Schiff dari <i>o</i> -vanilin dan <i>p</i> -toluidina	10
Gambar 2.2	Proses terjadinya kavitas akustik	11
Gambar 2.3	Kromatogram senyawa basa Schiff dengan metode sonikasi	14
Gambar 2.4	Hasil spektra GC-MS senyawa basa Schiff	14
Gambar 2.5	Hasil spektra FTIR dari reaktan dan senyawa basa Schiff	15
Gambar 2.6	Spektra UV-Vis senyawa kompleks logam transisi dengan ligan basa Schiff 4-kloro-2-[(4-florofenil)imino]metil}fenol	17
Gambar 2.7	Pola difraksi sinar-X dari senyawa $MnCl_2 \cdot 4H_2O$	19
Gambar 4.1	Dugaan mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff dari <i>o</i> -vanilin dan <i>p</i> -toluidina	28
Gambar 4.2	Spektra FTIR <i>o</i> -vanilin, <i>p</i> -toluidina dan produk sintesis	29
Gambar 4.3	Kromatogram senyawa basa Schiff	31
Gambar 4.4	Spektra massa senyawa basa Schiff	31
Gambar 4.5	Pola fragmentasi 2-metoksi-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol dari spektra massa, (a) dugaan pertama, (b) dugaan kedua	32
Gambar 4.6	Pola fragmentasi 2-metoksi-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol dari spektra massa, (c) dugaan ketiga, (d) dugaan keempat, (e) dugaan kelima	33
Gambar 4.7	Dugaan reaksi senyawa kompleks basa Schiff	35
Gambar 4.8	Hasil karakterisasi UV-Vis senyawa reaktan dan produk.....	36
Gambar 4.9	Diagram Orgel (a) dan Tanabe-Sugano (b), kompleks oktahedral dengan konfigurasi d^5	38
Gambar 4.10	Grafik variasi kontinu	39
Gambar 4.11	Dugaan struktur kompleks dengan metode variasi kontinu 1:2, yakni $[MnL_2Cl_2]$	40
Gambar 4.12	Spektra FTIR senyawa basa Schiff dan kompleks	41
Gambar 4.13	Pola difraksi senyawa produk kompleks Mn(II)-basa Schiff	49
Gambar 4.14	Plot hasil <i>refinement</i> data senyawa kompleks Mn(II)-2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol	51

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Hasil pengamatan sifat fisik reaktan dan produk basa Schiff	27
Tabel 4.2	Gugus fungsi hasil sintesis senyawa basa Schiff	30
Tabel 4.3	Hasil pengamatan senyawa kompleks basa Schiff	34
Tabel 4.4	Panjang gelombang dari reaktan dan produk kompleks	37
Tabel 4.5	Gugus fungsi hasil sintesis senyawa kompleks	42
Tabel 4.6	Ukuran kristal senyawa kompleks basa Schiff	44
Tabel 4.7	Data kristalografi hasil <i>refinement</i>	45

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1	Persamaan Bragg	18
Persamaan 3.1	Perhitungan persen rendemen	24
Persamaan 4.1	Persamaan reaksi pengendapan AgCl	40

ABSTRAK

Solawati, W. 2021. **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Mangan (II) dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-[(*p*-Tolilimino)Metil)Fenol Menggunakan Metode Sonikasi.** *Skripsi*. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Penguji I: Suci Amalia, M.Sc; Penguji II: Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc.

Kata kunci: 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol, kompleks Mn(II)-basa Schiff, metode sonikasi.

Kompleks basa Schiff adalah suatu senyawa yang terbentuk karena adanya koordinasi melalui atom O dari gugus fenolik dan atom N dari gugus azometin antara atom pusat dengan ligan basa Schiff. Kompleks Mangan (II) dari ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol disintesis menggunakan metode sonikasi selama 15 menit dan ligan basa Schiff juga disintesis dengan metode sonikasi. Produk basa Schiff diidentifikasi sifat fisik seperti warna dan titik lebur serta dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR dan GC-MS. Hasil sintesis kompleks dikarakterisasi dengan pengamatan fisik dan menggunakan instrumen UV-Vis, FTIR, dan P-XRD.

Berdasarkan hasil pengamatan pada produk basa Schiff terbentuk senyawa berwarna jingga dengan titik leleh 94-95 °C. Hasil FTIR menunjukkan terbentuknya ikatan C=N pada bilangan gelombang 1616 cm⁻¹. Hasil GC-MS menunjukkan munculnya satu puncak pada waktu retensi 28,140 menit dan ion molekuler pada *m/z* 241. Hasil sintesis kompleks Mn(II)-basa Schiff terbentuk padatan berwarna merah bata dengan titik leleh >233 °C. Karakterisasi UV-Vis menghasilkan serapan pada panjang gelombang 225 nm, 277 nm, dan 317 nm. Hasil FTIR menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang pada gugus C=N dan C-O_{fenol} yakni menjadi 1638 cm⁻¹ dan 1234 cm⁻¹ serta terbentuk ikatan antara Mn-O dan Mn-N yakni 651 cm⁻¹ dan 488 cm⁻¹. Karakterisasi P-XRD memberikan puncak yang berbeda pada 2θ (°) = 14,3; 19,9 dan 24,2 serta memberikan ukuran kristal sebesar 34,6 nm.

ABSTRACT

Solawati, W. 2021. **Synthesis and Characterization of Manganese (II) Complexes of The Schiff Base 2-Methoxy-6-[(p-Tolylimino) Methyl]Phenol Using Sonication Methods.** *Thesis.* Department of Chemistry, Faculty of Sains and Technology, Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Nur Aini, M.Si; Supervisor II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Examiner I: Suci Amalia, M.Sc; Examiner II: Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc

Keywords: 2-methoxy-6-[(p-tolylimino)methyl]phenol, complexes Mn(II)-Schiff base, sonication method.

The Schiff base complex is a compound formed by coordination through the O atoms of the phenolic group and the N atoms of the azomethine group between the central atom and the Schiff base ligand. Manganese (II) complex of ligand 2-methoxy-6-[(p-tolylimino)methyl]phenols are synthesized using the sonication method for 15 minutes and Schiff's base ligands are also synthesized by the sonication method. Schiff base products identified physical properties such as color and melting point and were characterized using FTIR and GC-MS instruments. The results of complex synthesis are characterized by physical observation and use of UV-Vis, FTIR, and P-XRD instruments.

Based on the results of observations on Schiff base products formed orange compounds with a melting point of 94-95 °C. FTIR results show the formation of the C = N bond at the wave number 1616 cm⁻¹. GC-MS results showed the appearance of one peak at a retention time of 28,140 minutes and molecular ions at *m/z* 241. The result of the synthesis of the Mn(II)-basa Complex Schiff formed a brick-red solid with a melting point of >233 °C. UV-Vis characterization produces absorption at wavelengths of 225 nm, 277 nm, and 317 nm. The FTIR results showed a shift in the wavenumbers in the C=N and C-Ofenol groups to 1638 cm⁻¹ and 1234 cm⁻¹ and the bond between Mn-O and Mn-N was formed at 651 cm⁻¹ and 488 cm⁻¹. The characterization of P-XRD gives a different peak at 2θ(°) = 14.3; 19.9 and 24.2 and gives a crystal size of 34.6 nm.

مستخلص البحث

الصلواة، وارة. ٢٠٢١. تركيب وتوصيف مركب المنغنيز (II) بقاعدة شيف الدوري ٢-ميثوكسي-٦-[(٤-توليليمينو)ميثيل] الفينول يستخدم بطريقة الصوتنة. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: نور عيني الماجستير؛ المشرف الثاني: أحمد هنائي الماجستير؛ رئيسا المناقش: سوجي أماليا الماجستير؛ المناقش: لولو الحمدة عليا.

الكلمات المفتاحية: ٢-ميثوكسي-٦-[(٤-توليليمينو)ميثيل] الفينول، مجمع المنغنيز (II) قاعدة شيف، طريقة صوتنة.

مجمع قاعدة شيف هو مركب تشكلت من خلال التنسيق من خلال ذرات O من المجموعة الفينولية وذرات N من مجموعة azomethine بين الذرة المركزية وقاعدة شيف ليغاند. المنغنيز (II) مجمع ليغاند ٢-ميثوكسي-٦-[(٤-توليليمينو)ميثيل] الفينول يتم توليف الفينولات باستخدام طريقة سونيكيشن لمدة ١٥ دقيقة ويتم تصنيعها ليغاندس قاعدة شيف من قبل طريقة سونيكيشن. حددت منتجات قاعدة شيف الخصائص الفيزيائية مثل اللون ونقطة الانصهار وتميزت باستخدام أدوات FTIR و GC-MS ونتائج توليف معقدة من المراقبة المادية باستخدام عينة UV-Vis، FTIR، و P-XRD.

نتائج الملاحظة على المنتجات قاعدة شيف شكلت مركبات البرتقال مع نقطة انصهار من ٩٥-٩٤ درجة مئوية تظهر. نتائج FTIR تشكيل C=N السندات في عدد الموجة ١٦١٦ سنتيمتر^{-١}. ونتائج GC-MS ظهور ذروة واحدة في وقت الاحتفاظ من ٢٨,١٤٠ دقيقة والأيونات الجزيئية في m/z ٢٤١. نتيجة توليف مجمع المنغنيز (II) قاعدة شيف شكلت صلب بلوري من الطوب الأحمر مع نقطة انصهار >233 درجة مئوية. يؤدي توصيف UV-Vis إلى امتصاص أطوال موجية تبلغ ٢٢٥ نانومتر و ٢٧٧ نانومتر و ٣١٧ نانومتر. ونتائج النقل البري الدولي تحولاً في عدد الموجات في مجموعتي C=N و C-O فينول إلى ١٦٣٨ سنتيمتر^{-١} و ١٢٣٤ سنتيمتر^{-١}، وشكلت الرابطة بين Mn-O و Mn-N عند ٦٥١ سنتيمتر^{-١} و ٤٨٨ سنتيمتر^{-١}. يعطي توصيف P-XRD ذروة مختلفة عند $02(^\circ) = 14,3$ و ١٩,٩ و ٢٤,٢ ويعطي حجم الكريستال من ٣٤,٦ نانومتر.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Basa Schiff adalah senyawa farmakoaktif yang memiliki aktivitas biologi disebabkan adanya ikatan C=N atau gugus azometin. Basa Schiff juga digunakan sebagai ligan *Flexi-dentate* yang biasanya berkoordinasi melalui atom O dari gugus fenolik dan atom N dari gugus azometin. Kemudahan basa Schiff membentuk kompleks hampir dengan berbagai ion logam khususnya logam transisi menjadikan ligan basa Schiff sebagai bagian dalam pengembangan penelitian bidang kimia anorganik. Ligan basa Schiff memiliki afinitas untuk logam transisi seperti Cu, Mn, Ni dan Fe sehingga logam-logam tersebut baik dan stabil dalam pembentukan kompleks basa Schiff (Abu-Dief dkk, 2015; Osowole, 2008; Kondaiah dkk, 2013; Xavier & Srividhya, 2014).

Pentingnya senyawa koordinasi dapat dilihat dari jumlah publikasi yang mengalami peningkatan dewasa ini. Hal ini menandakan senyawa tersebut memiliki fungsi dalam beberapa bidang termasuk sensor kimia, sel biologi, obat-obatan, sel surya yang peka warna, senyawa antikanker, pengantar obat, superkapasitor dan penyimpan energi (Mjos & Orvig, 2014; Wang dkk, 2017; Wenger, 2013; Zhou & Wang, 2017). Kompleks logam transisi dengan ligan basa Schiff terus diminati karena adanya atom donor O dan N, beberapa kompleks ini telah menunjukkan sifat fisik dan kimia yang menarik serta memiliki potensi aktivitas biologis. Salah satu aktivitas biologis yang ditunjukkan yakni aktivitas antibakteri. Senyawa basa Schiff yang dikomplekskan memiliki aktivitas antibakteri yang lebih besar dibandingkan dengan yang tidak dijadikan senyawa kompleks seperti pada penelitian yang telah dilakukan oleh Yu dkk (2009), Ommenya dkk (2020), dan Abid dkk (2020). Selain itu, kompleks

basa Schiff memiliki keistimewaan antara lain bentuk struktur geometris, elektronik, stereokimia sehingga dipergunakan dalam berbagai bidang farmasi, katalitik, elektronik, dan lain-lain (Pouralimardan dkk, 2007; Yu dkk, 2009).

Beberapa penelitian telah membuktikan bahwa senyawa kompleks logam transisi dengan ligan basa Schiff telah berhasil disintesis menggunakan metode konvensional yaitu sebagai berikut: Yu dkk (2009) mensintesis kompleks Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Cd(II) dengan ligan basa Schiff dari senyawa *o*-vanilin dan *p*-toluidina. Kondaiah dkk (2013) mensintesis kompleks Mn(II), Co(II), Ni(II), dan Cu(II) dengan ligan basa Schiff dari asam *p*-toluat hidrazin dan *o*-vanilin. Tufa dkk (2018) mensintesis kompleks Cu(II) dan Co(II) dengan ligan basa Schiff dari vanilin dan anilin. Ommenya dkk (2020) mensintesis kompleks Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Zn(II) dengan ligan basa Schiff dari 4-floroanilina dan 5-klorosalisilaldehid.

Diantara logam transisi tersebut, mangan adalah salah satu elemen penting yang secara alami terdapat di dalam makanan. Mangan juga berfungsi sebagai kofaktor untuk beberapa enzim dan terlibat dalam metabolisme asam amino, kolesterol, glukosa dan karbohidrat serta berperan dalam pembekuan darah dan pembentukan tulang (Chen dkk, 2018; Li dkk, 2018; Palacios, 2006). Selain logam Mn, senyawa kompleks mangan (II) dalam sistem biologis berfungsi sebagai pembentuk struktur dalam oksidase (Roat-malone, 2007) serta memiliki aktivitas antibakteri (Kondaiah dkk, 2013; Ommenya dkk, 2020; Yu dkk, 2009). Logam mangan terletak pada blok d golongan VII memiliki konfigurasi elektronik $[_{18}\text{Ar}]3d^54s^24p^04d^0$ ketika membentuk ion Mn^{2+} maka konfigurasinya menjadi $[_{18}\text{Ar}]3d^54s^04p^04d^0$ dimana terdapat lima elektron tidak berpasangan yang bersifat paramagnetik. Selain itu, senyawa kompleks logam Mn(II) mudah membentuk ikatan koordinasi dengan ligan basa Schiff karena adanya orbital kosong dari $4s^04p^04d^0$, sehingga ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-

tolilimino)metil]fenol dapat mendonorkan pasangan elektron bebasnya melalui atom O dan atau N (Yu dkk, 2009).

Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol merupakan senyawa yang dapat dihasilkan dari sintesis *o*-vanilin dan *p*-toluidina melalui metode refluks, metode pengadukan, metode penggerusan dan metode sonikasi (Fitri, 2020; Yu dkk, 2009). Ligan tersebut menunjukkan beberapa aktivitas seperti antibakteri, antioksidan dan toksisitas, sehingga berpotensi untuk diteliti lebih lanjut sifat yang lainnya termasuk kemampuannya dalam membentuk senyawa kompleks dengan logam mangan (Nadhiroh, 2020; Yu dkk, 2009).

Metode sonokimia telah menggantikan metode konvensional dalam sintesis senyawa koordinasi maupun senyawa basa Schiff dalam beberapa tahun terakhir (Abid dkk, 2020; Hoseyni dkk, 2017; Mousavi dkk, 2018). Metode sonikasi memiliki potensi untuk diaplikasikan mengingat prosesnya yang sederhana, ramah lingkungan, efisien dan kemurnian produk tinggi. Di samping itu, metode sonikasi mampu menghasilkan senyawa produk dengan ukuran partikel yang kecil (nano) dan juga seragam dengan adanya efek kavitas akustik akibat pancaran gelombang ultrasonik (Bang & Suslick, 2010; Sharma, 2011).

Hoseyni dkk (2017) berhasil mensintesis senyawa kompleks nanopartikel cobalt dengan ligan basa Schiff menggunakan metode sonikasi dengan waktu sintesis 9 menit secara cross-sectional. Nikpassand dkk (2013) melakukan sintesis kompleks Cu(II) dengan ligan basa Schiff Azo di bawah iradiasi ultrasonik selama 15 menit. Abid dkk (2020) menggunakan metode sonikasi dalam mensintesis kompleks logam Mn(II), Cu(II), Pb(II), Sn (II) dan Ni(II) dengan ligan basa Schiff selama 25-30 menit. Peneliti lain juga berhasil mensintesis senyawa kompleks seng nitrat kationik dengan ligan basa Schiff melalui proses sonokimia selama 60 menit (Mousavi dkk, 2018). Sedangkan dengan metode konvensional, sintesis senyawa kompleks basa Schiff

menggunakan refluks dilakukan selama 2-6 jam (Ommenya dkk, 2020; Tufa dkk, 2018; Yu dkk, 2009). Maka dari itu, sintesis kompleks basa Schiff menggunakan metode sonikasi dapat dilakukan dengan rentang waktu yang lebih cepat.

Allah SWT berfirman dalam al-Quran surat al-A'raf (7) ayat 56:

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

Artinya: *“Dan janganlah kamu membuat kerusakan di bumi setelah (diciptakan) dengan baik. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang yang berbuat kebaikan.” (QS. al-A'raf (7): 56).*

Allah melarang suatu perbuatan yang bisa menimbulkan kerusakan di muka bumi. Dia juga melarang hambanya berbuat kerusakan yang tidak diperbaiki kembali. Merusak sumber kehidupan di muka bumi seperti melakukan pencemaran dan berbuat maksiat, karena hal tersebut dapat membahayakan hamba Allah dan juga Allah memerintahkan kepada mereka untuk menyembah-Nya dan berdoa kepada-Nya serta berendah diri dan memohon belas kasihan-Nya (Ibnu Katsir, 2008). Allah menciptakan segala sesuatu di muka bumi agar dimanfaatkan sebaik-baiknya, sehingga penting untuk memikirkan bagaimana mengembangkan penelitian-penelitian kimia tanpa menyebabkan kerusakan alam. Salah satunya seperti mensintesis senyawa kompleks dengan metode sonikasi. Dibandingkan dengan metode refluks, metode sonikasi membutuhkan pelarut yang lebih sedikit dan rentang waktu sintesis lebih cepat sehingga lebih ramah lingkungan sesuai yang disebutkan dalam surat al-A'raf ayat 56.

Berdasarkan uraian di atas, maka peneliti akan mensintesis senyawa kompleks logam Mn(II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol menggunakan metode sonikasi. Ditinjau dari metode sintesis kompleks basa Schiff kebanyakan menerapkan metode tak langsung atau dengan ungkapan lain ligan basa Schiff disintesis terlebih dahulu kemudian hasil sintesis ligan digunakan untuk sintesis senyawa kompleks. Pada penelitian ini akan menerapkan metode sintesis tak langsung

yakni, sintesis senyawa kompleks akan dilakukan dengan bantuan gelombang ultrasonik, di mana ligan basa Schiff diperoleh dari sintesis senyawa *o*-vanilin dan *p*-toluidina. Sejauh penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti lainnya, sintesis kompleks Mn(II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol belum pernah dilakukan dengan metode sonikasi.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana hasil karakterisasi basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol?
2. Bagaimana hasil karakterisasi kompleks basa Schiff dari logam Mangan (II) dan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan metode sonikasi?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang diajukan, maka tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini antara lain:

1. Untuk mengetahui hasil karakterisasi basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol.
2. Untuk mengetahui hasil karakterisasi kompleks basa Schiff dari logam Mangan (II) dan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan metode sonikasi.

1.4 Batasan Masalah

1. Sintesis kompleks basa Schiff dilakukan dengan metode sonikasi.
2. Ligan basa Schiff disintesis dengan metode sonikasi.

3. Pelarut yang digunakan dalam sintesis kompleks basa Schiff adalah etanol, sedangkan sintesis ligan dengan pelarut akuades.
4. Karakterisasi basa Schiff meliputi titik lebur, FTIR dan GC-MS. Sedangkan karakterisasi kompleks Mn(II)-basa Schiff meliputi titik lebur, UV-Vis, FTIR, dan XRD.

1.5 Manfaat Penelitian

Diharapkan penelitian ini dapat memberikan kontribusi bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya bidang sintesis senyawa kompleks dan memberikan informasi ilmiah sebagai referensi baru mengenai struktur kompleks basa Schiff, Mn(II) dengan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol, yang disintesis menggunakan metode sonikasi, serta dapat bermanfaat untuk penelitian selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Kompleks Logam Mangan (Mn (II)) dengan Ligan Basa Schiff

Senyawa kompleks adalah senyawa yang terbentuk antara atom pusat dengan atom donor melalui ikatan kovalen koordinasi. Atom pusat dapat berupa atom logam atau ion logam. Atom yang dapat mendonorkan pasangan elektron atau terkoordinasi ke atom pusat biasa disebut sebagai ligan atau atom donor. Ikatan kovalen koordinasi terjadi karena adanya pemakaian bersama pasangan elektron bebas yang didonorkan oleh atom donor. Atom pusat berperan sebagai asam lewis atau penerima pasangan elektron bebas, sementara ligan berperan sebagai penyumbang pasangan elektron bebas atau basa lewis (Effendy, 2013).

Logam transisi sering digunakan sebagai atom pusat karena terdapat orbital valensi yang belum terisi penuh, sehingga menyebabkan logam transisi mudah untuk membentuk ion kompleks (Effendy, 2013). Bentuk geometri kompleks tergantung pada banyaknya pasangan elektron bebas yang didonorkan oleh ligan pada atom pusat. Jenis ligan yang dapat digunakan sangat bervariasi, mulai dari ligan yang paling sederhana, yaitu ligan yang terdiri dari satu atom donor sampai ligan yang sangat rumit seperti ligan-ligan makrosiklik (Chang, 2008).

Mangan merupakan logam transisi periode empat pada golongan VII B yang memiliki nomor atom 25 dan massa atom relatif 54,94 gram/mol (Chang, 2008). Konfigurasi elektronik yang dimiliki logam mangan, yakni $[18\text{Ar}]3d^54s^24p^04d^0$. Ketika membentuk ion Mn^{2+} memiliki konfigurasi $[18\text{Ar}]3d^54s^04p^04d^0$ dengan tingkat oksidasi +2, +3, +4, +6, dan +7. Orbital kosong pada $4s^04p^04d^0$ yang dimiliki Mn(II) dapat membentuk senyawa kompleks yang stabil (Pouralimardan dkk, 2007).

