

**GREEN SYNTHESIS, KARAKTERISASI DAN UJI TOKSISITAS
SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN 2-AMINOTIAZOL
MENGUNAKAN METODE PENGGERUSAN DENGAN VARIASI
WAKTU 105, 120, DAN 135 MENIT**

SKRIPSI

**Oleh:
HAFIZ TAUHID
NIM.18630086**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2022**

**GREEN SYNTHESIS, KARAKTERISASI DAN UJI TOKSISITAS
SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN 2-AMINOTIAZOL
MENGUNAKAN METODE PENGGERUSAN DENGAN VARIASI
WAKTU 105, 120, DAN 135 MENIT**

SKRIPSI

**Oleh:
HAFIZ TAUHID
NIM.18630086**

**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
2022**

**GREEN SYNTHESIS, KARAKTERISASI DAN UJI TOKSISITAS
SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN 2-AMINOTIAZOL
MENGUNAKAN METODE PENGGERUSAN DENGAN VARIASI
WAKTU 105, 120, DAN 135 MENIT**

SKRIPSI

Oleh:
HAFIZ TAUHID
NIM.18630086

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggal:
15 Desember 2022

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I
NIPT. 20140201409

Mengetahui

Ketua Program Studi



Rachmayati Wingsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

**GREEN SYNTHESIS, KARAKTERISASI DAN UJI TOKSISITAS
SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN 2-AMINOTIAZOL
MENGUNAKAN METODE PENGGERUSAN DENGAN VARIASI
WAKTU 105, 120, DAN 135 MENIT**

SKRIPSI

**Oleh :
HAFIZ TAUHID
NIM.18630086**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 15 Desember 2022**

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

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

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

**Anggota Penguji : Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I
NIPT. 201402011209**

(.....*Ghul*.....)

(.....*Lulu'atul Hamidatu Ulya*.....)

(.....*Ahmad Hanapi*.....)

(.....*Dr. M. Mukhlis Fahrudin*.....)

Mengetahui
Ketua Program Studi



**Rachmawati Angsih M.Si
NIP/19760611 200501 2 006**

PERNYATAAN ORISINALITAS TULISAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini:

Nama : Hafiz Tauhid
NIM : 18630086
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : *Green Synthesis*, Karakterisasi dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin dan 2-Aminotiazol Menggunakan Metode Penggerusan dengan Variasi Waktu 105, 120, dan 135 Menit.

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

Malang, 15 Desember 2022

Yang membuat pernyataan



Hafiz Tauhid
NIM.18630086

MOTTO

Nikmatilah semua proses hidup.

Tidak ada yang salah dengan dirimu selama dirimu masih bernapas dan bisa melakukan sesuatu di esok hari, karena jawaban dari sebuah proses itu hanya ada diakhir.

Kita memang tidak bisa memilih terlahir sebagai apa, tetapi kita bisa memilih untuk mati sebagai apa.

Manusia bukan insan yang hanya bertahan hidup untuk menunggu ajal menjemput.

Namun sebaik-baiknya Manusia adalah yang berguna bagi sesamanya, dan memberikan warisan berharga untuk bagian generasi yang kita tinggali semasa kita hidup demi generasi selanjutnya yang lebih baik lagi, karena itulah yang membedakan Manusia dengan Makhluk lain yang ada di Bumi ini.

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil ‘alamin.

Puji syukur kepada Allah SWT. yang telah memberikana saya nikmat untuk hidup dan menjalankan kewajiban saya sebagai manusia. Sebaik-baiknya manusia ialah yang bermanfaat bagi orang lain. Saya persembahkan karya saya yang masih jauh dari kata sempurna kepada:

Kedua orang tua saya, Bapak Tauhid, dan Ibu Halimatus sa’diyah, serta nenek saya Suma yang selalu memanjatkan doa-doanya untuk anaknya yang sedang menjalani studi di daerah perantauan. Selalu memberikan dukungan baik materi maupun non-materi, serta selalu memberikan motivasi untuk menyelesaikan apa yang sudah dimulai.

Adik saya Anis Tauhid yang selalu mensupport dan menghibur saya dengan candaan-candaannya dikala saya sedang jenuh akan lingkungan di daerah perantauan.

Seluruh dosen kimia UIN Malang khususnya Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc dan Bapak Dr. Mukhlis Fahrudin, M.S.I selaku pembimbing saya yang telah membimbing dan memberikan motivasi untuk menyelesaikan tugas akhir ini. Tak lupa dengan laboran-laboran yang turut mendukung dan membantu saya khususnya Bapak M. Chalid Al Ayubi, S.Si (Abi) yang sudah saya anggap seperti kakak saya sendiri.

Teman-teman Krypton (Kr) khususnya per organikan duniawi yang sudah membantu dan memberikan ilmu-ilmunya kepada saya.

KATA PENGANTAR

Syukur alhamdulillah kehadiran Allah Swt. yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada kita semua, selawat serta salam kita haturkan kepada baginda kita yakni Nabi Muhammad saw. yang telah memberikan suri tauladan kepada umatnya, sehingga dalam proses penulisan skripsi ini tidak terlepas dari nilai-nilai kehidupan yang menjadikan Allah Swt. sebagai tujuan, sebagaimana yang telah diajarkan oleh Rasulullah saw. Semoga kita menjadi umat yang pandai dalam mensyukuri segala nikmat yang telah diberikan Allah Swt., dan dengan harapan kelak mendapat syafaat dari baginda Nabi Muhammad saw. Amin.

Skripsi ini dapat disusun karena dukungan, motivasi serta bimbingan dari berbagai pihak. Tiada kata yang patut terucap untuk menguntai sedikit makna kebahagiaan ini.