Beberapa penelitian senyawa kompleks logam transisi yang telah dilakukan salah satunya, yakni Mn(II). Pouralimardan dkk (2007) telah mensintesis kompleks Mn(II) dengan beberapa ligan basa Schiff hidrazon. Penelitian lain juga dilakukan Kondaiah dkk (2013) yang mensintesis kompleks Mn(II), Co(II), Ni(II), dan Cu(II) dengan ligan basa Schiff dari asam p-toluat hidrazin dan o-vanilin (ligan OVPTH). Ommenya dkk (2020) juga telah berhasil mensintesis senyawa kompleks Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Zn(II) dengan ligan basa Schiff dari 4-floroanilina dan 5-klorosalisilaldehid. Sama halnya yang dilakukan oleh Abid dkk (2020) yang telah mensintesis salah satu senyawa kompleks dari logam Mn(II) dengan ligan 2-*((benzo[d][1,3]dioxol-5-ylmethylene)amino)benzoic acid*. Yu dkk (2009) juga telah melakukan sintesis kompleks Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Cd(II) dengan ligan basa Schiff 2-[(4-metoksifenilimino)metil]-6-metoksifenol. Maka dari itu, logam Mn(II) telah terbukti mampu membentuk kompleks dengan berbagai variasi ligan basa Schiff, sehingga pada penelitian ini diharapkan logam Mn(II) dapat membentuk senyawa kompleks dengan ligan 2-metoksi-6-[(p-tolilimino)metil]fenol yang akan disintesis dengan metode *green synthesis*.

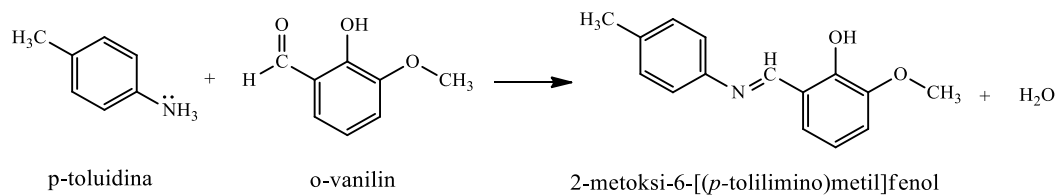
2.2 Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-[(p-tolilimino)metil]fenol Sebagai Ligan

Basa Schiff merupakan golongan senyawa organik yang dikenal sebagai senyawa azometin atau imina karena adanya ikatan rangkap antara karbon dan nitrogen, $RHC=NR'$, dimana R dan R' adalah alkil, siklo alkil, aril atau golongan heterosiklik. Senyawa basa Schiff terbentuk dari kondensasi amina primer dan karbonil yang pertama kali disintesis oleh Hugo Schiff seorang kimiawan asal Jerman pada tahun 1864. Senyawa karbonil bisa dari gugus aldehid maupun keton (Xavier & Srividhya, 2014).

Basa Schiff merupakan ligan *Flexi-dentate* yang biasanya membentuk ikatan koordinasi dengan atom pusat melalui atom O dari gugus fenolik atau gugus metoksi dan atom N dari gugus azometin. Umumnya, basa Schiff adalah ligan kelat bi, tri atau tetradentat sehingga menghasilkan kompleks yang sangat stabil dengan ion logam. Berbagai macam senyawa basa Schiff dan sifatnya dipelajari karena senyawa ini memiliki struktur yang sangat fleksibel dan beragam. Ligan basa Schiff memiliki fungsi penting dalam bidang kimia, terutama dalam pengembangan senyawa kompleks basa Schiff yang sangat stabil (Faghieh dkk, 2018; Xavier & Srividhya, 2014).

Terdapat dua tahapan reaksi pembentukan basa Schiff. Pertama, adisi gugus karbonil yang bersifat parsial positif oleh amina primer. Kedua, terbentuknya gugus azometin dari pelepasan molekul air. Basa Schiff dengan gugus aldehida lebih mudah terbentuk dibandingkan dengan gugus keton. Hal ini dikarenakan senyawa dengan gugus keton lebih sterik daripada gugus aldehida. Produk basa Schiff yang terbentuk dari aldehida aromatik lebih stabil karena memiliki sistem konjugasi, berbeda dengan basa Schiff dari aldehida alifatik yang tidak stabil dan mudah berpolimerisasi (Chigurupati, 2015; Hart, 2012).

Pembentukan basa Schiff umumnya terjadi dengan bantuan katalis asam dan panas. Namun saat ini, senyawa basa Schiff dapat terbentuk tanpa adanya katalis maupun pelarut. Nadhiroh (2020) telah berhasil mensintesis ligan basa Schiff dari senyawa *o*-vanilin dan *p*-toluidina tanpa menggunakan pelarut maupun katalis. Reaktan *o*-vanilin berperan sebagai elektrofil dan *p*-toluidina berperan sebagai nukleofil. Reaksi adisi terjadi ketika pasangan elektron bebas atom N dari nukleofil menyerang atom C karbonil dari elektrofil yang kemudian diikuti reaksi eliminasi H₂O membentuk ikatan C=N. Persamaan reaksinya dapat dilihat pada Gambar 2.1.

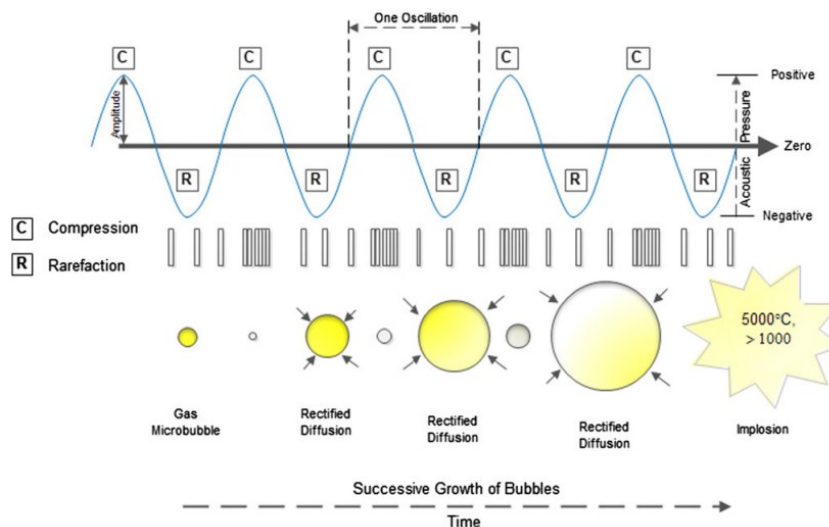


Gambar 2.1 Reaksi sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina (Nadhiroh, 2020)

Ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan rumus molekul $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2$ yang memiliki gugus azometin dan gugus hidroksi. Senyawa tersebut berupa padatan berwarna jingga dengan berat molekul 241,28 g/mol dan titik lebur 94-96 °C. Selain itu, ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol juga menunjukkan aktivitas antibakteri (Yu dkk, 2009), antioksidan dan toksisitas (Nadhiroh, 2020). Ketika dibentuk senyawa kompleks ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol menunjukkan aktivitas antibakteri yang lebih besar daripada ligannya (Yu dkk, 2009), sehingga kemampuan ligan tersebut dalam membentuk senyawa kompleks memiliki potensi untuk dipelajari lebih lanjut sifat-sifatnya.

2.3 Sintesis Senyawa Kompleks Menggunakan Metode Sonikasi

Metode sonikasi merupakan metode yang menggunakan gelombang ultrasonik sebagai sumber energi yang dapat menginisiasi atau mengaktivasi suatu reaksi kimia. Metode sonikasi atau sonokimia memiliki frekuensi sekitar 20 kHz – 10 MHz (Abbas dkk, 2013). Sonokimia juga digunakan untuk mempercepat proses pelarutan suatu materi dengan prinsip pemecahan reaksi intermolekuler, sehingga terbentuk suatu partikel yang berukuran nano (Peshkovsky dkk, 2013).



Gambar 2.2 Proses terjadinya kavitasi akustik (Abbas dkk, 2013)

Karakteristik gelombang ultrasonik yang melewati medium mengakibatkan getaran partikel medium amplitudo sejajar dengan arah rambat secara longitudinal, sehingga menyebabkan partikel medium membentuk rapatan dan regangan. Kecepatan dan penyerapan gelombang ultrasonik akan berbeda apabila medium rambatannya juga berbeda. Gelombang ultrasonik dalam medium cair dapat menyebabkan kavitasi akustik. Efek kavitasi akustik dideskripsikan sebagai proses pembentukan, pertumbuhan, dan meletusnya gelembung di dalam larutan yang diberi radiasi ultrasonik dengan intensitas gelombang yang tinggi melebihi 20000 MHz. Hal tersebut mengakibatkan adanya peningkatan suhu hingga 5000 °C dan tekanan sekitar 1000 atm di dalam gelembung serta laju pemanasan dan pendinginan di atas 10^9 K/s (Abbas dkk, 2013; Bendale dkk, 2011; Crawford, 2017). Ilustrasi proses kavitasi akustik dapat dilihat pada Gambar 2.2.

Metode sonikasi memiliki potensi menjadi salah satu metode sintesis senyawa kompleks mengingat prosesnya yang sederhana, efisien dan ramah lingkungan serta dapat meningkatkan hasil reaksi (Abid dkk, 2020; Ahmed dkk, 2014). Sintesis kompleks basa Schiff umumnya dilakukan dengan metode konvensional menggunakan refluks, dimana membutuhkan waktu sintesis selama 2-6 jam. Yu dkk (2009) telah

mensintesis kompleks Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Cd(II) dengan ligan 2-[(4-metoksifenilimino)metil]-6-metoksifenol dalam pelarut etanol menggunakan refluks selama 2 jam. Tufa dkk (2018) mensintesis kompleks Cu(II) dan Co(II) dengan ligan basa Schiff dari vanilin dan anilin selama 4-6 jam menggunakan refluks dalam pelarut etanol. Ommenya dkk (2020) juga melakukan sintesis kompleks Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Zn(II) dengan ligan basa Schiff dari 4-floroanilina dan 5-klorosalisilaldehid menggunakan refluks selama 3 jam dalam pelarut metanol.

Mousavi dkk (2018) telah berhasil mensintesis senyawa kompleks Zn(II) dengan ligan basa Schiff dari trietilentetraamina dan sinamaldehida menggunakan metode sonikasi selama 60 menit dalam pelarut etanol. Kemudian, Hoseyni dkk (2017) juga berhasil mensintesis kompleks Co(II) dari ligan basa Schiff 4-kloro-(3-nitrobenziliden)anilin dalam pelarut dietil eter menggunakan metode sonikasi dengan waktu sintesis 9 menit secara cross-sectional. Nikpassand dkk (2013) melakukan sintesis kompleks Cu(II) dengan ligan 2-((3-methyl-1H-pyrazol-5-ylimino)methyl)-4-(phenyldiazenyl)phenol di bawah iradiasi ultrasonik selama 15 menit pada suhu 60 °C dengan frekuensi 45 kHz menggunakan pelarut etanol. Abid dkk (2020) juga telah melakukan sintesis menggunakan metode sonikasi pada kompleks logam Mn(II), Cu(II), Pb(II), Sn (II) dan Ni(II) dengan ligan 2-((benzo[d][1,3]dioxol-5-ylmethylene)amino)benzoic acid yang dilarutkan dalam metanol. Waktu sintesis yang dibutuhkan sekitar 25-30 menit pada suhu 60 °C dengan frekuensi 37 kHz. Hal ini mengindikasikan bahwa metode sonikasi dapat digunakan untuk mensintesis senyawa kompleks dengan waktu yang cepat.

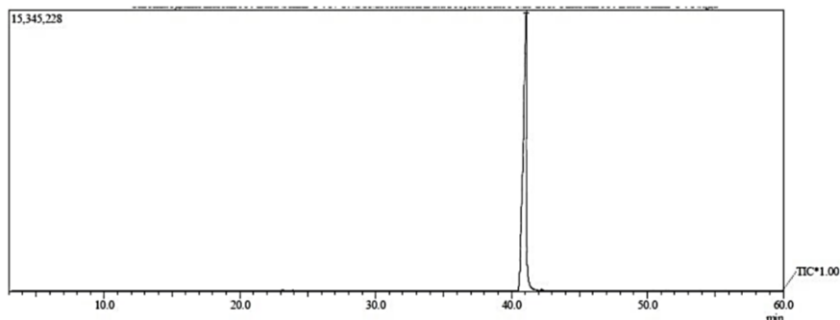
Metode sonikasi dengan waktu yang lebih cepat dapat dikaitkan dengan efek kavitasi akustik. Ketika gelembung yang terbentuk pecah, maka akan terjadi peningkatan suhu dan tekanan yang memfasilitasi reaksi antarmolekul (Nikpassand dkk, 2013). Umumnya, awal dari reaksi kimia karena adanya efek kavitasi dalam

medium cair yang dapat menyebabkan degasifikasi sehingga menghasilkan radikal bebas akibat pemutusan ikatan secara homolitik dari pelarut. Kemudian akan mendispersi agregat atau dengan memutus ikatan kimia secara permanen dan meningkatkan laju difusi sehingga menghasilkan partikel berukuran nano (Hielscher, 2005). Iradiasi ultrasonik mampu membedakan senyawa aromatik yang mengandung gugus pendonor elektron dan gugus penarik elektron (Nikpassand dkk, 2013).

2.4 Karakterisasi Ligan dan Kompleks

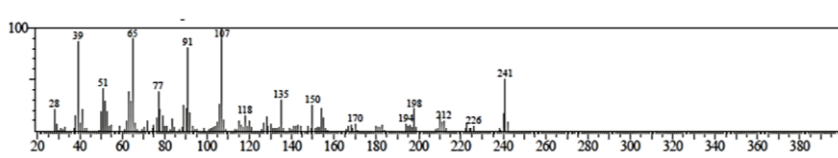
2.4.1 Karakterisasi Ligan Basa Schiff Menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS)

Kromatografi gas merupakan teknik pemisahan suatu senyawa yang didasarkan pada perbandingan distribusi terhadap fasa diam dan fasa gerak (Leba, 2017). Komponen yang stabil dan mudah menguap akan bermigrasi melalui kolom dengan kecepatan tergantung pada rasio distribusi senyawanya (Gandjar & Rohman, 2007). Sedangkan spektroskopi massa yakni sebuah metode yang digunakan untuk menentukan massa molekular suatu senyawa dan komposisinya (Sastrohamidjojo, 2019). Perpaduan antara GC dan MS dapat memisahkan senyawa campuran dan mengidentifikasi masing-masing senyawa berdasarkan fragmen-fragmen yang terbentuk (Matinez & Lopez, 2018). Secara prinsipnya molekul yang ditembak dengan sinar akan terionkan menjadi ion molekular dan terputus menjadi fragmen-fragmen. Ion molekular tersebut akan sebanding dengan massa suatu senyawa yang biasa dikenal dengan rasio massa dibanding muatan (m/z) (Sastrohamidjojo, 2019).



Gambar 2.3 Kromatogram senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan metode sonikasi (Fitri, 2020)

Fitri (2020) mensintesis senyawa basa Schiff dari senyawa *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan metode sonikasi menghasilkan ion molekuler m/z 241 yang diduga merupakan senyawa target, dimana berat molekul senyawa target basa Schiff sama dengan nilai ion molekuler yang dihasilkan m/z 241. Nadhiroh (2020) juga telah mensintesis senyawa *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan metode penggerusan menghasilkan ion molekuler dengan m/z 241. Porsen kemurnian keduanya yang dihasilkan yakni 100%.

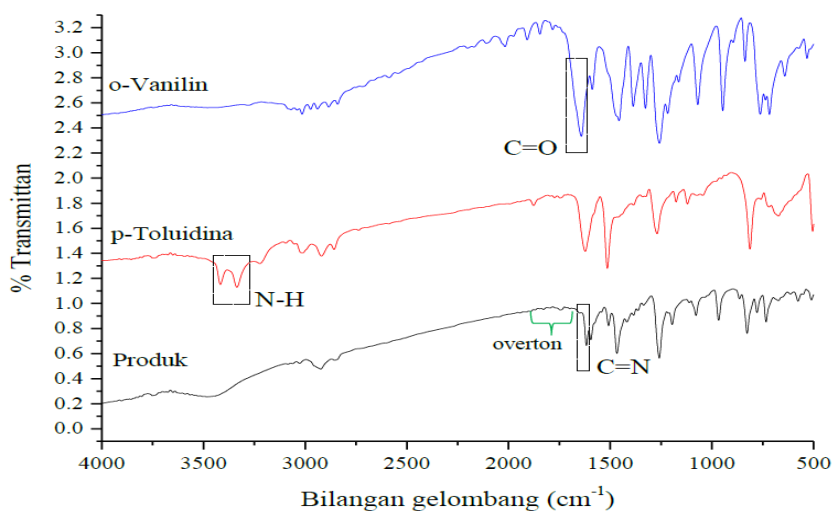


Gambar 2.4 Hasil Spektra GC-MS senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina (Fitri, 2020)

2.4.2 Karakterisasi Ligan Basa Schiff dan Kompleks Menggunakan Spektrofotometer *Fourier Transform - Infrared* (FTIR)

Prinsip instrumentasi menggunakan FTIR yakni adanya interaksi radiasi elektromagnetik berupa radiasi inframerah yang dilewatkan pada suatu molekul, sehingga menyebabkan terjadinya vibrasi pada molekul yang dikenai sinar tersebut

(Sastrohamidjojo, 2019). Instrumentasi FTIR didasarkan pada eksitasi getaran ikatan molekul pada serapan energi cahaya inframerah bagian tengah ($4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$) (Essendoubi dkk, 2007). Karakterisasi menggunakan instrumen FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat pada suatu molekul (Hasanah dkk, 2017).



Gambar 2.5 Hasil spektra FTIR dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina, serta senyawa produk basa Schiff (Nadhiroh, 2020)

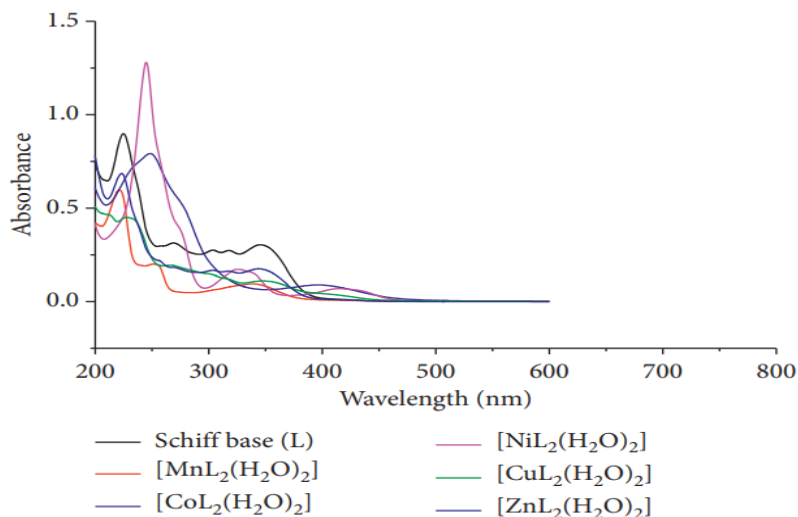
Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan instrumen FTIR dilakukan oleh Fitri (2020) yang telah mensintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan variasi metode sintesis refluks; penggerusan; pengadukan dan sonikasi yang menghasilkan serapan khas gugus C=N secara berturut-turut pada bilangan gelombang 1616 cm^{-1} ; 1616 cm^{-1} ; 1617 cm^{-1} dan 1617 cm^{-1} . Selanjutnya, Nadhiroh (2020) juga melakukan karakterisasi produk basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina menunjukkan serapan khas bilangan gelombang 1617 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya gugus -HC=N , seperti yang bisa dilihat pada Gambar 2.4.

Karakterisasi FTIR senyawa kompleks dilakukan oleh Yu dkk (2009), hasil karakterisasi dari logam Mn(II) dengan ligan basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina, diperoleh serapan M-O pada bilangan gelombang 497 cm^{-1} . Serapan lain yang muncul

yakni serapan gugus C=N pada bilangan gelombang 1638 cm^{-1} dan serapan gugus C-O pada bilangan gelombang 1237 cm^{-1} . Penelitian lain juga dilakukan oleh Maurya dkk (2003) yang telah mensintesis senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina. Hasil karakterisasi menggunakan instrumen FTIR menghasilkan serapan M-O dan M-N pada bilangan gelombang 510 cm^{-1} dan 450 cm^{-1} . Serapan C=N muncul pada bilangan gelombang 1600 cm^{-1} dan serapan C-O muncul pada bilangan gelombang 1440 cm^{-1} .

2.4.3 Karakterisasi Kompleks Basa Schiff Menggunakan Spektrofotometer Ultraviolet – Visible (UV-Vis)

Spektrofotometer UV-Vis merupakan instrumen yang digunakan untuk mengetahui nilai panjang gelombang maksimum, absorbansi dan kurva standar suatu senyawa cuplikan. Panjang gelombang sinar ultraviolet berkisar antara 200-400 nm, sementara sinar tampak mempunyai panjang gelombang berkisar antara 400-800 nm. Spektrofotometer UV-Vis memiliki prinsip yakni interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan suatu materi yang mengakibatkan sebagian dari sinar UV-Vis akan diserap oleh senyawa cuplikan tersebut. Penyerapan energi tersebut menyebabkan terjadinya transisi elektronik, dimana elektron dari tingkat yang lebih rendah mengalami eksitasi ke tingkat yang lebih tinggi. Jumlah energi yang diserap oleh sampel akan merepresentasikan panjang gelombang maksimum yang diperoleh. Terdapat 4 klasifikasi transisi serapan elektronik, yaitu transisi $n \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \pi^*$, $\pi \rightarrow \pi^*$, dan $\sigma \rightarrow \sigma^*$ (Sastrohamidjojo, 2019).



Gambar 2.6 Spektra UV-Vis senyawa kompleks logam transisi dengan ligan basa Schiff 4-kloro-2-[[4-florofenil)imino]metil}fenol (Ommenya dkk, 2020).

Ommenya dkk (2020) mensintesis kompleks logam transisi dengan ligan basa Schiff 4-kloro-2-[[4-florofenil)imino]metal}fenol. Salah satu logam yang digunakan yakni Mn(II), yang kemudian diukur serapan panjang gelombang menggunakan UV-Vis dalam pelarut asetonitril, sesuai yang disajikan pada Gambar 2.5. Ligan basa Schiff menghasilkan panjang gelombang maksimum pada 225 nm, 265 nm, dan 345 nm. Transisi yang mungkin terjadi yakni pada serapan 225 nm mengalami transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, sedangkan serapan 265 nm, dan 345 nm mengalami transisi $n \rightarrow \pi^*$. Panjang gelombang maksimum senyawa kompleks Mn(II) yang diperoleh adalah 221 nm, 251 nm, dan 342 nm. Serapan pada panjang gelombang 221 nm dan 251 nm terjadi transisi intraligan, sedangkan pada serapan 342 nm terjadi transisi $d \rightarrow d$, dimana berdasarkan diagram Tanabe Sugano menunjukkan pita transisi ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$.

Abid dkk (2020) juga telah melakukan sintesis kompleks menggunakan ligan dari senyawa piperonal dan asam antranilat dan melakukan karakterisasi dengan UV-Vis menggunakan pelarut DMSO. Hasil yang diperoleh 226 nm menunjukkan aromatik dengan transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$. Panjang gelombang 266 nm dan 302 nm

menunjukkan serapan imina dengan transisi elektron berturut-turut $\pi \rightarrow \pi^*$ dan $n \rightarrow \pi^*$.

2.4.4 Karakterisasi Kompleks Basa Schiff Menggunakan *Powder X-Ray Diffraction (XRD)*

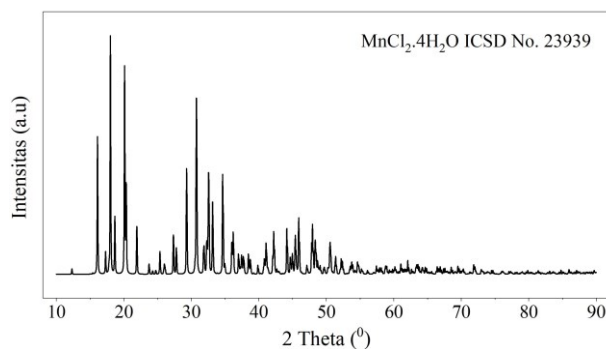
XRD merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengetahui sifat suatu senyawa sebagai kristal atau amorf (Vishwakarma dkk, 2020). Selain itu, juga bisa memberikan informasi tentang struktur, fase, orientasi kristal yang disukai dan parameter struktural lainnya, seperti ukuran rata-rata kristal, kristalinitas, regangan dan cacat kristal (Bunaciu dkk, 2015).

Yu dkk (2009) telah mensintesis senyawa kompleks salah satunya dari Mn(II) dengan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan metode refluks yang kemudian dianalisis menggunakan *Single Crystal X-ray Diffraction* menghasilkan rumus struktur $C_{30}H_{30}Cl_2MnN_2O_4$ dengan sistem kristal monoklinik, grup ruang $P2_1/c$, dan $Z=4$. Namun biaya karakterisasi *Single Crystal X-ray Diffraction* cukup mahal, sehingga sebagai alternatif menggunakan *Powder X-ray Diffraction*.

Hasil dari *Powder X-ray Diffraction* berupa difraktogram yang berisi pola difraksi dari senyawa, juga bisa digunakan untuk menentukan fasa dan ukuran kristal. Analisis kualitatif bisa dilakukan dengan membandingkan pola difraksi atau tinggi puncak senyawa kompleks pada sudut-sudut tertentu dengan tinggi puncak pada sampel standar ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dan standar mangan klorida tetrahidrat (ICSD No. 23939), Gambar 2.7 (Mehmet dkk, 2020). Menurut persamaan Bragg, nilai dua Theta (2θ) atau sudut difraksi berbanding terbalik dengan jarak antarkisi (d) kristal. Sesuai dengan persamaan 2.1 (Bunaciu dkk, 2015):

$$n \lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots (2.1)$$

dimana n adalah bilangan bulat, λ adalah panjang gelombang sinar X, d adalah jarak antarkisi, dan θ adalah sudut pengukuran atau sudut difraksi.



Gambar 2.7 Pola difraksi sinar-X dari senyawa $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

2.5 Sintesis Senyawa Kompleks Mangan(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol Menggunakan Metode Sonikasi dalam Perspektif Islam

Allah SWT telah berfirman dalam al-Quran surat Fatir (45) ayat 39 yang berbunyi:

هُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ فِي الْأَرْضِ ۖ فَمَنْ كَفَرَ فَعَلَيْهِ كُفْرُهُ ۖ وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا مُتَّعًا ۚ
وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا حَسَارًا ﴿٣٩﴾

Artinya: “Dialah yang menjadikan kamu sebagai khalifah-khalifah di bumi. Barangsiapa yang kafir, maka (akibat) kekafirannya akan menimpa dirinya sendiri. Dan kekafiran orang-orang kafir itu hanya akan menambah kemurkaan di sisi Tuhan mereka. Dan kekafiran orang-orang kafir itu hanya akan menambah kerugian mereka belaka.” (QS. Fatir (35): 39).

Muhammad Quraish Shihab (2002) dalam tafsirnya menjelaskan bahwa Allah telah menjadikan manusia sebagai khalifah untuk membangun dan mengolah bumi. Maka dari itu, manusia sudah sepatutnya untuk selalu bersyukur dan tidak kufur akan nikmat yang telah Allah berikan. Menjaga bumi dari kerusakan merupakan salah satu bentuk rasa syukur kepada-Nya karena telah menjadikan manusia sebagai khalifah di

bumi. Sebaliknya, wujud dari perbuatan manusia yang kufur atas nikmat-Nya akan membuat kerusakan di muka bumi.

Penggunaan metode sonikasi dalam mensintesis senyawa kompleks merupakan salah satu bentuk tindakan yang ramah lingkungan. Di mana peran manusia sebagai *Khalifah fi al-'Ardi* yakni, kemampuan untuk menjaga, memakmurkan dan melestarikan bumi sebagaimana mestinya. Kemudian sudah semestinya menebarkan rahmat bagi alam dan sekitarnya sesuai dengan tujuan penciptaannya serta sebagai konsekuensi setelah menerima Islam sebagai pedoman hidupnya (Iqbal, 2016).

Pada dasarnya memelihara dan melestarikan bumi sama halnya menjaga ilmu. Apabila dipelajari dan dimanfaatkan semakin kita paham, juga dapat menebarkan kebaikan bagi orang di sekitarnya. Setiap unsur yang ada di alam semesta selalu terikat dengan ilmu atau pengetahuan. Sebagai manusia yang beriman dan berfikir akan menyadari bahwa segala sesuatu yang telah Allah ciptakan di bumi maupun di langit tidak ada yang sia-sia dan tanpa hikmah. Manusia wajib berusaha mencari manfaat dan kegunaan ciptaan Allah bagi mereka. Berkaitan dengan hal tersebut, Allah berfirman dalam al-Quran surat al-Jasiah (45) ayat 13:

وَسَخَّرَلَكُمْ مَآبِى السَّمٰوٰتِ وَمَآبِى الْاَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ ۗ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لَآيٰتٍ لِّقَوْمٍ يَّتَفَكَّرُوْنَ ﴿١٣﴾

Artinya: “Dan Dia menundukkan apa yang ada di langit dan apa yang ada di bumi untukmu semuanya (sebagai rahmat) dari-Nya. Sungguh, dalam hal yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang-orang yang berpikir.” (QS. Al-Jasiah (35):13)

Allah menjelaskan bahwa Dia-lah yang telah menundukkan semua makhluk ciptaan-Nya yang ada di langit (seperti matahari, bulan, bintang-bintang, dan lainnya) dan di bumi (seperti tumbuh-tumbuhan, binatang, gunung, lautan dan sebagainya). Semua diciptakan disamping sebagai rahmat dan karunia-Nya kepada manusia juga mengandung tanda-tanda kekuasaan dan keagungan-Nya agar manusia dapat menggunakan dan memanfaatkannya untuk kepentingan melaksanakan tugas sebagai

khalifah Allah di bumi (Departemen Agama RI, 2010). Dengan demikian, manusia harus memiliki kemauan berusaha dan keinginan untuk mengetahui sebagian ilmu Allah. Melakukan sintesis kompleks basa Schiff dari molekul senyawa yang telah Allah ciptakan merupakan salah satu bentuk usaha dan rasa ingin tahu manusia tentang bagaimana senyawa tersebut memiliki potensi sehingga bisa memberi manfaat dalam kehidupan manusia.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus – September 2021 di Laboratorium Anorganik, Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi UV-Vis, FTIR, GC-MS dilakukan di Laboratorium Instrumen, Jurusan Kimia, UIN Malang. Karakterisasi XRD dilakukan di PT. Inovasi Hijau Indonesia, Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas kimia, bola hisap, neraca analitik, desikator, cawan penguap, MPA STUART tipe SMP11, termometer, pipa kapiler, sonikator Q500, GC-MS Varian CP 3800/Saturn 2200, FTIR Varian tipe FT 1000, UV-Vis Varian Cary 50, dan XRD MiniFlex 600.

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah mangan klorida tetrahidrat ($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), *o*-vanilin ($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$), *p*-toluidina ($\text{C}_7\text{H}_9\text{N}$), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) p.a, kloroform (CHCl_3), akuades (H_2O), kalium bromida (KBr), perak nitrat (AgNO_3).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan basa Schiff menggunakan metode sonikasi. Sebelum itu, ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol akan disintesis dengan metode sonikasi dan dikarakterisasi

menggunakan FTIR dan GC-MS. Produk sintesis kompleks dianalisis secara kualitatif dengan mengidentifikasi senyawa yang dihasilkan, dan secara kuantitatif dengan menghitung persen rendemen produk yang dihasilkan. Senyawa kompleks dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR dan P-XRD.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol
2. Karakterisasi ligan basa Schiff menggunakan:
 - a. *Fourier Transform Infrared* (FTIR)
 - b. *Gas Chromatography – Mass Spectroscopy* (GC-MS)
3. Sintesis kompleks Mangan (II) dengan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol menggunakan metode sonikasi
4. Karakterisasi kompleks menggunakan:
 - a. *Ultraviolet – Visible* (UV-Vis)
 - b. *Fourier Transform Infrared* (FTIR)
 - c. *Powder X-Ray Diffraction* (P-XRD)

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis Ligan 2-Metoksi-6-[(*p*-Tolilimino)Metil]Fenol Menggunakan Metode Sonikasi (Fitri, 2020)

o-Vanilin sebanyak 3,8037 g (25 mmol) dan *p*-toluidina sebanyak 2,6789 g (25 mmol) dimasukkan dalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan 50 mL akuades dan dikenakan radiasi ultrasonik menggunakan *vibra cell sonicator* selama 14 menit dengan jeda 5 detik *on* dan 5 detik *off*. Produk yang terbentuk didiamkan dalam suhu ruang, lalu disaring dan dikeringkan di dalam desikator hingga massa konstan. Dihitung rendemen hasil sintesis dengan Persamaan 3.1.

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{massa produk}}{\text{massa teoritis}} \times 100 (\%) \quad (3.1)$$

3.5.2 Sintesis Kompleks Mangan (II) dengan Ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol Menggunakan Metode Sonikasi

Sintesis kompleks basa Schiff dimodifikasi dari penelitian Nikpassand dkk (2013) dan Abid dkk (2020). Perbandingan sintesis antara logam Mn(II) dengan ligan basa Schiff yakni, (1:2). Logam Mn(II) yang berasal dari $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0,1979 g (1 mmol) dilarutkan dalam 5 mL etanol dan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol 0,4822 g (2 mmol) dilarutkan dalam 10 mL etanol. Dicampurkan kedua larutan tersebut dalam gelas kimia. Kemudian dimasukkan dalam sonikator selama 15 menit, dengan jeda 5 detik *on* dan 5 detik *off*. Setelah itu, didinginkan dan dibiarkan mengendap. Hasil sintesis yang terbentuk disaring dan dicuci dengan etanol, lalu dikeringkan di dalam desikator hingga berat konstan. Dihitung rendemen hasil sintesis dengan Persamaan 3.1.

3.5.3 Karakterisasi Ligan dan Kompleks

3.5.3.1 Karakterisasi Menggunakan Uji Titik Lebur

Titik lebur senyawa produk dan ligan basa Schiff ditentukan menggunakan *melting point apparatus* (MPA). Padatan dimasukkan dalam pipa kapiler kemudian dimasukkan dalam lubang kecil disamping blok thermometer pada alat. Penentuan titik lebur dibuat dengan sistem *range* dimana titik bawah terukur ketika sampel pertama kali melebur dan titik atas terukur ketika sampel melebur sempurna. Perlakuan diulangi sebanyak tiga kali masing-masing sampel.

3.5.3.2 Karakterisasi Ligan Menggunakan GC-MS

Senyawa hasil sintesis sebanyak 0,1 g dilarutkan dengan kloroform 5 mL dengan konsentrasi 20.000 ppm kemudian diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam tempat GC-MS Varian CP 3800/Saturn 2200 dengan kondisi operasional berikut:

Jenis kolom	:	Varian VF-5 MS
Panjang kolom	:	30 meter
Diameter kolom	:	0.25 mm
Detektor	:	QP2010
Temperatur kolom	:	70 °C (10 menit) 70 °C → 290 °C, laju 10 °C/menit 290 °C (13 menit)
Temperatur injektor	:	310 °C
Tekanan gas	:	16,5 kPa
Kecepatan aliran gas	:	0,5 mL/menit
Gas pembawa	:	Helium
MS (m/z)	:	40 - 650 m/z

3.5.3.3 Karakterisasi Ligan dan Kompleks Menggunakan UV-Vis

Senyawa produk sintesis, ligan basa Schiff dan garam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dilakukan uji kualitatif, masing-masing dilarutkan dalam etanol dengan konsentrasi 1×10^{-5} M. Kemudian sampel dimasukkan dalam kuvet, lalu dianalisis oleh spektrofotometer UV-Vis Varian Cary 50 pada rentang panjang gelombang 200 nm – 800 nm. Hasil yang diperoleh berupa spektrum dan panjang gelombang maksimumnya.

Uji kuantitatif dilakukan dengan menentukan perbandingan logam dan ligan dalam kompleks menggunakan variasi kontinu, dimana memvariasikan rasio logam dan ligan pada konsentrasi yang sama. Larutan logam $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.01 M dan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol 0,01 M divariasikan dengan perbandingan: (10:0), (7:3), (6:4), (5:5), (4:6), (3:7), (2:8), (1:9), dan (0,10). Masing-masing campuran dengan perbandingan tersebut dimasukkan dalam beaker gelas kimia dan disonikator selama 1 menit. Setelah itu dimasukkan dalam tabung reaksi dan divortex selama 3 menit. Larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum

senyawa kompleks. Hasil dari variasi kontinu dibuat kurva dan garis singgung antara fraksi mol ligan terhadap absorbansi terkoreksi.

3.5.3.4 Karakterisasi Ligan dan Kompleks Menggunakan FTIR

Identifikasi gugus fungsi senyawa produk dan ligan basa Schiff diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR Varian tipe FT 1000. Sampel dicampur dengan KBr perbandingan 98:2, kemudian digerus menggunakan mortar agate. Campuran tersebut ditekan dan dibentuk pelet, lalu diletakkan dalam *cell holder* pada instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Hasilnya kemudian dianalisis dan diidentifikasi berdasarkan spektra yang diperoleh.

3.5.3.5 Karakterisasi Ligan dan Kompleks Menggunakan P-XRD

Identifikasi fasa, struktur, kristalinitas dan ukuran kristal rata-rata senyawa produk menggunakan XRD. Pengukuran dilakukan pada suhu kamar menggunakan X-ray difraktometer dengan radiasi Cu $K\alpha$ pada 40 kV, 15 mA dan 600 W. Rentang 2-Theta yang digunakan 3 - 90° dengan kecepatan pemindaian 10°/menit dan lebar langkah 0,02°. Data yang diperoleh berupa difraktogram yang akan dibandingkan dengan data standar *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD).

BAB VI

PEMBAHASAN

Senyawa kompleks Mn(II)-basa Schiff dalam penelitian ini disintesis dengan metode sonikasi. Dimana sebelumnya, basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol sebagai ligan juga disintesis dengan metode sonikasi. Ligan tersebut dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi basa Schiff dan GC-MS untuk mengetahui kemurnian dan struktur senyawa basa Schiff. Sedangkan hasil sintesis kompleks dikarakterisasi menggunakan UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang maksimum kompleks basa Schiff, FTIR untuk mengetahui gugus fungsi pada kompleks dan XRD untuk mengidentifikasi karakter struktur kompleks.

4.1 Sintesis Basa Schiff 2-Metoksi-6-[(*p*-Tolilimino)Metil]Fenol

Ligan basa Schiff disintesis menggunakan metode sonikasi selama 14 menit. Hasil pengamatan diketahui padatan *o*-vanilin berwarna kuning dan padatan *p*-toluidina berwarna putih. Saat keduanya dicampur dalam pelarut akuades, warna larutan berubah menjadi jingga. Setelah sintesis, produk didiamkan pada suhu ruang sekitar 3 jam terlihat endapan berwarna jingga dan filtrat bening, kemudian disaring dan disimpan di desikator sampai berat produk konstan. Hasil pengamatan disajikan pada Tabel 4.1.

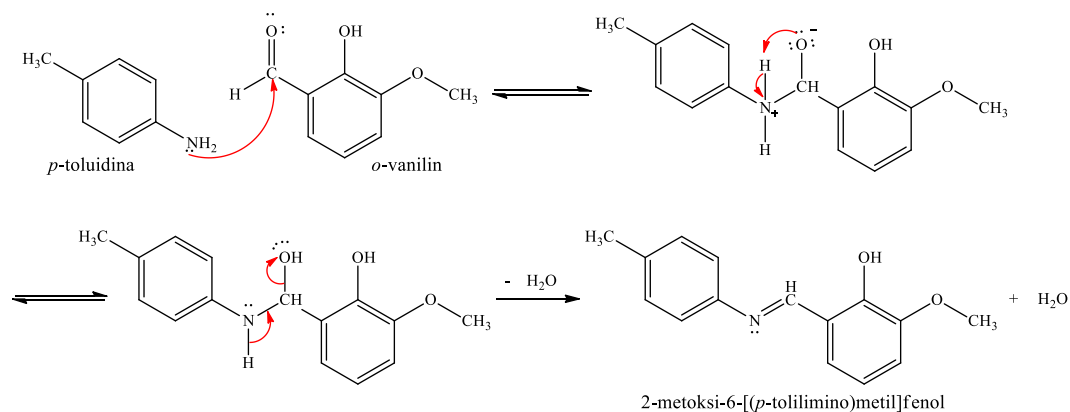
Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisik reaktan dan produk basa Schiff

Parameter	Senyawa		
	<i>o</i> -Vanilin	<i>p</i> -Toluidina	Produk
Bentuk	Kristal	Kristal	Bubuk
Warna	Kuning	Putih	Jingga
Titik Leleh (°C)	40–42 ^a	43 ^b	94–95
Randemen %	-	-	99,7

Keterangan: ^aMerck (2021); ^bSigma-Aldrich (2021)

Berdasarkan pengamatan Tabel 4.1, dapat diduga bahwa senyawa *o*-vanilin dan *p*-toluidina telah bereaksi membentuk produk. Hal tersebut ditandai dengan terjadinya perubahan warna dari *o*-vanilin berwarna kuning dan *p*-toluidina berwarna putih menjadi produk berwarna jingga. Selain itu, juga terjadi perubahan titik lebur dari reaktan *o*-vanilin (40–42 °C) dan *p*-toluidina (43 °C) menjadi produk yang memiliki titik lebur 94–95 °C. Titik lebur suatu senyawa dapat menunjukkan kestabilan dari senyawa tersebut. Produk yang diperoleh memiliki rentang titik leleh yang kecil, selisih 1–2 °C, yang menandakan bahwa produk memiliki kestabilan yang cukup tinggi. Hal ini menunjukkan kemungkinan terbentuknya senyawa target.

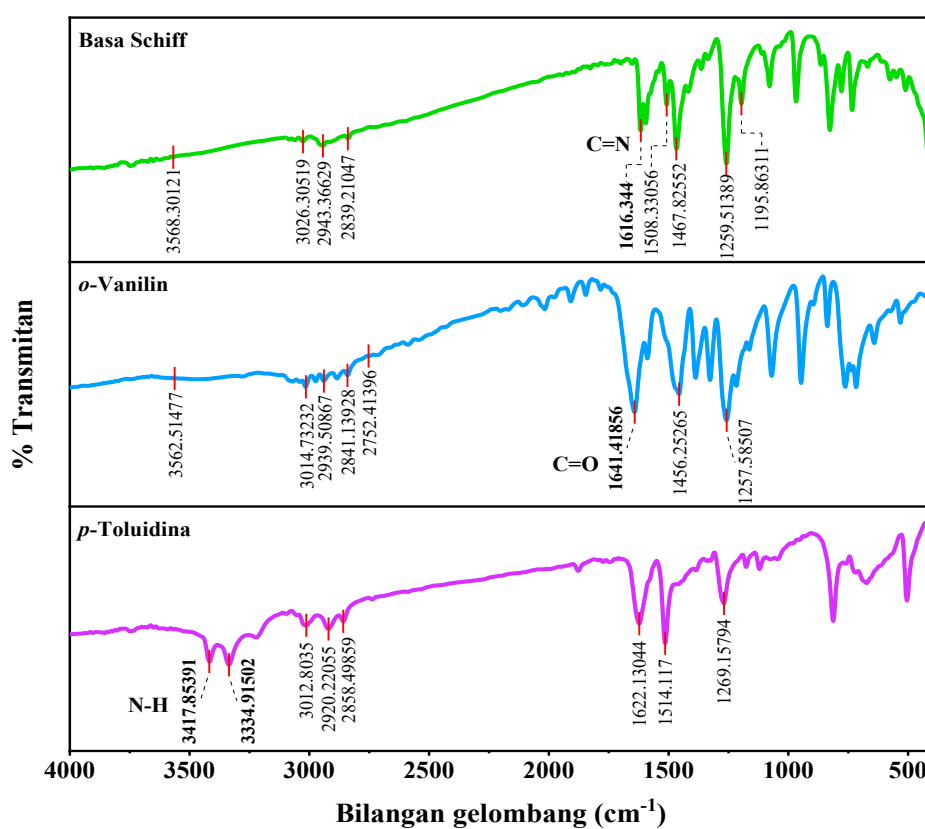
Tahapan-tahapan reaksi pembentukan basa Schiff dimulai dari adisi gugus karbonil yang bersifat parsial positif oleh amina primer. Kemudian terbentuk gugus azometin melalui pelepasan molekul air. Reaksi adisi terjadi ketika pasangan elektron bebas atom N dari nukleofil, *p*-toluidina, menyerang atom C karbonil dari elektrofil, *o*-vanilin, yang kemudian diikuti reaksi eliminasi H₂O membentuk ikatan C=N. Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dapat dilihat pada Gambar 4.1.



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

4.1.1 Karakterisasi Ligan Menggunakan FTIR

Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa. Spektra FTIR yang dihasilkan dibandingkan dengan literatur sehingga dapat mengetahui kemungkinan terbentuknya senyawa target. Perbandingan spektra FTIR antara reaktan dan produk dapat dilihat pada Gambar 4.2 dan hasil interpretasinya ditampilkan pada Tabel 4.2.