Oleh karena itu, izinkanlah penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Zainuddin, MA selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Rachmawati Ningsih, M.Si. selaku Ketua Prodi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Dosen Pembimbing bapak Ahmad Hanapi, M.Sc dan Bapak M. Mukhlis Fakhruddin, M.Si karena atas bimbingan, pengarahan, dan kesabarannya penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.

5. Ayah, Ibu, Adek, kaka, serta seluruh keluarga yang telah memberikan dukungan semangat, kasih sayang serta doa yang selalu dipanjatkan.
6. Purwita Putri Mihdadiya yang senantiasa menemani dan memberikan semangat dalam menyelesaikan skripsi ini.
7. Faisal Anwar teman seperjuangan yang selalu mensupport, memberikan semangat, senantiasa membantu, dan memberikan masukan dalam menyelesaikan skripsi ini.
8. Seluruh teman-teman kimia angkatan 2018 yang saling memberikan support semangat dalam proses penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun dari berbagai pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru, bermanfaat bagi kita semua dan untuk peradaban yang akan datang, Amin.

Malang, 07 Desember 2022

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	Error! Bookmark not defined.
LEMBAR REVISI	ii
PERNYATAAN ORISINALITAS TULISAN	iii
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
مُسْتَخْلَصُ الْبَحْث.....	xv
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan.....	4
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat.....	5
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 6
2.1 Vanilin	6
2.2 2-aminotiazol	7
2.3 Basa Schiff.....	8
2.4 Sintesis Basa Schiff Dengan Metode Penggerusan	10
2.5 Uji Karakterisasi Senyawa basa Schiff.....	13
2.5.1 Karakterisasi menggunakan Spektrometer FTIR	13
2.5.2 Karakterisasi menggunakan KG-SM.....	15
2.6 Uji Toksisitas Dengan Metode BSLT	17
2.7 Sintesis Ramah Lingkungan Dalam Perspektif Islam	19
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	 24
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan.....	24
3.2 Alat dan Bahan	24
3.2.1 Alat	24
3.2.2 Bahan	24
3.3 Rancangan Penelitian.....	25
3.4 Tahapan Penelitian.....	25
3.5 Cara Kerja.....	26
3.5.1 Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan 2-aminotiazol (1:1) (Adawiyah, 2017)	26
3.5.2 Karakterisasi Sifat Fisik Senyawa Basa Schiff.....	26
3.5.3 Uji Sifat Kimia Basa Schiff dengan Larutan NaOH 2M.....	26

3.5.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrometer FTIR (Adawiyah, 2017)	27
3.5.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM (Adawiyah, 2017).....	27
3.5.7 Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff	27
3.5.8 Analisis Data.....	29
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	31
4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol....	31
4.2 Karakterisasi Basa Schiff Menggunakan Spektrofotometer FTIR	35
4.3 Karakterisasi Basa Schiff 120 Menit (Produk 2) Menggunakan GC-MS	38
4.4 Uji Toksisitas	46
4.5 Tinjauan Sintesis Senyawa Basa Schiff dalam Perfektif Islam	50
BAB V PENUTUP	55
4. 1 Kesimpulan.....	55
4. 2 Saran	56
DAFTAR PUSTAKA	57
LAMPIRAN.....	62
Lampiran 1. Rancangan Penelitian	62
Lampiran 2. Diagram alir	63
Lampiran 3. Perhitungan	67
Lampiran 4. Hasil karakterisasi	71
Lampiran 6. Dokumentasi	83

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur vanilin (Kumar, et, al., 2012)	7
Gambar 2. 2 Struktur 2-aminotiazol.....	8
Gambar 2. 3 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4((4-metoksifenilimino-metil-fenol pada kondisi tanpa katalis dan pelarut (maila, 2016))......	9
Gambar 2. 4 Ilustrasi mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol.	10
Gambar 2. 5 Spektra FTIR senyawa basa Schiff dari vanillin dan p-anisidina (adawiyah, 2017).	14
Gambar 2. 6 Kromatogram produk hasil sintesis dari vanilin dan p-aminofenol dengan waktu penggerusan 25 menit (Ronggopuro, 2019).	17
Gambar 2. 7 Spektra massa puncak 3.	17
Gambar 2. 8 Pola fragmentasi ion molekuler senyawa basa Schiff dari vanilin dan p-aminofenol.	17
Gambar 2. 9 Larva Udang Artemia salina Leach.....	18
Gambar 4. 1 Persamaan reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol.	31
Gambar 4. 2 mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol (Nafiah, 2020).	32
Gambar 4. 3 Reaksi asam basa antara senyawa produk dengan NaOH.....	34
Gambar 4. 4 Spektra IR vanilin, 2-aminotiazol serta produk sintesis senyawa basa Schiff.....	36
Gambar 4. 5 Hasil kromatogram produk sintesis.....	38
Gambar 4. 6 Spektra massa reaktan 2-aminotiazol.....	39
Gambar 4. 7 Pola fragmentasi reaktan 2-aminotiazol.....	41
Gambar 4. 8 Spektra massa reaktan vanilin	41
Gambar 4. 9 Pola fragmentasi reaktan vanilin.....	43
Gambar 4. 10 Spektra massa senyawa produk hasil sintesis	43
Gambar 4. 11 Pola Fragmentasi Produk Hasil Sintesis.....	45
Gambar 4. 12 Kurva Analisis probit senyawa basa Schiff.....	47

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Tingkat kekuatan toksisitas.....	19
Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan senyawa produk basa Schiff.....	33
Tabel 4.2 Hasil uji kelarutan.....	34
Tabel 4.3 Perbandingan serapan gugus fungsi antara reaktan dan produk sintesis.....	36
Tabel 4.4 Serapan gugus fungsi senyawa produk basa Schiff.....	37
Tabel 4.5 Hasil karakterisasi KG-SM senyawa produk basa Schiff.....	38
Tabel 4.6 Hubungan konsentrasi dengan persen mortalitas.....	48
Tabel 4.7 Nilai LC ₅₀ antara produk dan reaktan.....	49

ABSTRAK

Tauhid, Hafiz. 2022. ***Green Synthesis, Karakterisasi Dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff dari Vanilin Dan 2-Aminotiazol Menggunakan Metode Penggerusan dengan Variasi Waktu 105, 120, Dan 135 Menit.*** Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing Jurusan: Ahmad Hanapi, M.Sc; Pembimbing Agama: Dr. M. Mukhlis Fakhruddin, M.S.I.