Gambar 4.2 Spektra FTIR *o*-vanilin, *p*-toluidina dan produk basa Schiff

Berdasarkan Gambar 4.2 dan Tabel 4.2, dapat dilihat bahwa senyawa target memiliki spektra yang berbeda dengan reaktannya. Pada bilangan gelombang 1641 cm^{-1} yang merupakan serapan khas gugus C=O karbonil senyawa *o*-vanilin tidak muncul pada senyawa target serta serapan khas gugus N-H senyawa *p*-toluidina pada bilangan gelombang 3417 cm^{-1} dan 3334 cm^{-1} juga tidak terlihat pada senyawa target. Hal tersebut mengindikasikan terbentuknya senyawa target. Dimana dibuktikan dengan

munculnya serapan baru pada bilangan gelombang 1616 cm^{-1} yang merupakan serapan khas senyawa basa Schiff yakni gugus C=N imina (Bendale dkk, 2011; Fitri, 2020).

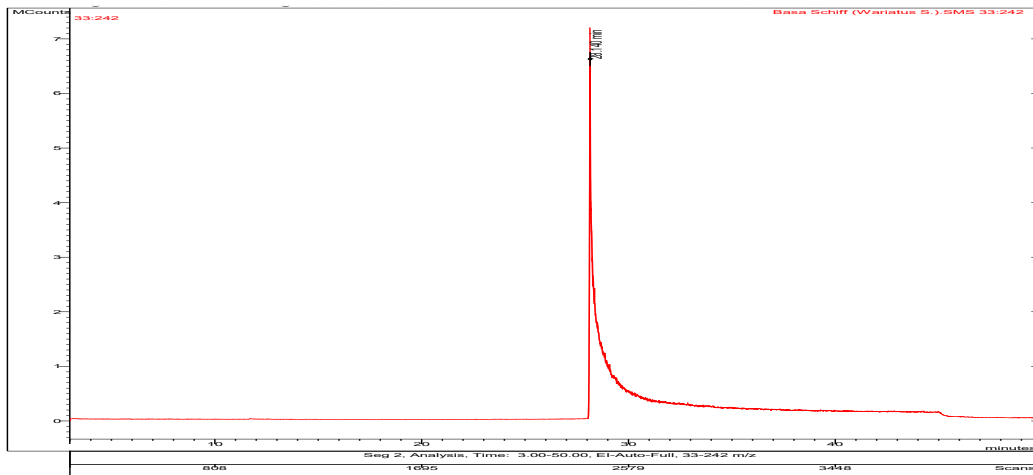
Tabel 4.2 Gugus fungsi hasil sintesis senyawa basa Schiff

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Intensitas ^(a)
	Basa Schiff	Referensi ^(a)	
O-H _{stretching}	3569	3590-3400	sedang-kuat
C _{sp2} -H _{stretching}	3026	3080-3010	lemah
C _{sp3} -H _{asymmetric stretching}	2943	3000-2800 ^(b)	lemah
C _{sp3} -H _{symetric stretching}	2839		
Overtone aromatik	1870-1830	2000-1660	lemah
C=N	1616	1645-1605	kuat
C=C aromatik	1508	1525-1470	bervariasi
O-C _{sp3}	1467	1470-1435	kuat
C-O _{stretching phenol}	1259	1260-1180 ^(b)	bervariasi
C-N	1195	1280-1180	sedang

Keterangan: ^(a)Socrates (2001); ^(b)Silverstein dkk (2005).

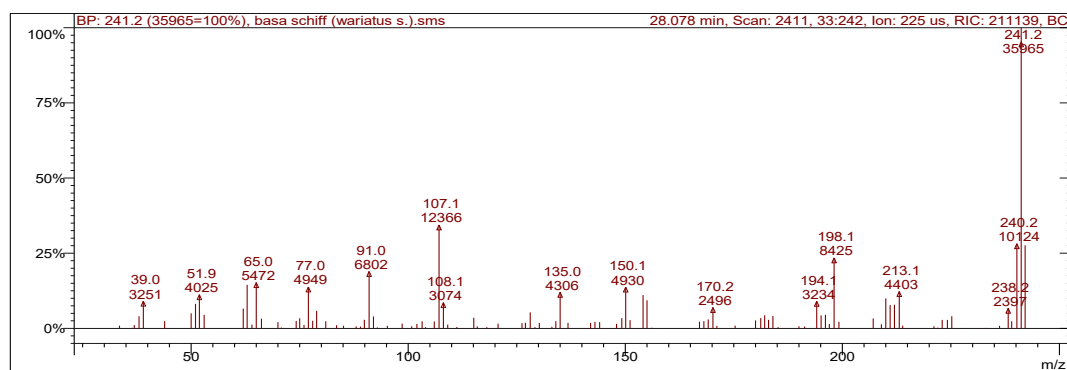
4.1.2 Karakterisasi Ligan Menggunakan GC-MS

Karakterisasi menggunakan GC-MS bertujuan untuk memisahkan suatu senyawa target yang terdapat dalam produk melalui data kromatogram. Kemudian untuk mengetahui berat molekul senyawa target tersebut dapat dilihat berdasarkan nilai m/z ion molekuler pada spektra massa yang dihasilkan. Hasil kromatogram dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Kromatogram senyawa basa Schiff

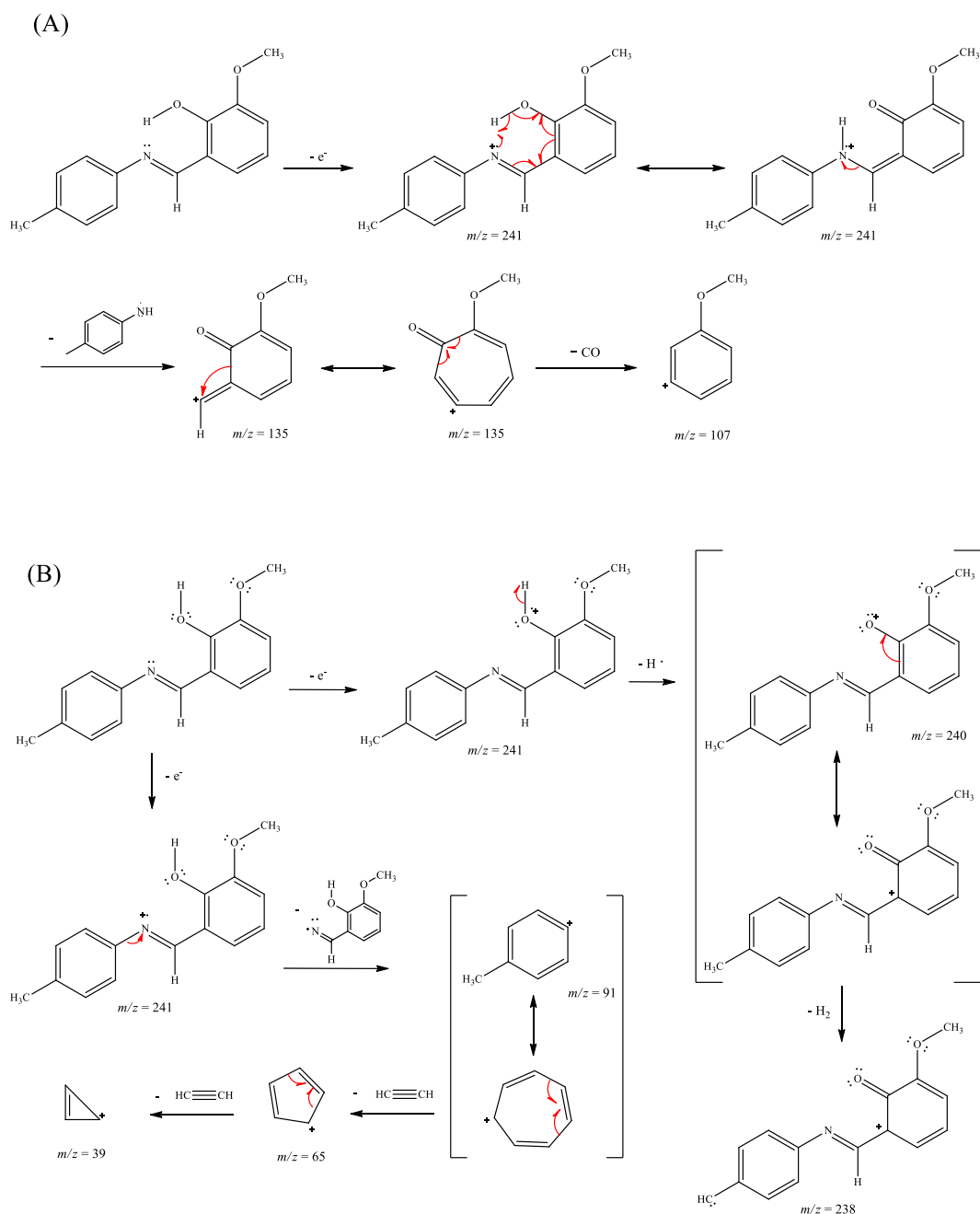
Berdasarkan Gambar 4.3, terdapat satu puncak pada waktu retensi 28,140 menit dan memiliki persen luas area sebesar 100%. Hal tersebut menandakan kemurnian senyawa target sebesar 100%. Data didukung dengan hasil analisa menggunakan spektrometer massa yang disajikan pada Gambar 4.4 serta dugaan pola fragmentasinya disajikan pada Gambar 4.5; Gambar 4.6 dan Gambar 4.7.



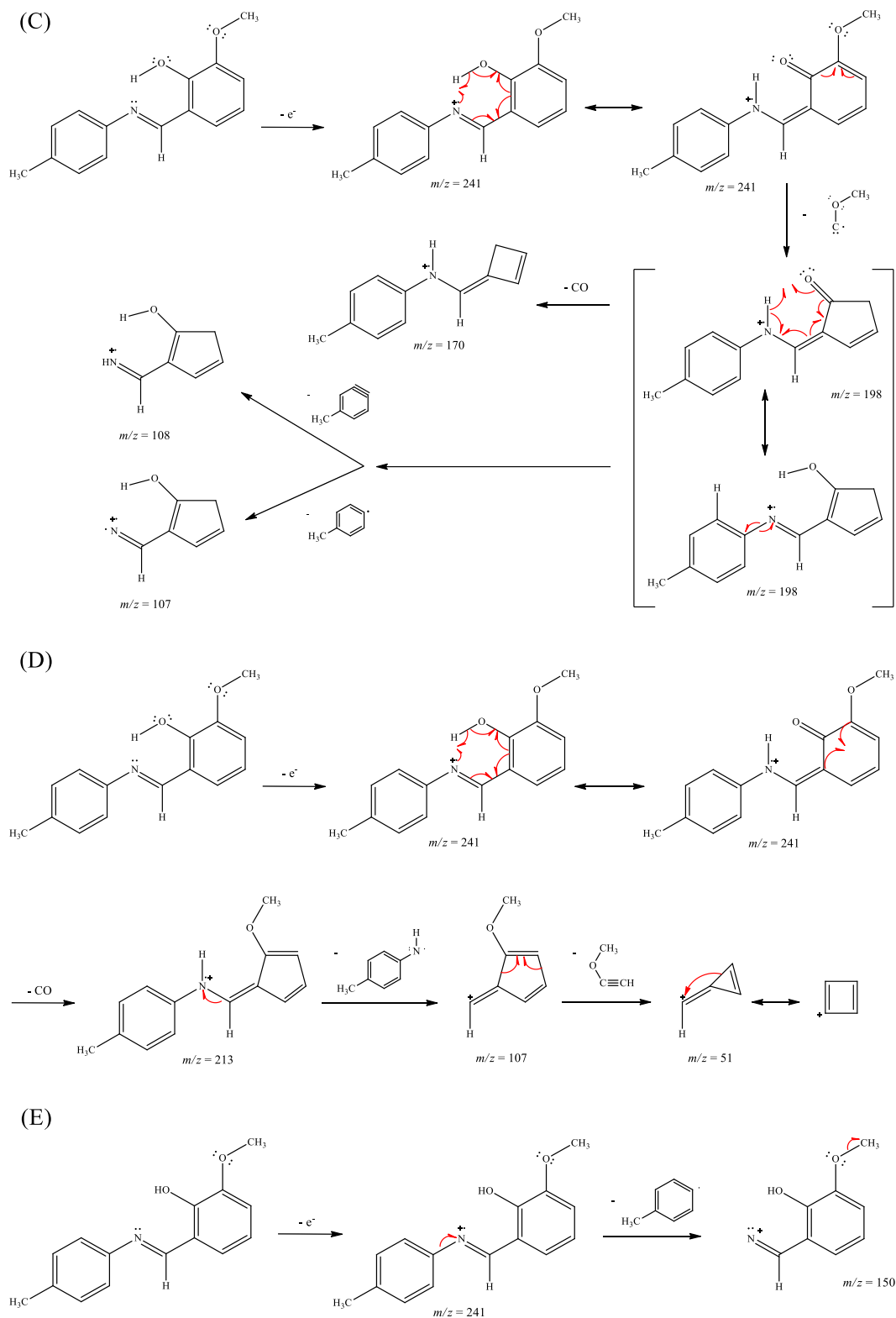
Gambar 4.4 Spektra massa senyawa basa Schiff

Berdasarkan spektra massa pada Gambar 4.4, senyawa target memiliki puncak ion molekuler dengan m/z 241 dan memiliki puncak dengan kelimpahan tertinggi sehingga puncak tersebut juga menjadi base peak dari spektra massa. Ion molekuler yang dihasilkan mempunyai nilai m/z yang sama dengan massa molekul relatif dari

senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol yaitu 241 g/mol (Fitri, 2020). Maka dari itu, senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol telah berhasil disintesis dan dapat digunakan sebagai ligan dalam pembentukan senyawa kompleks.



Gambar 4.5 Pola fragmentasi senyawa 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dari spektra massa, (a) dugaan pertama, (b) dugaan kedua.



Gambar 4.6 Pola fragmentasi senyawa 2-metoksi-6-[(p-tolilimino)metil]fenol dari spektra massa, (c) dugaan ketiga, (d) dugaan keempat, (e) dugaan kelima

Dugaan pola fragmentasi yang disajikan pada Gambar 4.5 dan Gambar 4.6, didapatkan ketika molekul senyawa ditembak oleh berkas elektron yang dihasilkan

dari filamen dengan tenaga sekitar 70 eV. Kemudian molekul tersebut terionkan menjadi ion molekular dan terputus menjadi fragmen-fragmen. Ion molekular yang dihasilkan akan sebanding dengan massa molekul suatu senyawa atau rasio massa dibanding muatan (m/z) (Sastrohamidjojo, 2019).

Fragmentasi ion molekul berelektron ganjil (radikal kation, $M^{+\cdot}$) terjadi melalui pemutusan ikatan secara homolitik atau heterolitik. Pemutusan secara homolitik terjadi ketika fragmen yang dihasilkan suatu kation berelektron genap dan suatu radikal bebas, yakni spesi yang berelektron ganjil. Sedangkan pemutusan secara heterolitik menghasilkan fragmen dengan kation berelektron genap atau radikal (Sutrisno, 2011)

4.2 Sintesis Kompleks Mn(II) dengan Ligan 2-Metoksi-6-[(*p*-Tolilimino)Metil]Fenol

Senyawa kompleks Mn(II) dengan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol disintesis menggunakan metode sonikasi selama 15 menit dalam pelarut etanol. Hasil pengamatan memperlihatkan larutan mangan diklorida tetrahidrat tidak berwarna (bening) dan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol berwarna jingga. Saat keduanya dicampurkan warna larutan berubah menjadi merah dan setelah proses sintesis warna larutan berubah menjadi merah bata. Pengamatan fisik disajikan pada Tabel 4.3.

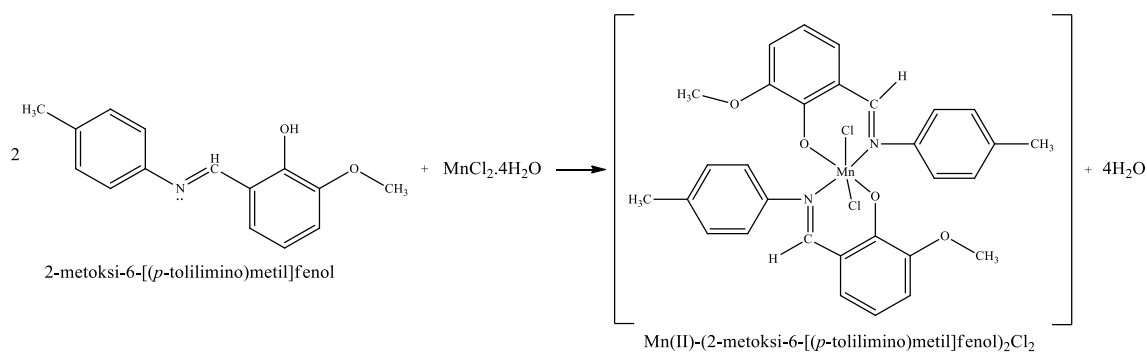
Tabel 4.3 Hasil pengamatan senyawa kompleks basa Schiff

Parameter	Senyawa			
	MnCl ₂ .4H ₂ O	2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol	Kompleks Mn(II) - basa Schiff	Literatur ^(b)
Bentuk	Serbuk	Serbuk	Serbuk	Serbuk
Warna	Merah muda	Jingga	Merah bata	Merah
Titik Leleh	58 °C ^(a)	94-95 °C	-	~250 °C
Randemen	-	-	95,2 %	65%

Keterangan: ^(a)Merck (2021); ^(b)Yu dkk (2009)

Berdasarkan Tabel 4.3 produk kompleks yang disintesis didiamkan selama 48 jam pada suhu ruang. Produk kompleks memiliki karakteristik warna merah bata berbentuk serbuk dan titik leleh lebih dari 233 °C. Hal tersebut disebabkan karena keterbatasan alat, sehingga titik leleh produk tidak diketahui nilainya secara pasti. Akan tetapi, Yu dkk (2009) telah melakukan sintesis kompleks dengan reaktan yang sama memiliki karakteristik warna merah berbentuk padatan berupa serbuk dengan titik leleh ~250 °C. Hal tersebut mengindikasikan bahwa senyawa kompleks Mn(II) – basa Schiff telah terbentuk.

Produk kompleks yang telah disintesis dengan metode sonikasi selama 15 menit pada suhu ruang menghasilkan randemen 95,2%. Yu dkk (2009) telah mensintesis senyawa kompleks Mn(II) dengan metode refluks selama 2 jam pada suhu ruang menghasilkan randemen 65%. Hal tersebut memberikan indikasi bahwa metode sonikasi memiliki kelebihan dibandingkan metode refluks. Kelebihan tersebut diantaranya waktu relatif singkat, hemat energi dan randemen yang dihasilkan relatif tinggi (Abid dkk, 2020; Ahmed dkk, 2014; dan Nikpassand dkk, 2013). Dugaan reaksi yang terbentuk ditampilkan pada Gambar 4.7.



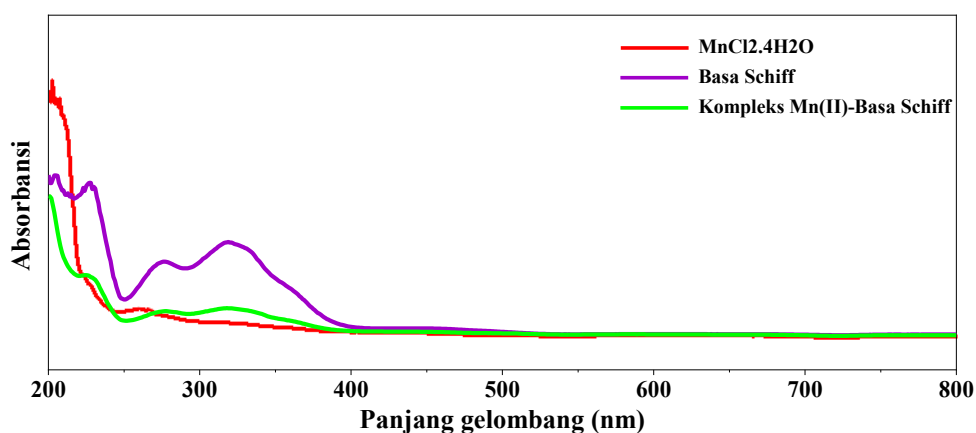
Gambar 4.7 Dugaan reaksi senyawa kompleks basa Schiff

Selektivitas ligan Cl⁻ dan H₂O dalam membentuk senyawa kompleks dengan atom pusat Mn²⁺ sesuai struktur yang ditampilkan pada Gambar 4.7, dapat dijelaskan salah satunya dengan teori asam basa keras lunak. Dimana atom pusat Mn²⁺ dalam

tabel teori asam basa keras lunak terklasifikasi pada daerah batas atau *borderline*, yang memiliki kecenderungan berikatan dengan ligan yang terklasifikasi pada daerah yang sama. Ligan Cl^- terklasifikasi pada daerah *borderline*, sedangkan ligan H_2O terklasifikasi pada daerah basa keras. Sehingga atom pusat Mn^{2+} lebih cenderung berikatan dengan ligan Cl^- dibandingkan dengan ligan H_2O (Mani, 2018). Selain itu, apabila dilihat dari nilai keelektronegatifan atom donor pada ligan Cl^- dan H_2O , nilai keelektronegatifan atom O lebih besar daripada atom Cl. Semakin tinggi keelektronegatifan atom donor, semakin sulit untuk mendonorkan PEB pada atom pusat. Sehingga ligan Cl^- lebih mudah mendonorkan PEB pada atom pusat dibandingkan ligan H_2O (Effendy, 2013).

4.2.1 Karakterisasi Kompleks Menggunakan UV-Vis

Karakterisasi menggunakan UV-Vis dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Uji kualitatif bertujuan untuk mengetahui nilai panjang gelombang maksimum suatu senyawa cuplikan. Sedangkan uji kuantitatif dilakukan bertujuan untuk menentukan perbandingan logam dan ligan dalam kompleks. Panjang gelombang UV-Vis yang digunakan berkisar antara 200-800 nm. Hasil karakterisasi ditampilkan pada Gambar 4.8 dan panjang gelombang ditampilkan pada Tabel 4.4.