Kata kunci: basa Schiff, vanilin, 2-aminotiazol, metode penggerusan.

Basa Schiff merupakan produk kondensasi dari senyawa amina primer dan senyawa yang mengandung gugus karbonil. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol disintesis dari vanilin dan 2-aminotiazol dengan metode penggerusan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik senyawa basa Schiff hasil sintesis serta mengetahui toksisitas senyawa produk sintesis.

Vanilin dan 2-aminotiazol digerus dengan variasi waktu penggerusan 105, 120, 135 menit. Produk hasil sintesis ditentukan % rendemennya serta diuji titik leleh menggunakan MPA (*Melting Point Apparatus*). Senyawa produk hasil sintesis selanjutnya diuji kelarutannya menggunakan NaOH dan aquades. Senyawa produk dikarakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan GC-MS (Kromatografi Gas-Spektrometri Massa). Uji toksisitas menggunakan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis dengan metode penggerusan dengan variasi waktu 105, 120, 135 menit menghasilkan rendemen sebesar 99,22, 99,75, 99,38%. Senyawa produk sintesis memiliki karakter fisik sebagai berikut: berwujud padatan, berwarna kuning, dan memiliki rentang titik lebur berturut-turut 121-123, 123-125, 122-124°C, senyawa tersebut larut sempurna dalam NaOH dan sedikit larut dalam aquades. Spektra FTIR menunjukkan adanya puncak serapan gugus imina ($-C=N$) pada bilangan gelombang 1613-1615 cm^{-1} yang merupakan ciri khas dari senyawa basa Schiff. Karakterisasi menggunakan GC-MS menghasilkan satu puncak pada waktu retensi 36,57 menit dengan ion molekuler pada m/z 234. Hasil uji toksisitas terhadap larva udang *Artemia salina* Leach menghasilkan nilai LC_{50} sebesar 25,67 ppm.

ABSTRACT

Tauhid, Hafiz. 2022. *Green Synthesis, Characterization and Toxicity Test of Schiff Base Compounds from Vanillin and 2-Aminothiazole Using Grinding Methods with Variations of 105, 120 And 135 Minutes*. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Department Advisor: Ahmad Hanapi, M.Sc; Religious Advisor: Dr. M. Mukhlis Fakhruddin, M.S.I.

Keywords: Schiff base, vanillin, 2-aminothiazole, grinding method.

Schiff bases are condensation products of primary amine compounds and compounds containing carbonyl groups. The basic Schiff compound 2-methoxy-4-(thiazol-2-ylimino)methylphenol was synthesized from vanillin and 2-aminothiazole by grinding method. This study aims to determine the characteristics of the synthesized Schiff base compound and to determine the toxicity of the synthesized product compound.

Vanillin and 2-aminothiazole were crushed with various grinding times of 105, 120, 135 minutes. The % yield of the synthesized product was determined and the melting point was tested using MPA (Melting Point Apparatus). The synthesized product compounds were then tested for solubility using NaOH and distilled water. The product compounds were characterized using FTIR (Fourier Transform Infra Red) and GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry). The toxicity test uses the BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*) method.

The results showed that the synthesis by grinding method with time variations of 105, 120, 135 minutes produced yields of 99.22, 99.75, 99.38%. The synthetic product compound has the following physical characteristics: it is a solid, yellow in color, and has a melting point range of 121-123, 123-125, 122-124°C, respectively. The compound is completely soluble in NaOH and slightly soluble in in distilled water. The FTIR spectra showed an absorption peak of the imine group ($-C=N$) at wave number 1613-1615 cm^{-1} which is characteristic of Schiff base compounds. The characterization using GC-MS produced a peak at a retention time of 36,789 minutes with a molecular ion at m/z 234. The results of the toxicity test on *Artemia salina* Leach shrimp larvae yielded an LC_{50} value of 25.67 ppm.

مُسْتَخْلَصُ الْبَحْثِ

تَوْجِيْدٌ، حَافِظٌ. 2022. اِخْتِبَارٌ، التَّوْلِيْفُ، وَالتَّوْصِيْفُ وَالسَّمِّيَّةُ الْأَخْضَرُ لِمَرْكَبَاتِ قَاعِدَةِ شَيْفٍ مِنَ الْفَانِيْلِيْنَ وَ 2-أَمِينُوْتِيَارُولُ بِاسْتِخْدَامِ طَرِيقَةِ الطَّحْنِ مَعَ اِخْتِلَافَاتِ 105، وَ 120، وَ 135 دَقِيقَةً. قِسْمُ الْكِيْمِيَاءِ، كَلِيَّةُ الْعُلُومِ وَالتَّكْنُوْلُوجِيَا، جَامِعَةُ مَوْلَانَاْمَالِكُ اِبْرَاهِيْمُ الْاِسْلَامِيَّةُ الْحُكُوْمِيَّةُ مَالَانَج. الشَّرَفُ 1: أَحْمَدُ حَنَابِي، الْمَاجِسْتِيْرُ، الْمَشْرِفُ 2: الدُّكْتُورُ، مُخْلِصُ فَخْرُ الدِّيْنِ، الْمَاجِسْتِيْرُ.