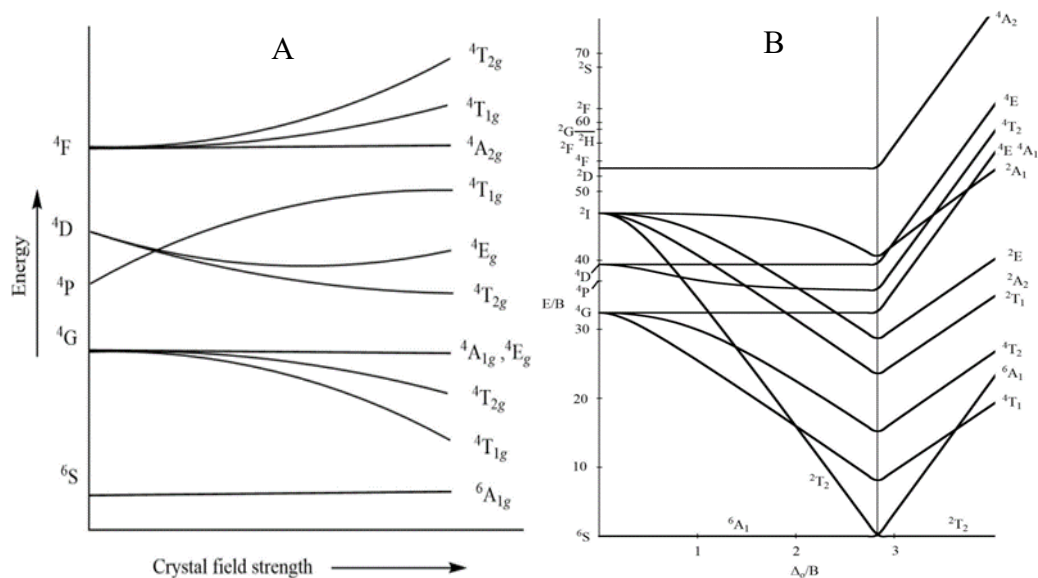
Gambar 4.8 Hasil karakterisasi UV-Vis senyawa reaktan dan produk

Tabel 4.4 Panjang gelombang dari reaktan dan kompleks

Senyawa	MnCl ₂ .4H ₂ O	Ligan basa Schiff	Produk Kompleks
Panjang gelombang (nm)	213, 262, dan 269	228, 277, dan 319	225, 277, dan 317

Berdasarkan Tabel 4.4, ligan basa Schiff menunjukkan serapan panjang gelombang pada 228 nm, 277 nm, dan 319 nm. Serapan pada 228 nm karena transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dalam benzena, serapan pada 277 nm terdapat transisi $n \rightarrow \pi^*$ karena adanya nitrogen pada gugus azometin (-N=CH-) dan serapan pada 319 nm terjadi transisi $n \rightarrow \pi^*$ karena adanya gugus -OH. Sedangkan spektrum pada senyawa kompleks menampilkan serapan panjang gelombang yang mirip dengan ligan basa Schiff, akan tetapi mengalami pergeseran serapan ke arah panjang gelombang yang lebih pendek. Serapan yang muncul pada senyawa kompleks yakni pada panjang gelombang 225 nm, 277 nm, dan 317 nm. Serapan pada 225 nm dan 277 nm terjadi karena transisi intraligan, sedangkan serapan pada 317 nm sebagai hasil dari transisi $d \rightarrow d$ untuk ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$ yang menunjukkan geometri oktahedral di sekitar ion Mn(II) (Ommeya dkk, 2020).

Ion Mn²⁺ memiliki konfigurasi d^5 , dimana *term* untuk konfigurasi d^5 terdiri dari 6S , 4G , 4F , 4D , 4P , 2I , 2H , 2G , 2F , 2D , 2P dan 2S . Term 6S adalah *term* keadaan dasar ion bebas dari konfigurasi d^5 (Brisdon, 1998). Diagram Orgel kompleks oktahedral medan lemah dengan konfigurasi d^5 memiliki *term* keadaan dasar ${}^6A_{1g}$, sesuai yang ditampilkan pada Gambar 4.9.

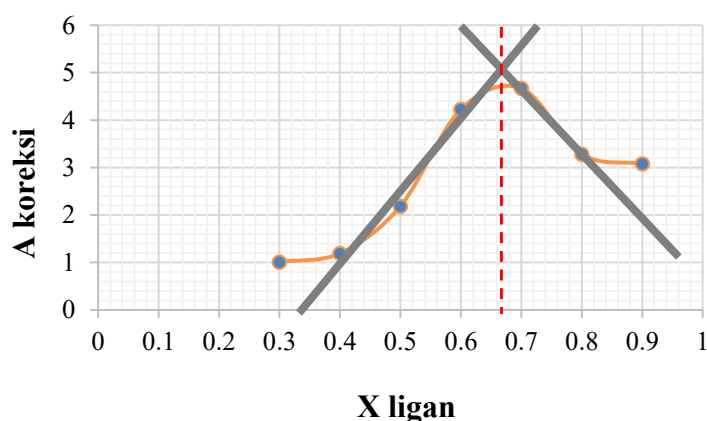


Gambar 4.9 Diagram Ormel (a) dan diagram Tanabe-Sugano (b), kompleks oktahedral dengan konfigurasi d^5 (Dalal, 2017)

Transisi elektron dari *term* keadaan dasar, ${}^6A_{1g}$, ke *term* yang memiliki tingkat energi lebih tinggi dengan multiplisitas kuartet, terdapat 10 kemungkinan yakni ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}$ (G); ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{2g}$ (G); ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$ (G); ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4A_{1g}$ (G); ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}$ (P); ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{2g}$ (D); ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$ (D); ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4A_{2g}$ (F); ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{1g}$ (F); dan ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4T_{2g}$ (F) (Effendy, 2013). Perubahan multiplisitas dari sektet menjadi kuartet menyebabkan transisi-transisi tersebut melanggar aturan seleksi spin sekali, yakni $\Delta S=0$ menjadi $\Delta S=1$, sehingga bila terjadi cenderung memiliki intensitas yang rendah. Sedangkan transisi-transisi yang lain pada medan oktahedral terjadi dari *term* keadaan dasar ${}^6A_{1g}$, ke *term* hasil pemisahan *term* 2I , 2H , 2G , 2F , 2D , 2P dan 2S . Dimana *term* dari multiplisitas sektet ke doublet melanggar aturan seleksi spin sebanyak dua kali, yakni $\Delta S=0$ menjadi $\Delta S=2$, sehingga kemungkinan terjadi transisi lebih kecil lagi dan intensitasnya lebih rendah dibandingkan transisi-transisi dengan multiplisitas kuartet. Sehingga intensitas yang lebih teramati yang melanggar aturan seleksi spin sekali, yakni transisi dari multiplisitas sektet ke kuartet. Hal tersebut sesuai dengan transisi yang mungkin terjadi pada senyawa kompleks basa Schiff ialah transisi ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$.

Transisi ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$ mungkin terjadi dikarenakan adanya serapan pada panjang gelombang 317 nm, dimana memiliki frekuensi 31456 cm^{-1} yang mendekati frekuensi pada transisi ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$. Transisi $d \rightarrow d$ untuk ${}^6A_{1g} \rightarrow {}^4E_g$ termasuk dalam transisi terlarang yang melanggar aturan seleksi spin dan aturan seleksi Laporte. Transisi yang seharusnya terlarang berdasarkan aturan seleksi Laporte juga bisa terjadi disebabkan adanya vibrasi asimetrik pada kompleks oktahedral yang secara temporer akan menghilangkan pusat simetri yang ada. Sehingga, transisi-transisi yang melanggar dua aturan tersebut mungkin terjadi namun cenderung memiliki intensitas yang rendah (Effendy, 2013).

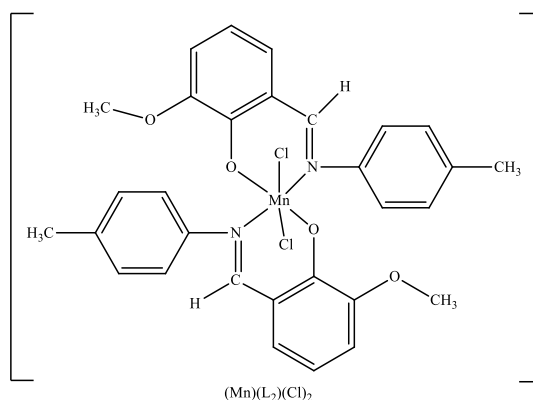
Uji secara kuantitatif menggunakan variasi kontinu dengan memvariasikan rasio logam dan ligan pada konsentrasi yang sama. Metode variasi kontinu adalah metode yang mudah dan umum untuk menentukan stoikiometri reaktan dari kesetimbangan kimia (Olson dkk, 2011). Hasil yang didapat dari metode variasi kontinu berupa absorbansi dari panjang gelombang maksimum senyawa kompleks. Grafik variasi kontinu disajikan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Grafik variasi kontinu

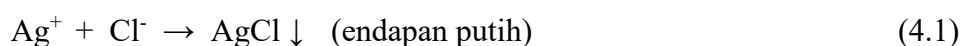
Berdasarkan Gambar 4.10 menunjukkan absorbansi terkoreksi yang diplotkan dengan fraksi dari ligan basa Schiff. Garis singgung yang dibuat di sebelah kanan dan

kiri puncak bertujuan untuk mendapatkan titik perpotongan dari kedua garis singgung tersebut. Titik perpotongan yang dihasilkan menandakan nilai fraksi mol saat kompleks Mn(II)-ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol terbentuk. Nilai titik potong fraksi mol ligan adalah 0,66. Titik potong yang diperoleh dihitung fraksi mol logam berdasarkan Lampiran 2. Hasil perhitungan mendapatkan perbandingan mol Mn(II) dan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol adalah 1:2, yang menjelaskan bahwa satu mol logam Mn(II) dapat berikatan dengan dua mol ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol. Dugaan struktur kompleks yang mungkin dari hasil metode variasi kontinu 1:2, yakni dapat dilihat pada Gambar 4.11.



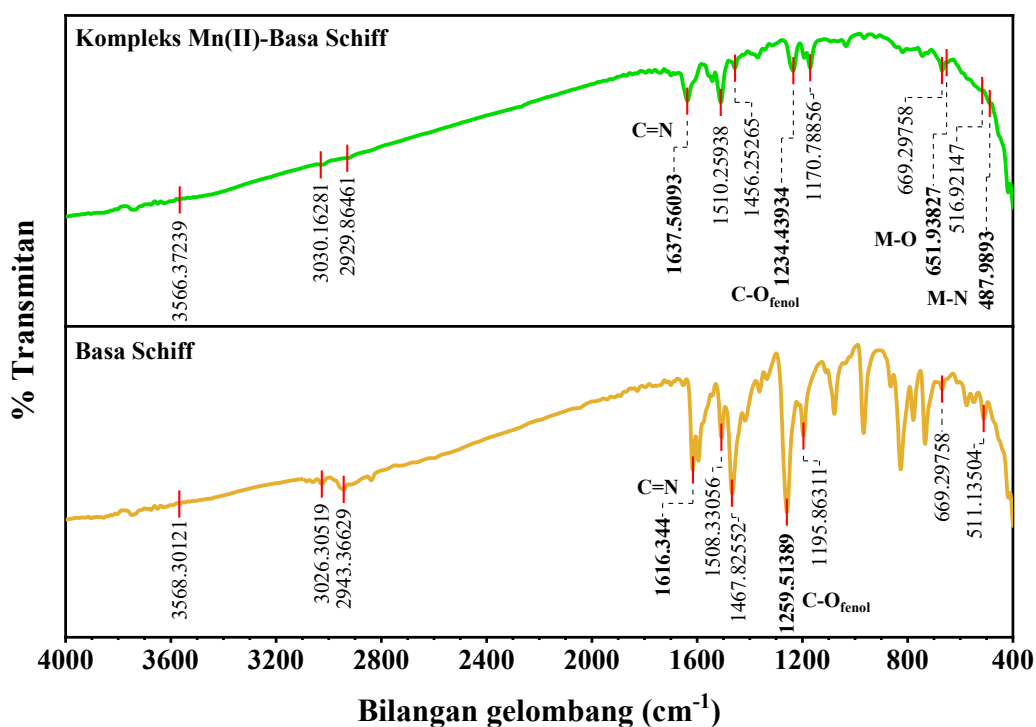
Gambar 4.11 Dugaan struktur kompleks dengan metode variasi kontinu 1:2, yakni $[\text{MnL}_2\text{Cl}_2]$.

Dugaan struktur yang disajikan pada Gambar 4.11, didukung dengan uji kualitatif pada senyawa kompleks, dimana ketika ditambah larutan AgNO_3 terbentuk endapan putih yang diduga senyawa AgCl . Endapan yang terbentuk diduga karena adanya ion Cl^- yang terdapat pada senyawa kompleks tersebut. Sehingga, ketika ion Cl^- bertemu dengan ion Ag^+ akan terbentuk AgCl berupa endapan putih. Sesuai persamaan reaksi 4.1.



4.2.2 Karakterisasi Kompleks Menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat pada suatu molekul. Prinsip FTIR yakni adanya interaksi radiasi elektromagnetik berupa radiasi inframerah yang dilewatkan pada suatu molekul, sehingga menyebabkan terjadinya vibrasi pada molekul yang dikenai sinar tersebut (Sastrohamidjojo, 2019). Gugus fungsi yang dihasilkan senyawa kompleks disajikan pada Gambar 4.12 dan dirincikan pada Tabel 4.5.



Gambar 4.6 Spektra FTIR senyawa basa Schiff dan kompleks

Berdasarkan Gambar 4.12 dan Tabel 4.5, gugus C=N senyawa basa Schiff terlihat pada bilangan gelombang 1616 cm⁻¹, sedangkan pada kompleks basa Schiff mengalami pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih besar yakni 1638 cm⁻¹. Yu dkk (2009) juga mengalami pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih tinggi pada gugus C=N yakni dari 1614 cm⁻¹ ke 1638 cm⁻¹. Adanya pergeseran bilangan gelombang mengindikasikan adanya ikatan koordinasi antara logam Mn(II)

dengan atom N pada ligan basa Schiff. Hal tersebut didukung adanya serapan baru Mn-N pada bilangan gelombang 488 cm^{-1} . Kemudian pada gugus C-O fenol senyawa basa Schiff teramati bilangan gelombang 1259 cm^{-1} mengalami pergeseran bilangan gelombang menjadi 1234 cm^{-1} pada senyawa kompleks. Berdasarkan penelitian Yুদ্ধ (2009), gugus C-O fenol juga mengalami pergeseran bilangan gelombang dari 1257 cm^{-1} ke 1237 cm^{-1} . Pergeseran yang teramati mendukung koordinasi atom O, sehingga mengindikasikan ikatan koordinasi terbentuk antara logam Mn(II) dengan atom O pada ligan basa Schiff. Indikasi tersebut juga didukung dengan munculnya serapan baru Mn-O pada bilangan gelombang 651 cm^{-1} .

Tabel 4.5 Gugus fungsi hasil sintesis senyawa kompleks

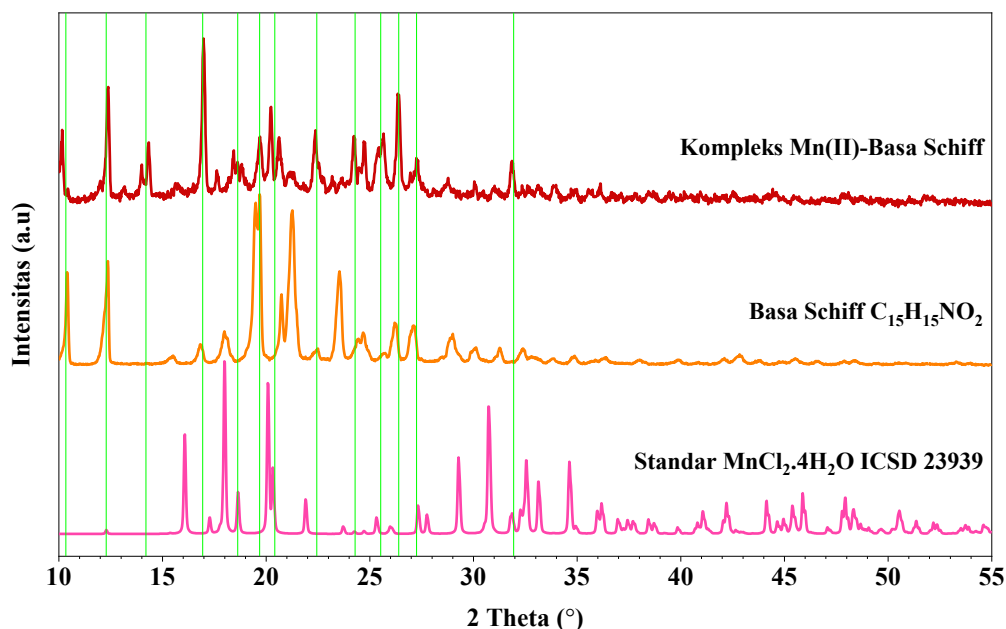
Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Intensitas ^(a)
	Basa Schiff	Kompleks	Referensi ^(a)	
O-H _{stretching}	3569	3566	3590-3400	sedang-kuat
C _{sp2} -H _{stretching}	3026	3029	3080-3010	lemah
C _{sp3} -H _{stretching}	2943	2957	2955-2935	lemah
Overtone aromatik	1880-1830	1883-1821	2000-1660	lemah
C=N	1616	1638	1645-1605	lemah
C=C aromatik	1508	1510	1525-1470	kuat
O-C _{sp3}	1467	1456	1470-1435	bervariasi
C-O _{str} fenol	1259	1234	1260-1180 ^(b)	kuat
C-N	1195	1170	1280-1160	bervariasi
Mn-O	-	651	900-300	lemah
Mn-N	-	488	540-275 489 ^(c)	lemah ^(c)

Keterangan: ^(a)Socrates (2001); ^(b)Silverstein dkk (2005); ^(c)Ommenya dkk (2020).

4.2.3 Karakterisasi Kompleks Menggunakan P-XRD

Produk sintesis dikarakterisasi menggunakan P-XRD untuk mengetahui fasa, ukuran kristal dan kristalinitas dari suatu senyawa produk. Pola difraksi sinar-X produk sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.13. Fasa yang terbentuk dapat diidentifikasi dengan membandingkan pola difraksi standar mangan diklorida

tetrahidrat (ICSD No. 23939) dan pola difraksi ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol.



Gambar 4.13 Pola difraksi senyawa produk kompleks Mn(II)-basa Schiff

Hasil perbandingan pola difraksi pada Gambar 4.14 menunjukkan senyawa kompleks memiliki karakteristik puncak 2θ (°) yakni $10,2^\circ$; $12,3^\circ$; $14,3^\circ$; $16,9^\circ$; $18,8^\circ$; $19,6^\circ$; $20,2^\circ$; $22,3^\circ$; $24,2^\circ$; $25,6^\circ$; $26,3^\circ$; $27,3^\circ$; dan $31,8^\circ$. Sedangkan karakteristik puncak 2θ (°) yang dimiliki senyawa ligan yakni $10,4^\circ$; $12,3^\circ$; $15,5^\circ$; $16,8^\circ$; $17,9^\circ$; $19,4^\circ$; $19,7^\circ$; $20,7^\circ$; $21,2^\circ$; $22,4^\circ$; $23,5^\circ$; $24,6^\circ$; $26,2^\circ$; $27,1^\circ$; $28,9^\circ$; $30,1^\circ$; $31,2^\circ$; $32,3^\circ$; $34,8^\circ$; $36,2^\circ$; $39,9^\circ$; $42,8^\circ$; $45,5^\circ$; dan $48,3^\circ$. Perbedaan karakteristik puncak 2θ senyawa kompleks dengan ligannya terindikasi pada 2θ (°) = $14,3$; $19,9$ dan $24,2$. Munculnya puncak baru pada senyawa kompleks diduga karena telah terbentuk senyawa baru, yakni senyawa kompleks Mn(II)-ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol.

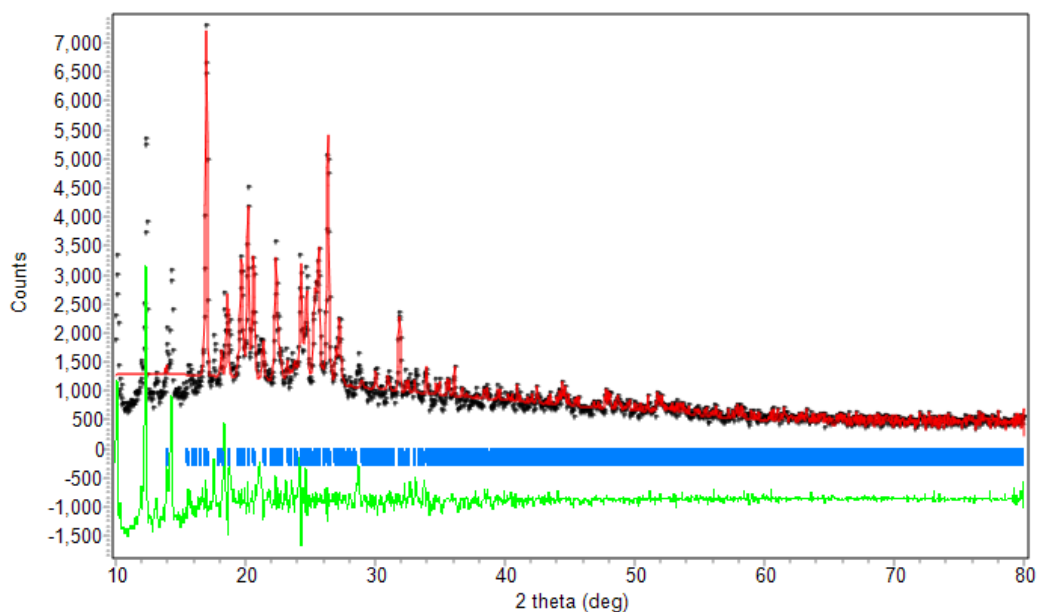
Selain itu, karakterisasi menggunakan P-XRD juga bisa mengetahui ukuran kristal rata-rata yang dihasilkan senyawa kompleks basa Schiff. Seperti yang dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Ukuran kristal senyawa kompleks basa Schiff

Senyawa	Ukuran kristal (nm)
Ligan 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol	24,4
Kompleks Mn(II)-2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol	34,6

Berdasarkan Tabel 4.6, ukuran kristal senyawa kompleks basa Schiff sebesar 34,6 nm sedangkan ligan basa Schiff berukuran 24,4 nm. Senyawa kompleks Mn(II) disintesis menggunakan ligan yang relatif baru, sehingga belum memiliki data XRD standart. Interpretasi hasil P-XRD dapat dilakukan dengan membandingkan puncak difraksi senyawa kompleks dan menghitung ukuran kristal (El-Sherif dkk, 2011).

Hasil *refinement* senyawa kompleks Mn(II)-2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol menggunakan data standar CCDC No. 700722, ditampilkan pada Gambar 4.14 dan Tabel 4.7.