لِكَلِمَاتِ السَّاسِيَّةِ: قَاعِدَةُ شَيْفٍ، فَانِيْلِيْنَ ، 2-أَمِينُوْتِيَارُولُ ، طَرِيقَةُ الطَّحْنِ.

قَوَاعِدُ شَيْفٍ هِيَ مُنْتَجَاتُ تَكْنِيْفِ لِمَرْكَبَاتِ الْأَمِينِ الْأَوَّلِيَّةِ وَالْمَرْكَبَاتِ الَّتِي تَحْتَوِي عَلَى مَجْمُوعَاتِ الْكَرْبُونِيْلُ. تَمَّ تَصْنِيْعُ مَرْكَبِ شَيْفٍ الْأَسَاسِي 2-مِينُوْكُوسِي-4 -(تِيَارُول-2-اِلِيْمِيْنُو) مِينِيْل) الْفِينُولِ مِنَ الْفَانِيْلِيْنَ وَ 2-أَمِينُوْتِيَارُولُ بِطَرِيقَةِ الطَّحْنِ. تَهْدَفُ هَذِهِ الدِّرَاسَةُ إِلَى تَحْدِيدِ خَصَائِصِ مَرْكَبِ قَاعِدَةِ شَيْفٍ الْمَرْكَبِ وَتَحْدِيدِ سُمِّيَّةِ مَرْكَبِ الْمُنْتَجِ الْمَرْكَبِ.

تَمَّ سَحْقُ الْفَانِيْلِيْنَ وَ 2-أَمِينُوْتِيَارُولُ بِأَوْقَاتِ طَحْنٍ مُخْتَلَفَةٍ تَبْلُغُ 105 وَ 120 وَ 135 دَقِيقَةً. تَمَّ تَحْدِيدُ الْعَائِدِ % مِنَ الْمُنْتَجِ الْمَرْكَبِ وَاخْتَبَرَتْ نُقْطَةُ الْاِنْصِهَارِ بِاسْتِخْدَامِ (جِهَازِ نُقْطَةِ الْاِنْصِهَارِ). تَمَّ بَعْدَ ذَلِكَ اِخْتِبَارُ مَرْكَبَاتِ الْمُنْتَجِ الْمُحَضَّرَةِ لِلتَّكْدُّقِ مِنْ قَابِلِيَّتِهَا لِلدُّوْبَانِ بِاسْتِخْدَامِ هَيْدُرُوكْسِيْدِ الصُّودِيُومِ وَالْمَاءِ الْمُقَطَّرِ. تَمَّ تَمْيِيزُ مَرْكَبَاتِ الْمُنْتَجِ بِاسْتِخْدَامِ (تَحْوِيلِ فُورِيَّةِ بِالْأَشْعَةِ تَحْتَ الْحَمَرَاءِ) وَ - GC-MS (كُرُومَاتُوجْرَافِيَا الْغَازِ - مَطْيَافِ الْكُتْلَةِ). يَسْتَعْمَلُ اِخْتِبَارُ السَّمِّيَّةِ طَرِيقَةَ BSLT (اِخْتِبَارِ الْفَتَاكِ بِالرُّوْبِيَانِ الْمُلْحِي).

أَوْضَحَتْ النَّتَاجُ أَنَّ التَّخْلِيْقَ بِطَرِيقَةِ الطَّحْنِ مَعَ تَغْيِرَاتِ زَمْنِيَّةِ 105 وَ 120 وَ 135 دَقِيقَةً أُنتَجَتْ مَحْصُولَ 99,22%، 99,75%، 99,38%. مَرْكَبِ الْمُنْتَجِ الْاِصْطِنَاعِي لَهُ الْخَصَائِصُ الْفِيْزِيَايِيَّةُ التَّالِيَةُ: صُلْبَةٌ ، صَفَرَاءُ اللَّوْنِ ، وَلَهَا نِطَاقُ نُقْطَةِ اِنْصِهَارٍ مِنْ 121-123 دَرَجَةِ مَبْوِيَّةٍ ، 123-125 دَرَجَةِ مَبْوِيَّةٍ ، 122-124 دَرَجَةِ مَبْوِيَّةٍ ، عَلَى التَّوَالِي. قَابِلٌ لِلدُّوْبَانِ فِي NaOH وَقَابِلٌ لِلدُّوْبَانِ بِشَكْلِ طَفِيفٍ فِي الْمَاءِ الْمُقَطَّرِ. أَظْهَرَ أَطْيَافُ FTIR ذُرُوءَ اِمْتِصَاصٍ لِمَجْمُوعَةٍ (- imine C = N) عِنْدَ رَقْمِ الْمَوْجَةِ 1613-1615 سَم - 1 وَ الَّتِي تَتَمَيَّزُ بِمَرْكَبَاتِ قَاعِدَةِ شَيْفٍ. أُنتَجَ التَّوْصِيْفُ بِاسْتِخْدَامِ - ذُرُوءَ عِنْدَ وَقْتِ اِحْتِجَازِ قَدْرُهُ 18,341 دَقِيقَةً مَعَ أَيُونِ جُزْيِيِّي عِنْدَ 234 . وَأَظْهَرَتْ نَتَاجُ اِخْتِبَارِ السَّمِّيَّةِ عَلَى يَرَاقَاتِ *Artemia salina* Leach قِيَمَةَ 50 قَدْرُهَا 25,67 جُزْءٍ فِي الْمِلْيُونِ.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Basa Schiff pertama kali disintesis pada tahun 1864 oleh Hugo Schiff. Senyawa tersebut merupakan analog nitrogen dari aldehida atau keton yang mana gugus karbonilnya ($C=O$) telah digantikan oleh gugus imina atau azometin ($C=N$) (Jarrahpour, dkk., 2007). Ciri struktur secara umum dari senyawa basa Schiff adalah gugus azometin dengan rumus umum $RHC=N-R_1$, di mana R dan R_1 adalah gugus alkil, aril, sikloalkil atau heterosiklik yang dapat diganti dengan berbagai cara. Senyawa ini juga dikenal sebagai anil, imina atau azometin (Ashraf, dkk., 2011). Bioaktivitas senyawa basa Schiff telah menarik perhatian para peneliti, beberapa senyawa basa Schiff yang telah diteliti karena sangat berpotensi sebagai antibakteri (Shariar, dkk., 2014), antijamur (Makwana, dkk., 2014), antikanker (Neelima, dkk., 2015), antioksidan (Cahyana, dkk., 2015), antifungi (Raczuk, dkk., 2022), pestisida (Chen, dkk., 2019). Gupta, dkk., (2014) melakukan sintesis basa Schiff dan uji antikanker terhadap sel PC3. Salah satu produk yang dihasilkan memiliki aktivitas antikanker dengan nilai LC_{50} yang signifikan sebesar $4,85 \mu M$. Selain itu, Chen, dkk., (2019) melakukan uji bioaktivitas pestisida pada basa Schiff turunan fenilpirazol terhadap larva ke-3 *Plutella xylostella*, dan diperoleh nilai yang lebih kecil dari kontrol positif yaitu fipronil. Senyawa-senyawa yang memiliki bioaktivitas telah melalui uji toksisitas terlebih dahulu sebagai tahap awal dalam melakukan uji bioaktivitasnya, seperti uji antikanker, antimikroba, maupun sebagai pestisida (Colgate dan Molyneux, 2007).

Sintesis senyawa basa Schiff telah banyak dilakukan oleh ilmuwan kimia terdahulu dengan menggunakan metode konvensional yaitu menggunakan pelarut organik dan katalis asam. Seperti Ibrahim dkk, (2006) telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari asam antranilat dan p-nitrobenzaldehida dengan metode konvensional menggunakan pelarut etanol. Dari hasil penelitian yang menunjukkan bahwa senyawa basa Schiff yang memiliki potensi antikanker dapat diaplikasikan sebagai obat. Petunjuk untuk menggunakan obat yang sesuai telah dianjurkan oleh Rasulullah Saw melalui sabdanya:

حَدَّثَنَا هَارُونُ بْنُ مَعْرُوفٍ وَأَبُو الطَّاهِرِ وَأَحْمَدُ بْنُ عِيسَى قَالُوا حَدَّثَنَا ابْنُ وَهْبٍ أَخْبَرَنِي عَمْرُو وَهُوَ ابْنُ الْحَارِثِ عَنْ عَبْدِ رَبِّهِ بْنِ سَعِيدٍ عَنْ أَبِي الزُّبَيْرِ عَنْ جَابِرٍ عَنْ رَسُولِ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ أَنَّهُ قَالَ لِكُلِّ دَاءٍ دَوَاءٌ فَإِذَا أُصِيبَ دَوَاءُ الدَّاءِ بَرَأَ بِإِذْنِ اللَّهِ عَزَّ وَجَلَّ

Telah menceritakan kepada kami Harun bin Ma'ruf dan Abu Ath Thahir serta Ahmad bin 'Isa mereka berkata; Telah menceritakan kepada kami Ibnu Wahb; Telah mengabarkan kepadaku 'Amru, yaitu Ibnu al-Harits dari 'Abdu Rabbih bin Sa'id dari Abu Az Zubair dari Jabir dari Rasulullah shallallahu 'alaihi wasallam, beliau bersabda: "Setiap penyakit ada obatnya. Apabila ditemukan obat yang tepat untuk suatu penyakit, akan sembuhlah penyakit itu dengan izin Allah 'azza wajalla." (HR Muslim).

Hadits di atas mengandung perintah untuk berobat. Berobat tidaklah bertentangan dengan tawakal. Sebagaimana halnya menolak rasa lapar, rasa dahaga, rasa panas, dan rasa dingin dengan hal-hal yang menjadi kebalikannya. Bahkan, hakikat tauhid itu hanya sempurna dengan melakukan sebab musabab yang memang telah Allah jadikan sebagai hukum sebab akibat, baik dalam ajaran syariat-Nya maupun menurut takdir-Nya.

Sintesis yang ramah lingkungan (*green synthesis*) telah banyak dilakukan oleh peneliti sebelumnya karena mudah dilakukan, bisa meminimalisir limbah berbahaya, cepat dalam proses perlakuan, ekonomis serta hasil produk yang

melimpah. Pada tahun (2019) Abdurrafi., dkk., telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan anilina dengan variasi volume katalis asam dari blimbing wuluh menggunakan metode penggerusan dan diperoleh rendemen sebesar 96,84%. Kemudian Bendale, dkk. (2011) telah mensintesis senyawa basa Schiff dari senyawa vanilin dan p-toluidina menggunakan metode penggerusan memperoleh presentase hasil yang lebih tinggi dibandingkan menggunakan metode konvensional yaitu sebesar 95,08%.