Gambar 4.14 Plot hasil *refinement* data senyawa kompleks Mn(II)-2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol

Tabel 4.7 Data kristalografi hasil *refinement*

Parameter	Hasil	Parameter	Hasil
Sistem Kristal	Monoklinik	a (Å)	8,952652
Grup Ruang	P2 ₁ /c	b (Å)	11,506216
Unit Azimetrik (Z)	4	c (Å)	28,413145
R_p (%)	10,45	$\alpha = \gamma$ (°)	90,000008
R_{wp} (%)	33,82	β (°)	92,015221
GoF (X^2)	3,603	Volume sel (Å ³)	2925,060547

Berdasarkan Gambar 4.14, hasil *refinement* kristalografi menggunakan data standar CCDC No. 700722 yang sistem kristal monoklinik dengan grup ruang P2₁/c serta unit azimetrik 4, diperoleh parameter kisi a = 8,952652 Å, b = 11,506216 Å, c = 28,413145 Å, $\alpha = \gamma = 90,000008^\circ$, $\beta = 92,015221^\circ$ dan volume sel satuan 2925,060547 Å³. Hasil plot *refinement* yang diperoleh menunjukkan adanya sedikit perbedaan pada 2θ (°) = 10°, 12°, dan 14°. Hal ini dapat dilihat dari nilai $R_p = 10,45\%$, $R_{wp} = 33,82\%$ dan $GoF = 3,603$. Menurut Andrieux dkk (2018), nilai R_p , R_w , dan GoF dikatakan memiliki kecocokan yang baik dengan data standar, apabila R_p yang diperoleh kurang dari 15%, R_{wp} kurang dari 20% dan GoF kurang dari 5. Perbedaan nilai yang diperoleh dimungkinkan karena terjadi perbedaan pengikatan logam dengan ligan hasil sintesis dengan data standar yang digunakan. Mengacu pada Tabel 4.5, pergeseran bilangan gelombang yang paling dominan terjadi pada gugus C-O fenol dengan C=N, sehingga dimungkinkan pengikatannya terjadi pada kedua gugus tersebut. Hasil *refinement* kristalografi mendukung dugaan struktur pada Gambar 4.11, yakni [MnL₂(Cl)₂].

4.3 Sintesis Kompleks Mangan (II) dengan Ligan 2-Metoksi-6-[(*p*-Tolilimino)metil]fenol dalam Perspektif Islam

Hikmah yang dapat diambil selama melakukan penelitian sintesis senyawa kompleks basa Schiff, yakni senantiasa bertawakkal kepada Allah atas segala ketetapan dan hukum-Nya, sebagaimana yang dijelaskan dalam al-Quran surat at-Talaq (65) ayat 2-3:

... وَمَنْ يَتَّقِ اللَّهَ يَجْعَلْ لَهُ مَخْرَجًا ﴿٢﴾ وَيَرْزُقْهُ مِنْ حَيْثُ لَا يَحْتَسِبُ ۚ وَمَنْ يَتَوَكَّلْ عَلَى اللَّهِ فَهُوَ حَسْبُهُ ۚ
 إِنَّ اللَّهَ بَلِغُ أَمْرِهِ ۚ قَدْ جَعَلَ اللَّهُ لِكُلِّ شَيْءٍ قَدْرًا ﴿٣﴾

Artinya: “Barangsiapa bertakwa kepada Allah niscaya Dia akan membukakan jalan keluar baginya, dan Dia memberinya rezeki dari arah yang tidak disangka-sangkanya. Dan barangsiapa yang bertawakkal kepada Allah, niscaya Allah akan mencukupkan (keperluan)nya. Sesungguhnya Allah melaksanakan urusan (yang dikehendaki)-Nya. Sungguh, Allah telah mengadakan ketentuan bagi tiap-tiap sesuatu.” (QS. At-Talaq (65): 2-3).

Tafsir Ibnu Katsir (2004) menjelaskan makna dari *وَيَرْزُقْهُ مِنْ حَيْثُ لَا يَحْتَسِبُ* bahwa barangsiapa bertakwa kepada Allah dalam seluruh perintah-Nya dan menjauhi seluruh larangan-Nya, maka Dia akan membuatkan baginya jalan keluar dan memberinya rizki dari arah yang tidak diduga-duga. Yakni, dari arah yang tidak pernah terbesit dalam hatinya. Kemudian makna dari *إِنَّ اللَّهَ بَلِغُ أَمْرِهِ*, Dia-lah yang menerapkan seluruh ketetapan dan hukum-Nya yang diberlakukan terhadap semua makhluk-Nya sesuai dengan kehendak dan keinginan-Nya. Sebagai orang yang beriman, sebelum melakukan sesuatu, alangkah baiknya jika merencanakan dengan baik. Namun perlu disadari bahwa segala sesuatu yang telah direncanakan tidak akan terjadi tanpa izin dan kehendak Allah. Maka dari itu, selain berusaha juga harus bertawakkal kepada-Nya.

Basa Schiff merupakan senyawa yang dapat digunakan sebagai ligan karena adanya atom O dan N yang dapat mendonorkan pasangan elektron bebasnya. Ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol memiliki sifat sebagai antibakteri (Yu dkk, 2009), antioksidan dan toksisitas (Nadhiroh, 2020). Salah satu wujud syukur peneliti atas nikmat yang telah Allah SWT. berikan berupa akal atau pikiran, yakni dengan menggunakannya untuk melakukan penelitian sintesis senyawa kompleks menggunakan ligan basa Schiff. Sebagaimana firman Allah dalam al-Quran surat Ibrahim (14) ayat 7:

وَأِذْ تَأَذَّنَ رَبُّكُمْ لَئِن شَكَرْتُمْ لَأَزِيدَنَّكُمْ ۖ وَلَئِن كَفَرْتُمْ إِنَّ عَذَابِي لَشَدِيدٌ ﴿٧﴾

Artinya: “Dan (ingatlah juga), tatkala Tuhanmu memaklumkan, ‘Sesungguhnya jika kamu bersyukur, pasti Kami akan menambah (nikmat) kepadamu, dan jika kamu mengingkari (nikmat-Ku), maka sesungguhnya azab-Ku sangat pedih.’” (QS. Ibrahim (14): 7).

Tafsir Jalalain (2008) menjelaskan bahwa bentuk rasa syukur kepada Allah dengan cara menjalankan ketauhidan dan ketaatan kepada-Nya, maka akan mendapatkan nikmat-Nya. Apabila ingkar terhadap nikmat-Nya dengan melakukan kekufuran dan kedurhakaan, niscaya Allah akan menurunkan azab yang sangat keras. Maka berhati-hatilah dengan azab Allah dan takutlah kepada-Nya.

Proses dalam memperoleh ilmu pengetahuan memang tidaklah mudah, namun tetaplah harus senantiasa bersyukur dalam bentuk apapun itu. Ketika melakukan sintesis kompleks, peneliti harus melakukan serangkaian metode yang telah disiapkan secara terukur dan sistematis guna mendapatkan suatu produk yang memiliki lebih banyak manfaat seperti dalam bidang farmakologi sebagai senyawa antibakteri, antioksidan, antikanker dan toksisitas, serta dalam bidang katalitik, elektronik dan sebagainya (Poualimardan dkk, 2007; Yu dkk, 2009). Metode yang digunakan oleh peneliti sebelumnya juga perlu adanya pengembangan agar lebih efektif dan efisien. Demikianlah karunia Allah SWT. yang diberikan kepada orang yang berpikir (pencari ilmu). Hadits shahih Al Bukhari dan Muslim dalam Tafsir Ibnu Katsir (2007) menjelaskan:

عَنْ زَيْدِ بْنِ إِسْمَاعِيلَ حَدَّثَنَا جَعْفَرُ بْنُ عَوْنٍ حَدَّثَنَا أَبُو عُمَيْسٍ عَنْ عَوْنٍ قَالَ، قَالَ عَبْدُ اللَّهِ مِنْهُوَ مَا لَا يَشْبَعَانِ صَاحِبُ الْعِلْمِ وَصَاحِبُ الدُّنْيَا وَلَا يَسْتَوِيَانِ أَمَا صَاحِبُ الْعِلْمِ فَيَزِدَادُ رِضًا لِلرَّحْمَنِ وَأَمَّا صَاحِبُ الدُّنْيَا فَيَتَمَادَى فِي الطُّعْيَانِ ثُمَّ قَرَأَ عَبْدُ اللَّهِ كَلًّا إِنَّ الْإِنْسَانَ لِرَبِّهِ لَكَنُفٌ. قَالَ وَقَالَ الْآخِرُ إِنَّمَا يَخْشَى اللَّهَ مِنْ عِبَادِهِ الْعُلَمَاءُ

Artinya: “Dari Yazid bin Isma’il, Ja’far bin Aun bercerita kepada kami, Abu Umair bercerita kepada kami dari Aun, ia berkata: Abdullah berkata, ‘Dua orang

yang rakus dan tidak pernah kenyang adalah pencari ilmu dan pencari dunia, namun keduanya tidaklah sama. Orang yang mencari ilmu akan bertambahlah keridhaan Tuhan, sedangkan orang yang mencari dunia akan terus berada dalam kesewenang-wenangan. Ia berkata: Abdullah lalu membaca ayat, 'Sesungguhnya manusia benar-benar melampaui batas, karena dia melihat dirinya serba cukup' dan 'Hanya ulama yang takut kepada Allah di antara pada hamba-Nya.' (Al Bukhari dan Muslim).

Berdasarkan hadits tersebut, seorang pencari ilmu akan mendapatkan ridha dari Allah SWT. Ketika telah mendapatkan ridha-Nya, segala sesuatu yang akan dikerjakan oleh hamba-Nya pasti diberikan kemudahan, baik dalam hal memperoleh, mengolah dan mengamalkan ilmu pengetahuan tersebut. Kemudahan yang telah Allah SWT berikan kepada peneliti, salah satunya yakni dapat menyelesaikan sintesis kompleks Mn(II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dalam rentang waktu yang singkat. Hasil sintesis senyawa kompleks basa Schiff yang diperoleh berupa padatan serbuk berwarna merah bata dengan titik leleh >233 °C serta ukuran kristal sebesar 34,6 nm.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian dapat disimpulkan:

1. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol memiliki karakteristik berupa padatan berwarna jingga dengan titik leleh 94-95 °C Hasil FTIR menunjukkan terbentuk ikatan C=N pada bilangan gelombang 1616 cm⁻¹. Hasil GC-MS menunjukkan muncul satu puncak pada waktu retensi 28,140 menit dengan ion molekuler sebesar *m/z* 241.
2. Senyawa kompleks [Mn(C₁₅H₁₅NO₂)₂Cl₂] yang disintesis dengan metode sonikasi selama 15 menit memiliki karakteristik berupa padatan berwarna merah bata dengan titik leleh lebih dari 233 °C. Hasil UV-Vis memberikan serapan pada panjang gelombang 225 nm, 277 nm, dan 317 nm. Hasil FTIR menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang gugus C=N dan C-O fenol, yakni pada 1638 cm⁻¹ dan 1234 cm⁻¹, serta terbentuk ikatan antara Mn-O dan Mn-N, yakni pada bilangan gelombang 651 cm⁻¹ dan 488 cm⁻¹. Hasil P-XRD memberikan puncak yang berbeda pada 2θ (°) = 14,3; 19,9 dan 24,2 serta ukuran kristal yang dihasilkan senyawa kompleks sebesar 34,6 nm.

5.2 Saran

Perlu dilakukan uji konduktivitas untuk mengetahui senyawa kompleks tersebut termasuk kompleks netral atau ionik, uji kemagnetan untuk mengetahui senyawa kompleks tersebut mempunyai medan kuat atau lemah, dan perlu dilakukan uji seperti antibakteri, antifungi, antioksidan, dsb untuk mengetahui aktivitas dari senyawa kompleks tersebut semakin meningkat atau tidak.

DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, S., Khizar, H., Eric, K., Mohanad, Bashari dan Xiaoming, Z. 2013. An Overview of Ultrasound-Assisted Food-Grade Nanoemulsions. *Food Engineering Reviews*. 5(3): 139-157.
- Abdullah. 2004. Tafsir Ibnu Katsir. Abdul Ghoffar, E.M dan Abu Ihsan, A. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Abid, A. A., Obaid, R., Rehman, W dan Kashif, M. 2020. Ultrasonic Assisted Synthesis, Characterization and Bioactivity Assessment of Novel Piperonal Based Schiff Base and Its Metal Complexes. *Iran. J. Chem. Chem. Eng.* 39(2): 105-111.
- Abu-Dief, A. M., Ibrahim, M. A dan Mohamed. 2015. A Review on Versatile Applications of Transition Metal Complexes Incorporating Schiff Bases. *Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences*. 4(2): 119-133.
- Ahmed, N. S., Alfooty, K. O., Khalifah, S. S. 2014. An Efficient Sonochemical Synthesis of Novel Schiff's Bases, Thiazolidine, and Pyrazolidine Incorporating 1,8-Naphthyridine Moiety and Their Cytotoxic Activity against HePG2 Cell Lines. *The Scientific World Journal*. <http://dx.doi.org/10.1155/2014/587059>.
- Al-Albani, M. N., Tahrij., Mahmud., Walid., Khalid. 2007. Derajat Hadits-hadits dalam Tafsir Ibnu Katsir. Mumtaz Arabia. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Al-Imam Abdul Fida' Ismail Ibnu Katsir Ad-Dimasyqi 2008. *Terjemahan Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Sinar Baru Algasindo.
- Al-Mahalli, I. J., As-Suyuti, I. J. 2008. *Terjemahan Tafsir Jalalain Jilid 1*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Andrieux, J., Gardiola, B., dan Dezellus, O. 2018. Synthesis of Ti Matrix Composites Reinforced with TiC Particles: In-Situ Synchrotron X-Ray Diffraction and Modeling. *Journal of Materials Science Applications*, 53: 9533-9544.
- Bendale, A. R., Rohit, B., Akhil, N., Anil, G. J dan G. Vidyasagar. 2011. Schiff Base Synthesis by Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*. 3(2): 34-38.
- Bang, J. H dan Suslick, K. S. 2010. Applications of Ultrasound to The Synthesis of Nanostructured Materials. *Advanced Materials*. 22: 1039-1059.
- Bunaciu, A. A., Elena, G. U., Hassan, Y. A. 2015. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*. 45(4): 289-299.
- Chang, Raymond. 2008. *Kimia Dasar: Konsep-konsep Inti Jilid 2 Edisi 3*. Jakarta: Penerbit Erlangga.

- Chigurupati, S. 2015. Designing New Vanillin Schiff Base and Their Antibacterial Studies. *Journal of Medical and Bioengineering*. 4(5): 363- 366.
- Chen, P., Julia, B dan Michael, A. 2018. Manganese Metabolism in Human. *Frontiers in Bioscience*. 23: 1655-1679.
- Crawford, D. E. 2017. Solvent-Free Sonochemistry: Sonochemical Organic Synthesis in The Absence of a Liquid Medium. *Beilstein J. Org. Chem.*13: 1850-1856. doi:10.3762/bjoc.13.179.
- Dalal, Mandeep. 2017. *A Textbook of Inorganic Chemistry Vol. 1 First Edition*. India: Dalal Institute.
- Departemen Agama RI. 2010. *Tafsir Kemenag RI*. Jakarta: Adhi Aksara Abadi Indonesia.
- Effendy. 2013. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1 Edisi 2*. Malang: Indonesian Academic Publishing.
- El-Sherif, Ahmed. A., Eldebss, T. M. A. 2011. Synthesis, Spectral Characterization, Solution Equilibria, in Vitro Antibacterial and Cytotoxic Activities of Cu(II), Ni(II), Mn(II), Co(II) and Zn(II) complexes with Schiff Base Derived from 5-Bromosalicyladheyde and 2-Aminomethylthiophene. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc.* 79(2): 1803-14.
- Essendoubi, M., Toubas, D., Lepouse, C., Leon, A., Bourgeade, F., Pinon, J. M., Manfait, M., & Sockalingum, G. D. 2007. Epidemiological Investigation and Typing of Candida Glabrata Clinical Isolates by FTIR Spectroscopy. *Journal of Microbiological Methods*. 71(3): 325–331.
- Faghih, Z., Abdollah, N., Andrzej, W., Zahra, F., Zahra, M dan Solmaz, V. 2018. Palladium (II) Complexes Based on Schiff Base Ligands Derived From Ortho-Vanillin; Synthesis, Characterization and Cytotoxic Studies. *Inorganica Chimica Acta*. <https://doi.org/10.1016/j.ica.2017.11.025>.
- Fitri, N. L. 2020. Perbandingan Metode Refluks, Penggerusan, Pengadukan dan Sonikasi pada Sintesis Basa Schiff dari o-Vanilin dan p-Toluidina. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Gandjar, I., dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Hart, Harild, L.E. Craine, D.J. Hart. 2012. *Organic Chemistry*. United States: Houghton Mifflin Pub.Co.
- Hasanah, U., Hanapi, A., & Ningsih, R. 2017. Synthesis of Schiff Base Compound from Vanillin and p-Toluidine by Solvent Free-Mechanochemical Method. *Proceedings of the International Conference on Green Technology*. 8(1): 278–281.

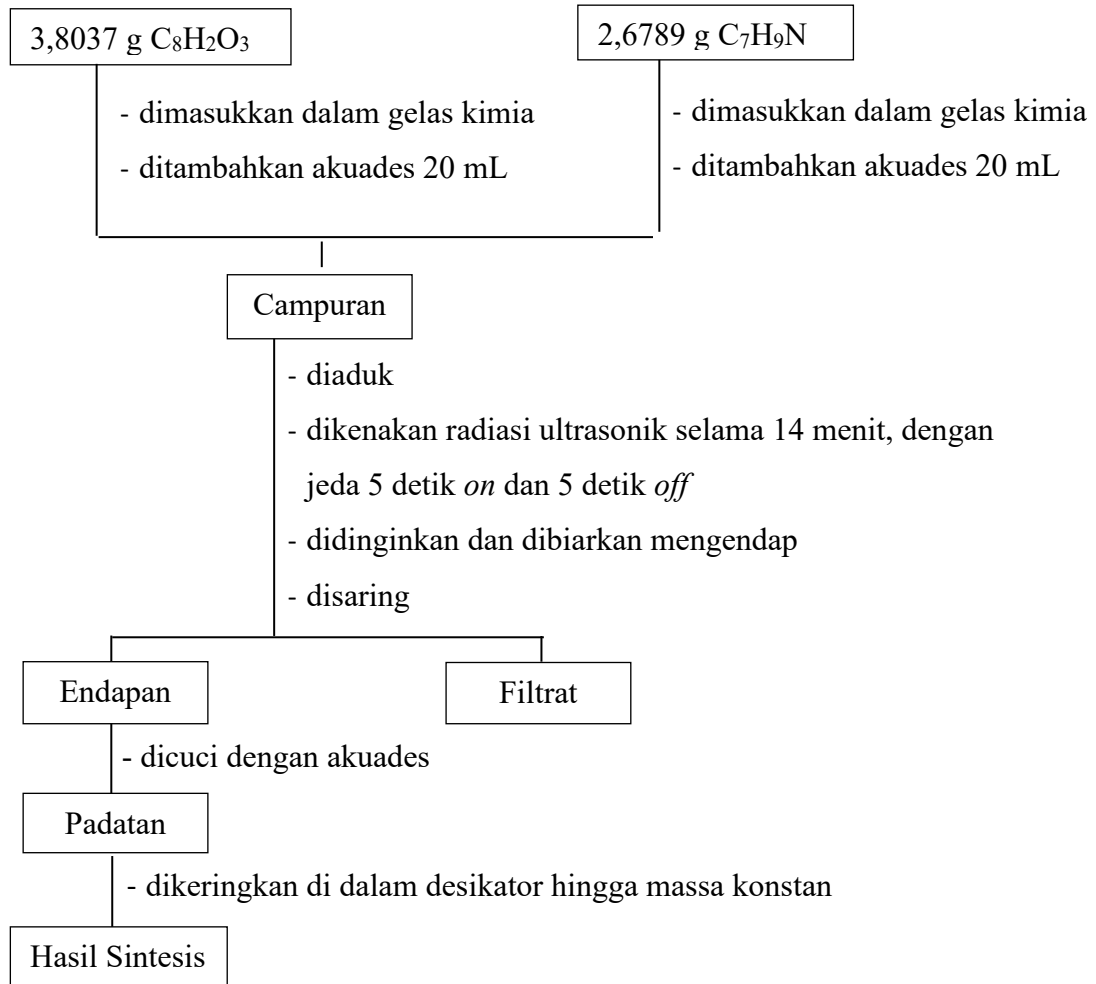
- Hielscher, Thomas. 2005. *Ultrasonic Production of Nano-Size Dispersions and Emulsions*. Paris: ENS'05.
- Hendra, E., Rohimi, G., Syahid, Z dan Ahmad, S. R. 2012. *Al-Qur'an Cordoba Special for Muslimah*. Bandung: PT Cordoba Internasional Indonesia.
- Hoseyni, S. J., Mahboobe, M dan Maryam, D. A. 2017. Synthesis of Cobalt nanoparticles by Complex Demolition Method Using the Reaction between Organic Ligand Schiff base and Cobalt Chloride by Ultrasonication. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*. 86: 182-188.
- Iqbal, M. 2016. Mewujudkan Kesadaran Energi Melalui Konsep *Khalifah Fi al-'Ard*. *Jurnal Penelitian*. 13(2): 187-200.
- Kondaiah, S., G. Naga, R. R., D. Rajesh dan Jacob, J. 2013. Synthesis, Characterization, and Antibacterial Activity of the Schiff Base Derived from P-Toluic Hydrazide and o-Vanilin (OVPTH Ligand) and its Mn(II), Co(II), Ni(II) and Cu(II) Complexes. *Indian Journal of Advances in Chemical Science*. 1(4): 228-235.
- Li, L dan Xiaobo, Y. 2018. The Essential Element Manganese, Oxidative Stress, and Metabolic Diseases: Links and Interaction. *Oxidative Medicine and Cellular Longevity Hindawi*. 1-11, <https://doi.org/10.1155/2018/7580707>.
- Leba, M. A. U. 2017. *Buku Ajar: Ekstraksi dan Real Kromatografi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Mani, R. S. 2018. Hard Soft Acid Base Theory (HSAB Theory) of Ralph Pearson. *International Journal of Science Research*. 7(9): 2277-8179.
- Martinez, J. V., dan Mercedes G. Lopes. 2018. Chemometrics-Based TLC and GC-MS for Small Molecule Analysis: A Practical Guide. *IntechOpen*. DOI: 10.5772/intechopen.77160.
- Maurya, R. C., P. Patel dan S. Rajput. 2003. Synthesis and Characterization of N-(o-Vanillinidene)-p-anisidine and N,N'-bis(o-Vanillinidene)ethylene diamine and Their Metal Complexes. *Synthesis and Reactivity in Inorganic and Metal-Organic Chemistry*. 33(5): 817-836.
- Muhammad Quraish Shihab. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Mehmet, E. A., Unzile, K., Yusuf, A., Nevin, T., Kenan, B. 2021. Cobalt and Ruthenium Complexes with Pyrimidine Based Schiff Base: Synthesis, Characterization, Anticancer Activities and Elektrochemotherapy Efficiency. *Journal of Molecular Structure*. 1226: 129402.
- Mjos, K. D dan Orvig, C. 2014. Metallodrugs in Medicinal Inorganic Chemistry. *Chem. Rev*. 114: 4540–4563.