Penelitian tentang *green synthesis* juga telah dilakukan oleh Zarei, dkk. (2011) yang mensintesis beberapa senyawa azo imina dari hasil p-anisidin dan o-vanilin dengan beberapa senyawa amina aromatis aril aldehida dengan sedikit air dan tanpa pelarut dan diperoleh rendemen hingga mencapai 100%. Selanjutnya sintesis basa Schiff dengan metode penggerusan juga telah dilakukan oleh Adawiyah (2017) yang telah berhasil mensintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksifenilimino)metil)fenol dari vanilin dan p-anisidina dengan variasi waktu 10, 15 dan 20 menit dan diperoleh hasil rendemen terbaik pada waktu 20 menit sebesar 94,86%.

Untuk melihat potensi bioaktivitas senyawa basa Schiff sebagai antitumor, antikanker, antibakteri, atau sebagai insektisida, maka dapat dilakukan menggunakan uji toksisitas terhadap larva udang air laut (*Brine Shrimp*). Metode yang digunakan adalah metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*). Hasil dari uji ini adalah nilai toksisitas yang ditentukan dari harga LC_{50} yang dihitung berdasarkan analisis probit (Harmita and Radji, 2008).

Sam dkk. (2012) telah melakukan uji toksisitas senyawa basa Schiff dari o-vanilin dan 2-hidrazinopiridin, dengan menggunakan larva udang laut. Hasil dari

uji toksisitas ini adalah nilai toksisitas LC_{50} sebesar 138,03 ppm. Hasil uji toksisitas yang dilakukan oleh Pratiwi dan Cahyana (2015) pada produk basa Schiff turunan vanilin diperoleh nilai toksisitas dengan LC_{50} sebesar 23,73 $\mu\text{g/ml}$. Penelitian Jasmarullah (2018) menunjukkan bahwa, nilai toksisitas senyawa basa Schiff dari vanilin dan anilina menghasilkan LC_{50} sebesar 13,88 ppm.

Berdasarkan penelitian terdahulu yang memberikan gambaran tentang metode sintesis ramah lingkungan dan potensi bioaktivitas basa Schiff yang begitu luas, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol. Sintesis ini dilakukan dengan teknik *green synthesis* menggunakan metode penggerusan. Basa Schiff yang diperoleh akan diuji toksisitasnya terhadap larva udang dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa waktu penggerusan terbaik pada sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol menggunakan metode penggerusan?
2. Bagaimana hasil karakterisasi produk sintesis basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol menggunakan metode penggerusan?
3. Bagaimana toksisitas produk basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui waktu penggerusan terbaik pada sintesis senyawa basa Schiff dari vanillin dan 2-aminotiazol.
2. Untuk mengetahui karakteristik senyawa basa Schiff hasil sintesis dari vanilin dan 2-aminotiazol.

3. Untuk mengetahui toksisitas produk basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol.

1.4 Batasan Masalah

1. Perbandingan mol vanillin dan 2-aminotiazol 1:1.
2. Metode *green synthesis* yang digunakan adalah metode penggerusan tanpa pelarut dan katalis.
3. Variasi waktu penggerusan yang digunakan adalah 105, 120, dan 135 menit.
4. Karakterisasi produk hasil sintesis dilakukan menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectrofotometer*), dan GC-MS (*Gas Chromatography and Mass Spectroscopy*).
5. Uji toksisitas produk basa Schiff terhadap larva udang *Artemia Salina Leach* dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

1.5 Manfaat

Hasil dari penelitian ini diharapkan nantinya dapat memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol menggunakan metode penggerusan tanpa pelarut dan katalis dengan waktu penggerusan 105, 120, 135 menit, serta memberikan informasi mengenai karakterisasi dari senyawa basa Schiff hasil sintesis.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

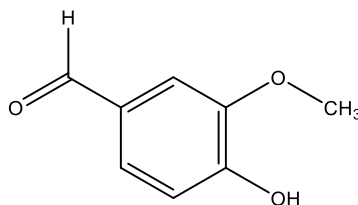
2.1 Vanilin

Vanilin merupakan senyawa organik aldehida fenolik dengan rumus molekul $C_8H_8O_3$ (Kumar, *et al.*, 2012). Vanilin sering dipakai sebagai penambah cita rasa makanan dalam industri pangan. Dalam bidang pengawetan pangan, vanilin dipakai sebagai antimikroba dan antioksidan (Budimarwanti, 2007). Vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida merupakan senyawa organik yang berbentuk padatan kristal dengan bentuk jarum tak berwarna, dan berbau harum. Vanilin memiliki kelarutan dalam air sebesar 11 gram/1L pada suhu 25°C, larut dalam kloroform dan asam asetat (Mulyono, 2005). Vanilin memiliki titik lebur 77,9°C, titik didih 285°C dan densitas 1,056 g/cm³ (Mulyono, 2006).

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

Vanillin dapat diisolasi dari buah vanila (*Vanilla planifolia* Andrews) dengan beberapa metode seperti ekstraksi enzimatik, ekstraksi soxhlet dan ekstraksi menggunakan oktilamina (Handayani, *et al.*, 2011), Vanilin juga dapat diperoleh dari kayu lunak yang dioksidasi dengan nitrobenzena dalam suatu larutan alkali, atau secara sintetik dibuat dari safrol, glukosida koniferin, protokatekkuat aldehida, dan eugenol (Budimarwanti, 2007). Vanilin pertama kali disintesis dari eugenol

yang ditemukan dalam minyak cengkeh dan kemudian disintesis dari lignin yang mengandung cairan sulfit, produk samping dari pengolahan bubur kayu dalam pembuatan kertas (Kumar, et al., 2012).



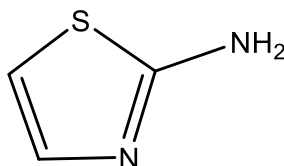
Gambar 2.1 Struktur Vanilin (Kumar, Et, Al., 2012)

Vanilin memiliki gugus fungsi aldehyd, eter, dan fenol. Dari ketiga gugus fungsi tersebut, aldehyda adalah gugus fungsi yang paling reaktif karena keberadaan atom oksigen pada gugus karbonil ($C=O$), menyebabkan atom oksigen menjadi lebih elektronegatif daripada atom C yang bersifat parsial positif. Sehingga elektron cenderung tertarik menuju atom oksigen dan membuat kerapatan elektron atom oksigen lebih besar daripada kerapatan elektron atom karbon. Hal ini yang menyebabkan karbonil pada gugus aldehyda mudah diserang oleh nukleofil (Kumar, *et al.*, 2012). Salah satu nukleofil yang dapat bereaksi dengan vanilin adalah amina primer membentuk ikatan $C=N$ melalui reaksi adisi eliminasi (Cahyana dan Pratiwi, 2015; Zarei dan Jarrahpour, 2011).

2.2 2-aminotiazol

Secara umum 2-aminotiazol memiliki rumus molekul $C_3H_4N_2S$. 2-aminotiazol merupakan senyawa amina heterosiklik yang menampilkan inti dari tiazol, senyawa ini juga dapat dianggap isothioureia siklik. Berdasarkan sifat fisiknya, 2-aminotiazol berbentuk kristal yang berwarna putih kekuningan, berubah menjadi coklat apabila terkena udara, memiliki berat molekul 100,14 g/mol, titik

dididih 140°C, titik lebur 90°C, sedikit larut dalam air dingin dan etanol, serta mudah larut dalam air panas dan asam anorganik. Adapun struktur dari 2-aminotiazol adalah sebagai berikut:



Gambar 2.2 Struktur 2-Aminotiazol

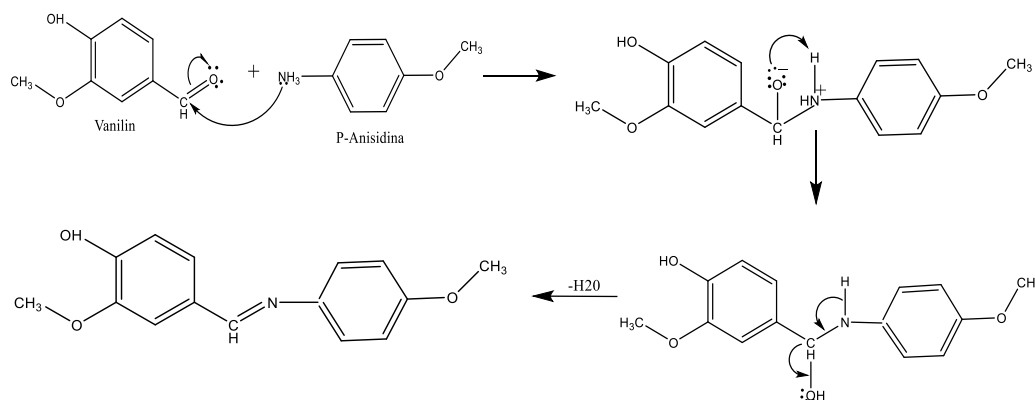
2-Aminotiazol telah diidentifikasi sebagai senyawa yang memiliki peran penting terhadap penyakit yang disebabkan oleh bakteri. 2-Aminopiridiltiazol dioptimalkan pada penghambat 3-(but-3-enamido)-*N*-(thiazol-2-yl)picolinamide metionin aminopeptida dari bakteri *Escherichia coli* dan *Saccharomyces cerevisiae*, yang mewakili molekul kecil MetAP inhibitor dengan struktur baru yang berbeda dari alkilasi turunan fumagillin dan berbasis peptidik bestatin penghambat MetAP (Luo, *et al.*, 2003). Senyawa turunan dari pleuromutilin yang mengandung cincin 2-aminotiazol dirancang, disintesis, dan dievaluasi untuk aktivitas antibakteri secara *in vitro* terhadap bakteri Gram-positif (Ling, *et al.*, 2012). 2-Aminotiazol dengan turunan 1,3,4-oxadiazole juga telah diuji aktivitas antibakterinya terhadap gram negatif dan gram positif serta aktivitas antijamur (Desai, 2013).

2.3 Basa Schiff

Basa Schiff merupakan suatu senyawa dengan gugus fungsi yang mengandung karbon-nitrogen *double bond* (C=N). Atom nitrogen tersebut terhubung dengan gugus aril atau alkil (Sebastian and Thapa, 2015). Senyawa ini

juga dikenal sebagai imina atau *azomethine*. Gugus karbonil (C=O) dari aldehida atau keton digantikan oleh gugus imina atau *azomethine* (Anad *et al.*, 2012). Senyawa basa Schiff memiliki rumus umum $R^1R^2C=NR^3$, dimana R merupakan sisi rantai organik. Senyawa ini terbentuk dari kondensasi senyawa aldehida keton dengan amina primer (Sebastian and Thapa, 2015).