- Mousavi, S. A., M. Montazerzohori., A. Masoudiasl., G. Mahmoudi dan J. M. White. 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*. 46: 26–35.
- Nadhiroh, A. 2020. Uji Aktivitas Antioksidan dan Toksisitas Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis dari o-Vanilin dan p-Toluidina. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Nikpassand, M., Leila, Z. F dan Shohreh, S. 2013. An Efficient and Green Synthesis of Novel Azo Schiff Base and its Complex Under Ultrasound Irradiation. *Oriental Journal of Chemistry*. 29(3): 1041-1046.
- Olson, E. J., Philippe, B. 2011. Getting More Out of a Job Plot: Determination of Reactant to Product Stoichiometry in Cases of Displacement Reactions and n:n Complex Formation. *J. Org. Chem*, 76: 8406-8412.
- Ommenya, F. K., Nyawade, E. A., Andala, D. M dan Kinyua, J. 2020. Synthesis, Characterization and Antibacterial Activity of Schiff Base, 4-Chloro-2-{(E)-[(4 Fluorophenyl)imino]methyl}phenol Metal (II) Complexes. *Journal of Chemistry Hindawi*. 1-8, <https://doi.org/10.1155/2020/1745236>.
- Osowole, A. A. 2008. Syntheses and Characterization of Some Tetradentate Schiff Base Complexes and Their Heteroleptic Analogues. *E-Journal of Chemistry*. 5(1): 130-135.
- Palacios, C. 2006. The Role of Nutrients in Bone Health, from A to Z. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 46: 621-628.
- Peshkovsky, A.S., Peshkovsky, S.L., Bystryak, S. 2013. Scalable High-Power Ultrasonic Technology for the Production of Translucent Nanoemulsions. *Chem. Eng. Process*. 69: 77-82.
- Pouralimardan, O., Anne, C. C. Christoph, J dan Hassan, H. M. 2007. Hydrazone Schiff Base-Manganese(II) Complexes: Synthesis, Crystal Structure and Catalytic Reactivity. *Inorganica Chimica Acta*. 360: 1599–1608.
- Roat-malone, R. M. 2007. *Bioinorganic Chemistry*. Kanada: John Wiley & Sons Inc.
- Sastrohamidjojo, H. 2019. *Dasar-dasar Spektroskopi*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Sharma, S. K. 2011. *Ultrasound Technology in Green Chemistry*. New York: Spirnger.
- Silverstein, R. M., Webster, F. X., Kiemle, D.J. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds, Seventh Edition*. State University of New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Sutrisno. 2011. *Spektroskopi Molekul Organik*. Batu: Cakrawala Indonesia.

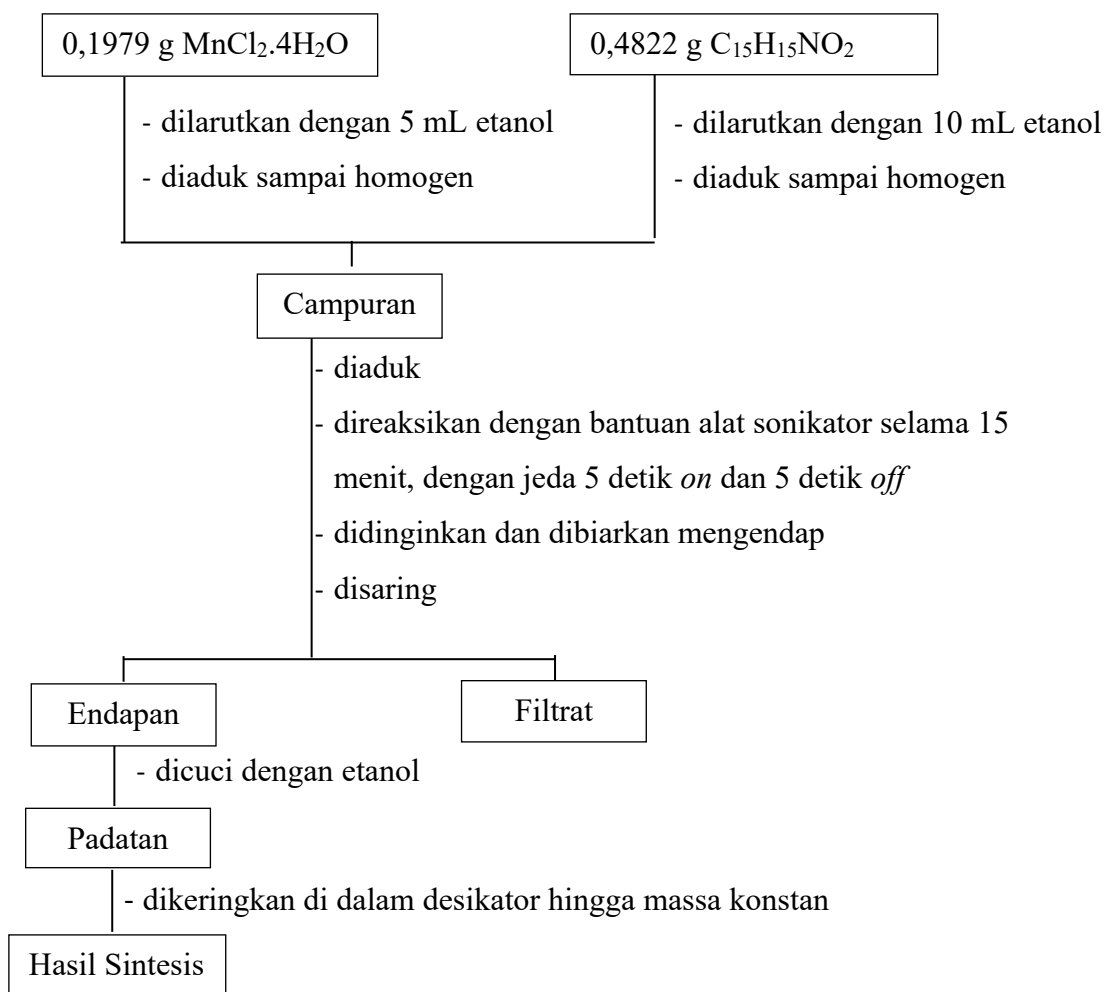
- Socrates, G. 2001. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies, Table and Charts, Third Edition*. Singapore: John Wiley & Sons, Ltd.
- Tufa, A., Milkyas, E., dan Tegene, D. 2018. Synthesis, Characterization and Antibacterial Activity of Copper(II) and Cobalt(II) Vanillin-Aniline Schiff base Complexes. *Chemistry and Materials Research*. 10(2): 38-45.
- Vishwakarma, V., Sudha, U. 2020. Smart Nanoconcretes and Cement-Based Materials. *Properties, Modelling and Applications Micro and Nano Technologies*. 241-255. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817854-6.00009-X>.
- Wang, F., X. Wu., X. Yuan., Z. Liu., Y. Zhang., L. Fu., Y. Zhu., Q. Zhou., Y. Wu dan W. Huang. 2017. Latest Advances in Supercapacitors: From New Electrode Materials To Novel Device Designs. *Chem. Soc. Rev.* 46: 6816–6854.
- Wenger, O. S. 2013. Vapochromism in Organometallic and Coordination Complexes: Chemical Sensors for Volatile Organic Compounds. *Chem. Rev.* 113: 3686–3733.
- Xavier, A dan Srividhya, N. 2014. Synthesis and Study of Schiff Base Ligands. *IOSR Journal of Applied Chemistry*. 7(11): 6-15.
- Yu, Y. Y., Hui, D. X., Jian, F. L dan Guo, L. Z. 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.
- Zhou, J dan Wang, B. 2017. Emerging Crystalline Porous Materials as A Multifunctional Platform for Electrochemical Energy Storage. *Chem. Soc. Rev.* 46: 6927–6945.

Lampiran 1. Diagram Alir

1.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol Menggunakan Metode Sonikasi



1.2 Sintesis Kompleks Mangan (II) dengan Ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol Menggunakan Metode Sonikasi



Lampiran 2. Perhitungan

2.1 Senyawa Basa Schiff

o-Vanilin dan *p*-toluidina menggunakan perbandingan molar 1:1.

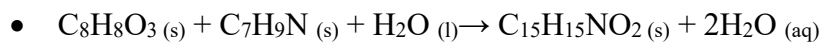
2.2.1 Perhitungan Massa Senyawa *o*-Vanilin

$$\begin{aligned}\text{Rumus Molekul} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\ \text{BM senyawa} &= 152,15 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 25 \text{ mmol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 25 \text{ mmol} \times 152,15 \text{ mg/mmol} \\ &= 3803,75 \text{ mg} \\ &= 3,80375 \text{ g}\end{aligned}$$

2.2.2 Perhitungan Massa Senyawa *p*-Toluidina

$$\begin{aligned}\text{Rumus Molekul} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{N} \\ \text{BM senyawa} &= 107,15 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 25 \text{ mmol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 25 \text{ mmol} \times 107,15 \text{ mg/mmol} \\ &= 2678,75 \text{ mg} \\ &= 2,67875 \text{ g}\end{aligned}$$

2.2.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Hasil Sintesis



Reaksi	$\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 (\text{s})$	+	$\text{C}_7\text{H}_9\text{N} (\text{s})$	\rightarrow	$\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2 (\text{s})$
Mula-mula	25 mmol		25 mmol		-
Bereaksi	25 mmol		25 mmol		25 mmol
Setimbang	-		-		25 mmol

Sehingga, mol $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2 = 25 \text{ mmol}$ (dengan asumsi produk memiliki perbandingan molar adalah 1:1).

$$\begin{aligned}\text{Mol senyawa} &= 25 \text{ mmol} \\ \text{BM senyawa} &= 241,2 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 25 \text{ mmol} \times 241,2 \text{ mg/mmol} \\
 &= 6030 \text{ mg} \\
 &= 6,030 \text{ g}
 \end{aligned}$$

2.2 Senyawa Kompleks Mn(II)-basa Schiff

MnCl₂.4H₂O dengan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol menggunakan perbandingan molar 1:2.

2.2.1 Perhitungan Massa Senyawa Mangan Klorida Tetrahidrat

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus Molekul} &= \text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\
 \text{BM senyawa} &= 197,91 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 1 \text{ mmol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 1 \text{ mmol} \times 197,91 \text{ mg/mmol} \\
 &= 197,91 \text{ mg} \\
 &= 0,19791 \text{ g}
 \end{aligned}$$

2.2.2 Perhitungan Massa Senyawa 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus Molekul} &= \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2 \\
 \text{BM senyawa} &= 241,2 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 2 \text{ mmol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 2 \text{ mmol} \times 241,2 \text{ mg/mmol} \\
 &= 482,4 \text{ mg} \\
 &= 0,4824 \text{ g}
 \end{aligned}$$

2.2.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Hasil Sintesis

- $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \text{ (s)} + \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \text{ (aq)} \rightarrow \text{Mn}^{2+} \text{ (aq)} + 2\text{Cl}^- \text{ (aq)} + 4\text{H}_2\text{O} \text{ (aq)}$
- $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2 \text{ (s)} + \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \text{ (aq)} \rightarrow \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2 \text{ (aq)}$

Reaksi	MnCl ₂ .4H ₂ O	+ 2C ₁₅ H ₁₅ NO ₂	→ [Mn(C ₁₅ H ₁₅ NO ₂) ₂]Cl ₂
Mula-mula	1 mmol	2 mmol	-
Bereaksi	1 mmol	2 mmol	1 mmol
Setimbang	-	-	1 mmol

Sehingga, mol $[\text{Mn}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2)_2]\text{Cl}_2 = 1$ mmol (dengan asumsi produk memiliki perbandingan molar antara logam dan ligan adalah 1:2).

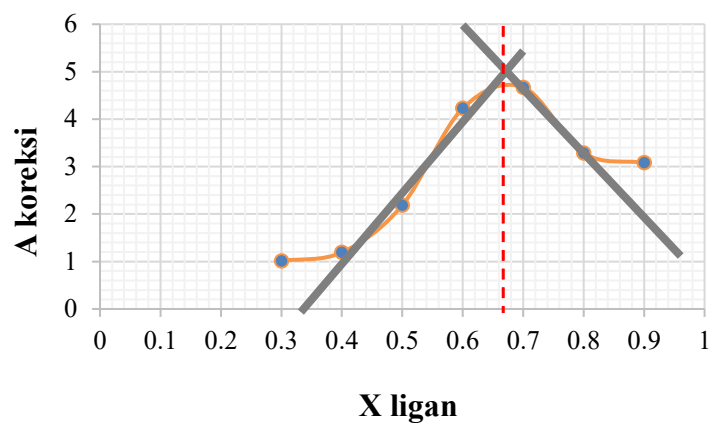
$$\begin{aligned} \text{Mol senyawa} &= 1 \text{ mmol} \\ \text{BM senyawa} &= 610,05 \text{ g/mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 1 \text{ mmol} \times 610,05 \text{ mg/mmol} \\ &= 610,05 \text{ mg} \\ &= 0,61005 \text{ g} \end{aligned}$$

2.3 Uji Metode Job's

Tabung	MnCl_2 (mL) 0,01 M	$\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2$ (mL) 0,01 M	mol logam (mmol)	mol ligan (mmol)	Absorbansi 317.9 nm	X ligan
1	10	0	0.1	0	0.1985	0
2	7	3	0.07	0.03	4.0013	0.3
3	6	4	0.06	0.04	3.7544	0.4
4	5	5	0.05	0.05	4.3208	0.5
5	4	6	0.04	0.06	5.9341	0.6
6	3	7	0.03	0.07	5.9513	0.7
7	2	8	0.02	0.08	4.1385	0.8
8	1	9	0.01	0.09	3.5069	0.9
9	0	10	0	0.1	4.0721	1

$$A_{\text{koreksi}} = A_{\text{terukur}} - (1-X) \cdot A_{\text{M+L}}$$

X ligan	$A_{\text{logam (M)}}$	$A_{\text{ligan (L)}}$	$A_{\text{M+L}}$	A_{terukur}	A_{koreksi}
0.3	0.1985	4.0721	4.2706	4.0013	1.01188
0.4	0.1985	4.0721	4.2706	3.7544	1.19204
0.5	0.1985	4.0721	4.2706	4.3208	2.1855
0.6	0.1985	4.0721	4.2706	5.9341	4.22586
0.7	0.1985	4.0721	4.2706	5.9513	4.67012
0.8	0.1985	4.0721	4.2706	4.1385	3.28438
0.9	0.1985	4.0721	4.2706	3.5069	3.07984



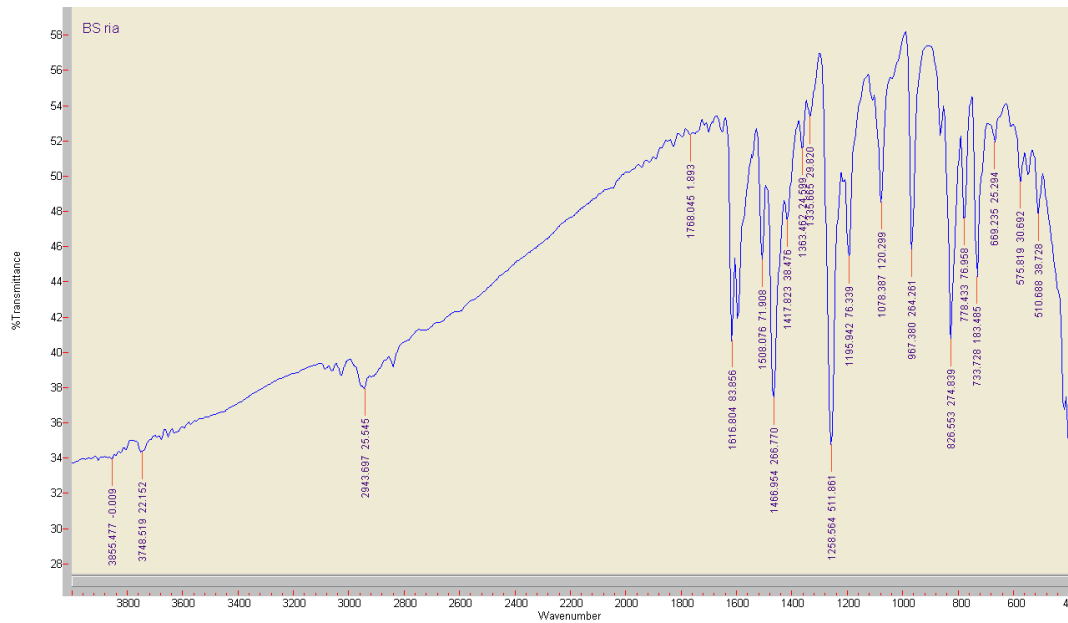
$$X_{\text{ligan}} = 0,66$$

$$X_{\text{logam}} = 1 - 0,66 = 0,34$$

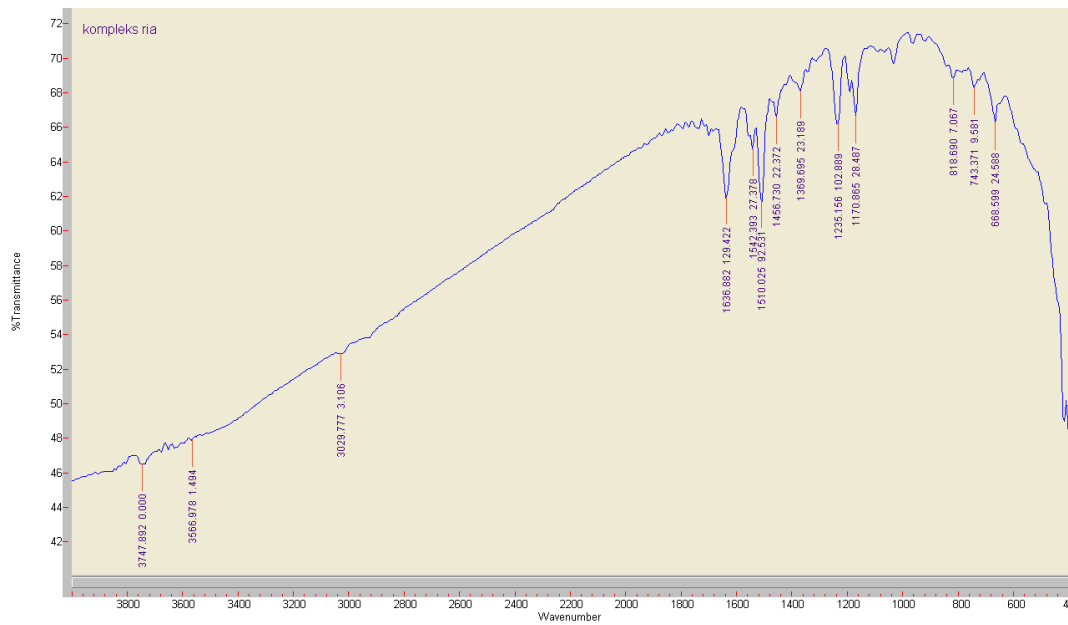
$$\text{Sehingga, } X_{\text{logam}} : X_{\text{ligan}} = 0,34 : 0,66 = 1 : 1,94 \sim 1 : 2$$

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi

3.1 Karakterisasi FTIR Senyawa Basa Schiff



3.2 Karakterisasi FTIR Senyawa Kompleks Mn(II)-Basa Schiff



3.3 Karakterisasi GC-MS Senyawa Basa Schiff

Chromatogram Plot

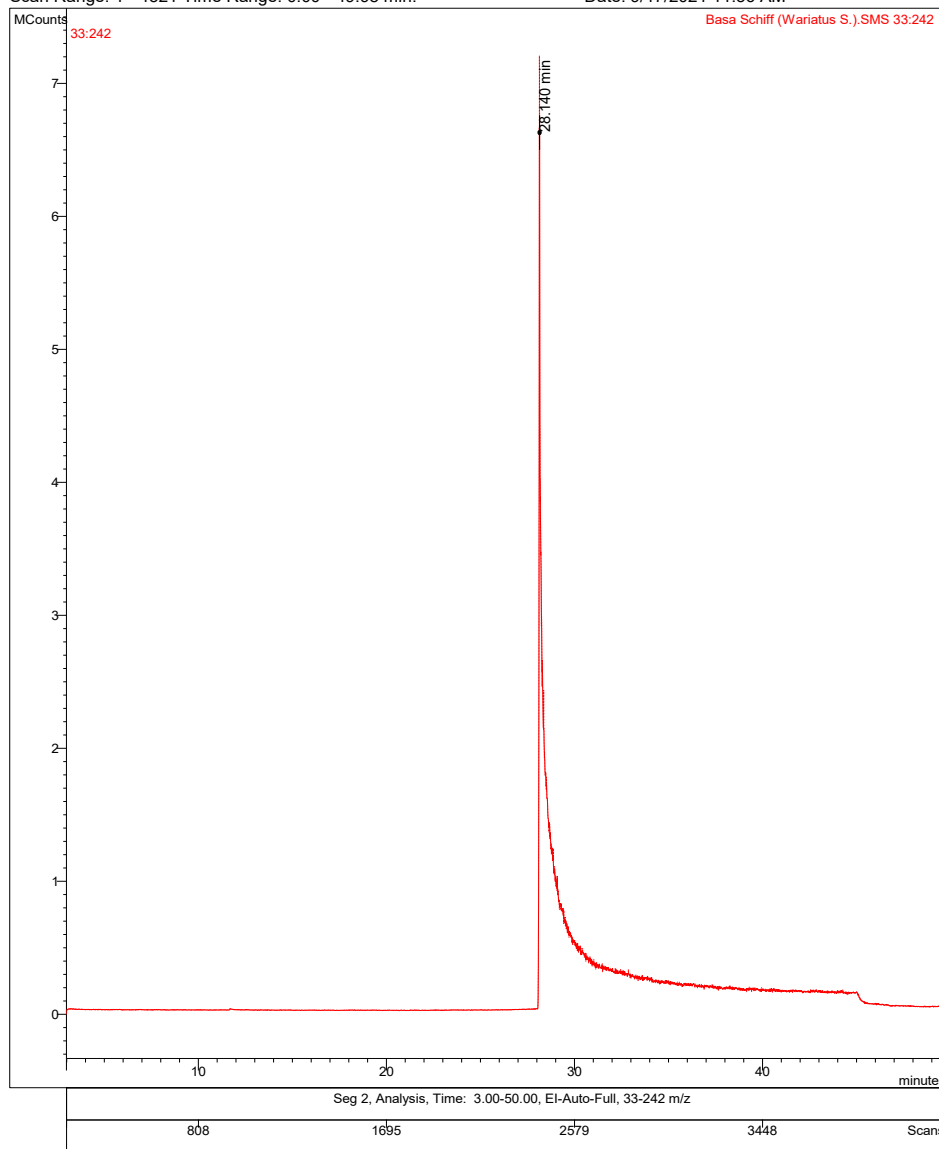
File: c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff (wariatus s.).sms

Sample:

Scan Range: 1 - 4321 Time Range: 0.00 - 49.98 min.

Operator: mei

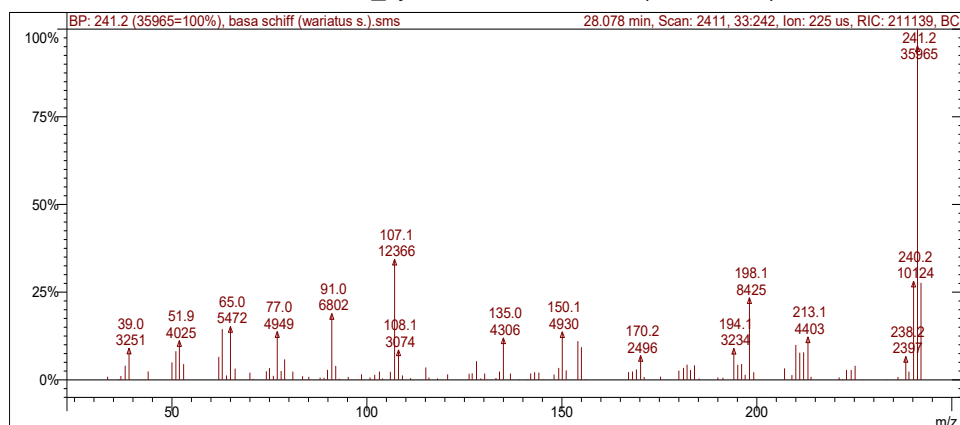
Date: 9/17/2021 11:36 AM



Target Compounds

Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	28.140	senyawa 1	4.323e+6	4322576

Scan 2411 from c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff (wariatus s.).sms

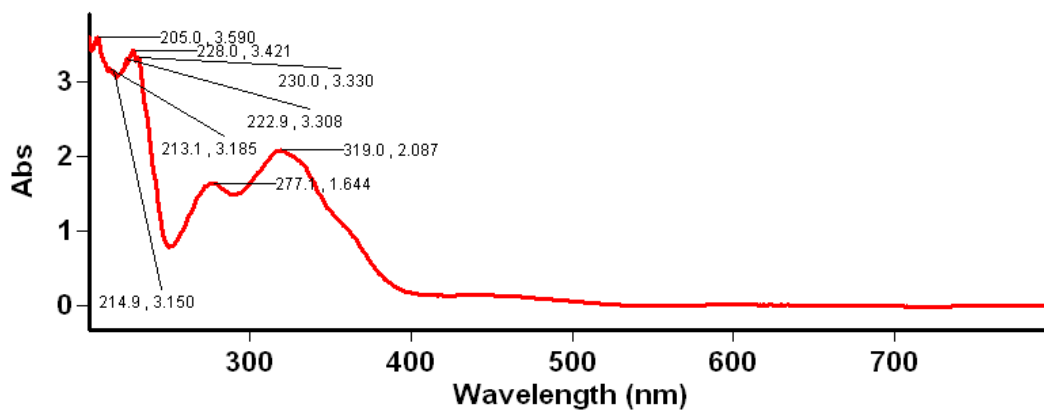


Spectrum from ...data_xyz\analisa\basa schiff (wariatus s.).sms
 Scan No: 2411, Time: 28.078 minutes
 No averaging. Background corrected.
 Comment: 28.078 min. Scan: 2411 33:242 Ion: 225 us RIC: 351857
 Pair Count: 112 MW: 0 Formula: None
 CAS No: None Acquired Range: 32.5 - 242.5 m/z

MDT: Centroid, Time: 0.00 - 50.00
 Seg 1, FIL/MUL DELAY, Time: 0.00- 3.00, Filament Off
 Chan 1, 40-650 m/z
 Seg 2, Analysis, Time: 3.00-50.00, EI-Auto-Full
 Chan 1, 33-242 m/z
 Product Mass Range: 32.5 - 242.5 m/z

Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
33.5	325	9	103.2	849	24	170.2	2496	69
36.4	66	2	104.0	142	4	171.1	294	8
36.9	392	11	106.0	825	23	175.3	330	9
38.0	1455	40	107.1	12366	343	180.0	955	27
39.0	3251	90	108.1	3074	85	181.2	1226	34
42.9	35	1	109.1	449	12	182.1	1562	43
43.9	865	24	111.2	169	5	183.0	1025	28
50.0	1796	50	115.1	1270	35	184.0	1488	41
51.0	2937	82	115.9	240	7	185.2	146	4
51.9	4025	112	118.1	140	4	190.0	251	7
53.0	1614	45	120.7	564	16	191.3	223	6
62.0	2362	66	126.2	624	17	194.1	3234	90
62.9	5206	145	127.0	677	19	195.1	1550	43
64.0	453	13	128.1	1911	53	196.1	1621	45
65.0	5472	152	129.2	146	4	197.0	517	14
66.2	1159	32	130.2	648	18	198.1	8425	234
70.0	740	21	133.1	190	5	199.2	782	22
70.8	98	3	134.0	848	24	207.1	1183	33
74.2	881	24	135.0	4306	120	209.0	488	14
75.0	1206	33	136.8	651	18	210.0	3581	99
76.0	414	11	139.1	49	1	211.0	2789	77
77.0	4949	137	141.1	34	1	212.0	2822	78
78.0	908	25	142.0	657	18	213.1	4403	122
78.9	2103	58	143.0	781	22	213.9	319	9
81.0	851	24	144.1	750	21	221.1	255	7
83.5	372	10	145.2	40	1	222.0	81	2
84.2	9	0	148.0	543	15	223.0	1013	28
85.1	315	9	149.2	1230	34	224.2	1007	28
88.0	234	6	150.1	4930	137	225.2	1445	40
89.0	210	6	151.1	974	27	227.1	49	1
89.9	1028	29	154.1	3979	111	233.1	52	1
92.0	1430	40	156.1	77	2	238.2	2397	67
92.9	112	3	161.1	21	1	239.0	848	24
95.2	311	9	167.1	791	22	240.2	10124	281
98.6	567	16	168.1	857	24	241.2	35965	999
100.8	243	7	169.1	1067	30	242.1	9946	276
102.0	527	15						

3.4 Karakterisasi UV-Vis Senyawa Basa Schiff



Scan Analysis Report

Report Time : Mon 27 Sep 01:49:00 PM 2021

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Wariatus\Lamda Maks Basa Schiff Ulang (27-09-2021).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Basa Schiff

Collection Time 9/27/2021 1:49:03 PM

Peak Table

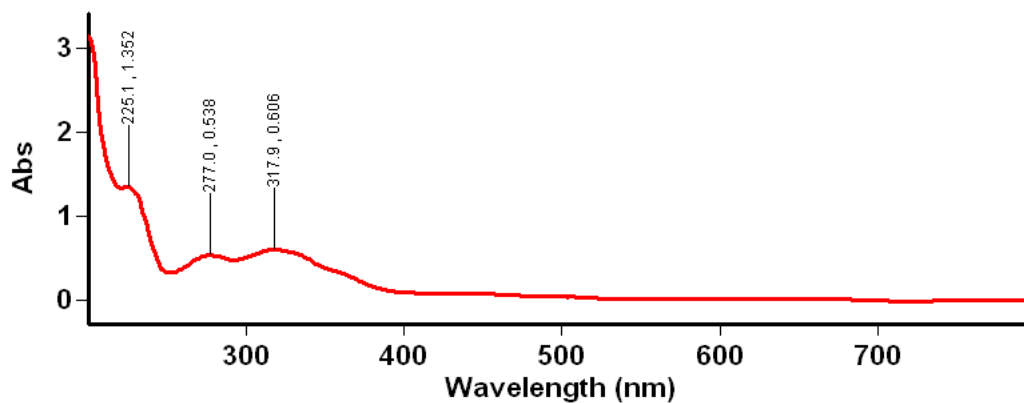
Peak Style Peaks

Peak Threshold 0.0100

Range 799.9nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
319.0	2.087
277.1	1.644
230.0	3.330
228.0	3.421
222.9	3.308
214.9	3.150
213.1	3.185
205.0	3.590

3.5 Karakterisasi UV-Vis Senyawa Kompleks Mn(II)-Basa Schiff



Scan Analysis Report

Report Time : Tue 21 Sep 02:10:43 PM 2021

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Wariatus\Lamda Maks Kompleks (21-09-2021).DSW

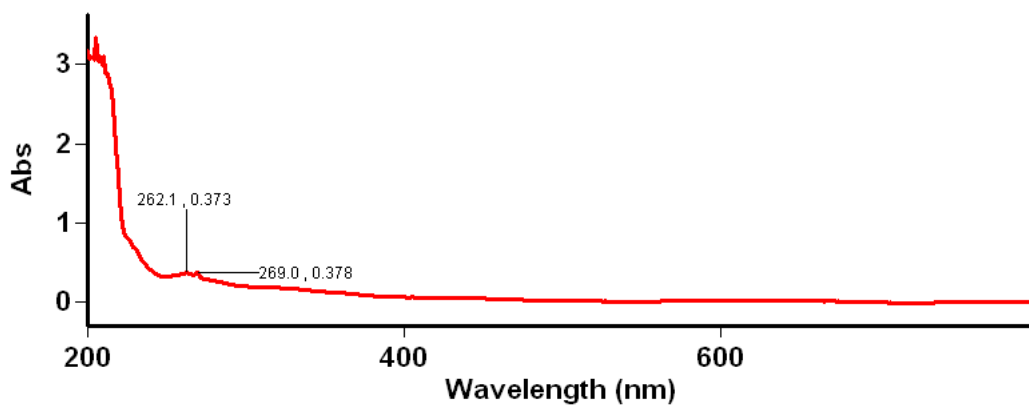
Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Kompleks

Collection Time 9/21/2021 2:10:47 PM
 Peak Table
 Peak Style Peaks
 Peak Threshold 0.0100
 Range 799.9nm to 200.1nm

Wavelength (nm)	Abs
317.9	0.606
277.0	0.538
225.1	1.352

3.6 Karakterisasi UV-Vis Senyawa MnCl₂·4H₂O**Scan Analysis Report**

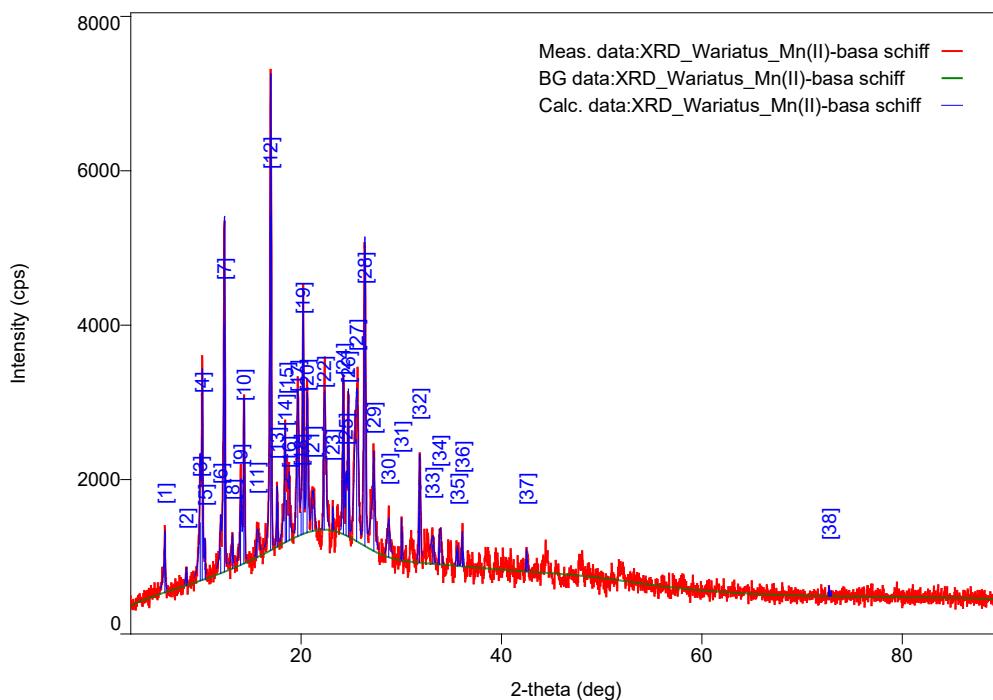
Report Time : Fri 10 Sep 11:23:56 AM 2021
 Method:
 Batch: D:\Mahasiswa On Going\Wariatus\Lamdha Maks Logam Mn (10-09-2021).DSW
 Software version: 3.00(339)
 Operator: Rika

Sample Name: Logam Mn

Collection Time 9/10/2021 11:24:20 AM
 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

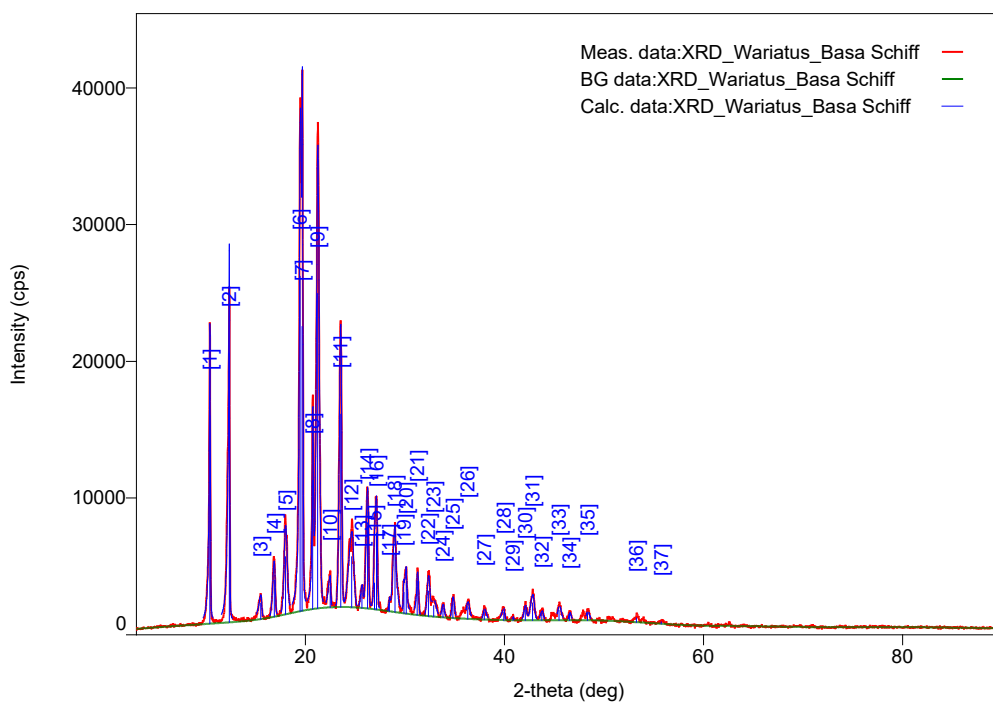
3.7 Karakterisasi P-XRD Senyawa Kompleks Mn(II)-Basa Schiff



No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)
1	6.431(6)	13.732(13)	552(68)	0.13(2)
2	8.579(12)	10.299(14)	142(34)	0.14(3)
3	9.944(8)	8.888(7)	754(79)	0.13(3)
4	10.152(8)	8.706(7)	1832(124)	0.148(12)
5	10.427(6)	8.477(5)	358(55)	0.05(2)
6	11.988(9)	7.377(6)	327(52)	0.12(3)
7	12.364(5)	7.153(3)	3195(163)	0.153(6)
8	13.174(11)	6.715(6)	293(49)	0.15(4)
9	13.979(4)	6.3300(19)	700(76)	0.142(15)
10	14.314(2)	6.1827(10)	1516(112)	0.139(8)
11	15.634(14)	5.664(5)	232(44)	0.30(4)
12	16.980(5)	5.2176(14)	4346(190)	0.162(4)
13	17.621(7)	5.0290(19)	553(68)	0.122(15)
14	18.434(11)	4.809(3)	651(74)	0.077(15)
15	18.55(3)	4.779(7)	540(67)	0.59(4)
16	18.830(10)	4.709(3)	348(54)	0.08(3)
17	19.673(9)	4.509(2)	1281(103)	0.252(12)
18	20.02(3)	4.431(6)	299(50)	0.16(7)
19	20.212(6)	4.3899(12)	2262(137)	0.144(10)
20	20.609(9)	4.3062(18)	1242(102)	0.230(13)
21	21.174(19)	4.193(4)	353(54)	0.35(4)
22	22.322(19)	3.979(3)	1248(102)	0.251(16)
23	23.168(12)	3.8361(19)	315(51)	0.04(4)
24	24.233(6)	3.6698(9)	1467(111)	0.159(10)
25	24.502(11)	3.6301(16)	579(69)	0.13(3)
26	24.726(6)	3.5978(8)	1394(108)	0.140(13)
27	25.573(14)	3.4805(18)	1321(105)	0.428(15)
28	26.377(6)	3.3761(8)	2798(153)	0.194(6)
29	27.27(2)	3.268(2)	929(88)	0.22(4)
30	28.77(2)	3.100(3)	342(53)	0.27(4)

31	30.039(5)	2.9724(5)	525(66)	0.068(13)
32	31.84(2)	2.808(2)	1045(93)	0.164(17)
33	33.15(2)	2.7004(17)	250(46)	0.42(10)
34	33.842(14)	2.6466(11)	351(54)	0.21(4)
35	35.63(4)	2.518(3)	195(40)	0.18(7)
36	36.12(3)	2.4850(18)	352(54)	0.14(3)
37	42.527(10)	2.1240(5)	272(48)	0.09(3)
38	72.714(5)	1.29939(8)	138(34)	0.05(2)

3.8 Karakterisasi P-XRD Senyawa Basa Schiff

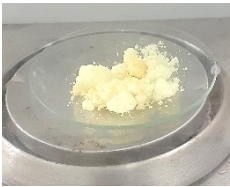
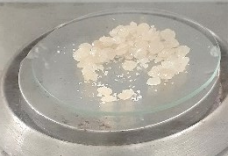




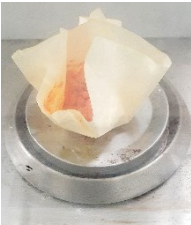

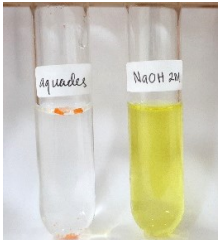



No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)
1	10.402(4)	8.497(3)	15232(356)	0.124(5)
2	12.343(6)	7.166(3)	19716(405)	0.127(8)
3	15.51(2)	5.709(7)	1178(99)	0.35(2)
4	16.853(9)	5.256(3)	2689(150)	0.293(7)
5	17.994(12)	4.926(3)	4247(188)	0.365(9)
6	19.451(3)	4.5600(7)	24523(452)	0.282(10)
7	19.670(2)	4.5097(5)	20825(417)	0.094(6)
8	20.711(3)	4.2853(6)	9436(280)	0.138(7)
9	21.222(5)	4.1833(11)	23067(438)	0.326(5)
10	22.483(8)	3.9513(14)	1505(112)	0.28(2)
11	23.540(3)	3.7762(5)	14123(343)	0.275(3)
12	24.655(7)	3.6079(11)	3711(176)	0.576(11)
13	25.685(9)	3.4656(12)	1139(97)	0.27(2)
14	26.228(4)	3.3950(5)	6043(224)	0.285(5)
15	26.928(11)	3.3083(13)	1940(127)	0.100(19)
16	27.120(4)	3.2853(4)	5625(217)	0.281(6)
17	28.439(12)	3.1360(12)	670(75)	0.12(3)
18	28.991(6)	3.0774(6)	4336(190)	0.334(8)
19	29.888(8)	2.9870(8)	1553(114)	0.11(2)
20	30.114(12)	2.9652(11)	2281(138)	0.20(4)
21	31.232(5)	2.8616(4)	2480(144)	0.173(11)





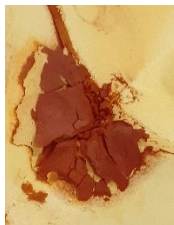

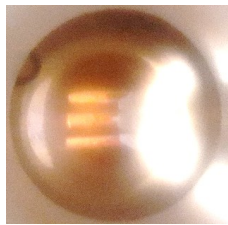




22	32.346(13)	2.7655(11)	1862(125)	0.301(15)
23	32.88(2)	2.722(2)	816(82)	0.64(8)
24	33.819(16)	2.6483(12)	672(75)	0.28(3)
25	34.81(2)	2.5755(16)	1078(95)	0.271(17)
26	36.29(3)	2.4735(17)	914(87)	0.39(4)
27	37.950(9)	2.3690(6)	553(68)	0.34(3)
28	39.919(9)	2.2566(5)	600(71)	0.34(3)
29	40.865(12)	2.2065(6)	222(43)	0.17(4)
30	42.084(14)	2.1454(7)	773(80)	0.30(2)
31	42.83(2)	2.1098(10)	1301(104)	0.448(19)
32	43.758(19)	2.0671(8)	498(64)	0.32(4)
33	45.46(5)	1.994(2)	757(79)	0.38(7)
34	46.545(17)	1.9496(7)	434(60)	0.22(6)
35	48.32(3)	1.8820(10)	495(64)	0.34(8)
36	53.26(7)	1.719(2)	334(53)	0.51(10)
37	55.75(11)	1.648(3)	163(37)	0.42(9)

Lampiran 4. Dokumentasi

4.1 Sintesis Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol

o-Vanilin	p-Toluidina	Sebelum disonikasi	Saat disonikasi t=14 menit
			
Setelah penyaringan endapan (produk)	Produk di desikator	Ditimbang hingga konstan	Uji melting point
			
Uji kelarutan NaOH dan Akuades	Uji FTIR (buat pellet)		
			

4.2 Sintesis Kompleks Mn (II) dengan ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol

Garam $MnCl_2 \cdot 4H_2O$	Basa Schiff 2-metoksi-6- [(<i>p</i> -tolilimino)metil] fenol	Garam $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ dalam etanol	Basa Schiff dalam etanol
			
Saat kedua larutan reaktan dicampur	Saat disonikasi	Setelah didiamkan 48 jam	Setelah produk disaring
			
Produk setelah berat konstan	Produk	Uji melting point suhu 233 °C	Setelah ±10 menit dari suhu 233 °C
			
Uji metode Job's dan karakterisasi UV-Vis	Uji kelarutan	Uji kualitatif AgCl	
			

BIODATA

Nama : Wariatus Solawati
NIM : 17630067
Tempat, Tanggal Lahir : Sumenep, 10 Juni 1999
Jurusan/Fakultas : Kimia/Sains dan Teknologi
Bidang Penelitian : Anorganik dan Organik
Tahun Angkatan : 2017
Alamat : Panaongan, Kab. Sumenep, Jawa timur
Email : wssolawati@gmail.com

Malang, 16 Desember 2021

Penulis

Wariatus Solawati