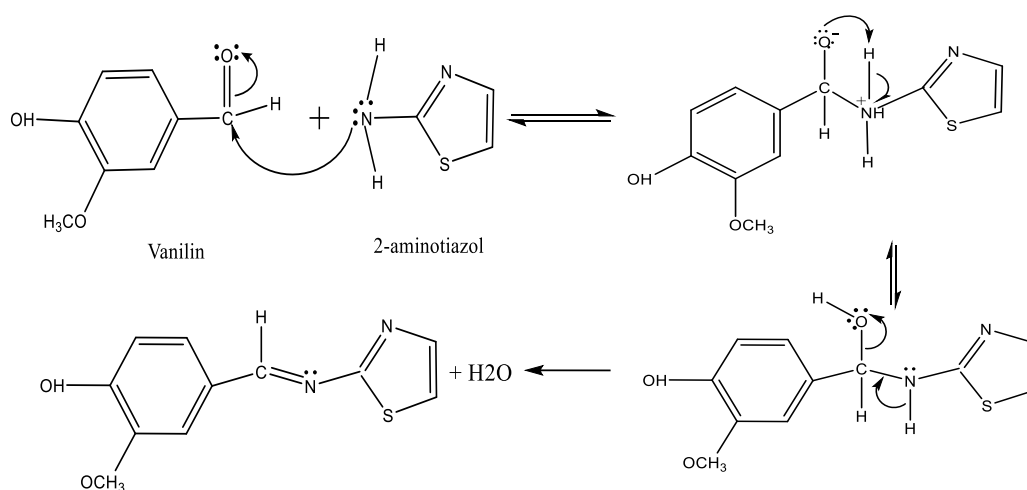
Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff tanpa pelarut dan katalis asam diharapkan dapat meminimalisir terjadinya reaksi *reversible* sehingga menghasilkan produk dengan % hasil yang lebih tinggi dibandingkan reaksi menggunakan pelarut dan katalis asam. Adawiyah (2017) telah berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari vanillin dan p-anisidina dengan tanpa menggunakan pelarut dan katalis. Berdasarkan reaksi yang terjadi pada penelitian tersebut, maka perkiraan mekanisme reaksi antara vanillin dan p-anisidina ditunjukkan pada gambar 2.3.



Gambar 2.3 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4((4-metoksifenilimino-metil-fenol pada kondisi tanpa katalis dan pelarut (Maila, 2016)

Mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff melibatkan dua langkah utama. Pertama, serangan dari nitrogen amina terhadap atom karbon karbonil. Kedua, atom nitrogen terdeprotonasi dan elektron dari ikatan N-H berpindah dan

membentuk ikatan C=N yang disertai dengan pelepasan molekul air (Sebastian and Thapa, 2015). Reaksi umum dari pembentukan senyawa basa Schiff ditunjukkan pada Gambar 2.3. Amina primer dalam reaksi pembentukan basa Schiff berperan sebagai nukleofil, sedangkan atom karbon pada karbonil mengalami serangan dari atom nitrogen amina primer (disebut juga sebagai elektrofil) (Fessenden and Fessenden, 1982). Adapun mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Ilustrasi mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol

2.4 Sintesis Basa Schiff Dengan Metode Penggerusan

Metode penggerusan merupakan metode yang efektif untuk diaplikasikan dalam sintesis senyawa basa Schiff. Sintesis dengan menggunakan metode ini dapat meminimalisir timbulnya polutan, memaksimalkan efisiensi energi (melakukan penggerusan dengan kondisi alamiah, yaitu pada suhu ruang dan tekanan atmosfer) (Ulfah *et al.*, 2013), dan menghasilkan produk hasil sintesis dengan kemurnian yang tinggi karena hanya melibatkan dua reaktan (Hasanah *et al.*, 2017). Metode ini disebut juga sebagai metode *green synthesis*. Sehingga dengan metode ini, manusia

sebagai khalifah dapat menjaga dan melestarikan alam, mampu untuk memahami alam sebagaimana mestinya. Sebagaimana firman Allah dalam Q.S al-A'raaf: 56:

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

”Dan janganlah kamu berbuat kerusakan dimuka bumi, sesudah Allah memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”.

Allah melarang berbuat kerusakan setelah bumi ini baik. Karena jika segala perkara telah ditata, lalu dirusak maka akan sangat membahayakan (Ar-Rifa'I, 1999). Menurut (Shihab, 2002), alam telah Allah ciptakan dalam keadaan yang sangat harmonis, serasi, dan sebagai pusat kehidupan. Ia telah menjadikannya baik, merusak setelah diperbaiki jauh lebih buruk daripada merusaknya sebelum diperbaiki atau pada saat dia buruk. Ayat ini secara tegas menggarisbawahi larangan tersebut.

Metode penggerusan telah digunakan beberapa peneliti dalam sintesis senyawa basa Schiff. Diantaranya, sintesis basa Schiff dari vanilin dan p-anisidina dengan perbandingan mol (1:1) dengan masing-masing sebanyak 1 mmol. Kedua reaktan digerus dalam mortar agate sampai terbentuk produk yang ditandai dengan terbentuknya warna kuning. Produk yang terbentuk disimpan dalam inkubator dengan suhu 35°C selama 7 hari. Senyawa basa Schiff hasil sintesis memiliki titik leleh pada suhu 132,9°C (Singh *et al.*, 2008).

Dalam metode *green synthesis* terdapat 12 prinsip yang harus diperhatikan, yaitu (Nurbaity, 2011):

1. Pencegahan terbentuknya bahan buangan beracun akan lebih baik dari pada menangani atau membersihkan bahan buangan tersebut.

2. Mengekonomiskan atom dalam merancang metode sintesis.
3. Sintesis bahan kimia yang tidak atau kurang berbahaya bagi kesehatan manusia dan lingkungannya.
4. Merancang produk bahan kimia yang lebih aman, walaupun sifat racunnya dikurangi tetapi fungsinya tetap efektif.
5. Menggunakan pelarut dan bahan-bahan pendukung yang lebih aman dan tidak berbahaya.
6. Rancangan untuk efisiensi energi.
7. Penggunaan bahan dasar yang dapat diperbaharui.
8. Mengurangi turunan (derivatives) yang tidak penting.
9. Menggunakan katalis untuk meningkatkan selektifitas dan meminimalkan energi.
10. Merancang produk-produk kimia yang dapat terdegradasi menjadi produk yang tidak berbahaya.
11. Analisis serentak untuk mencegah polusi.
12. Bahan kimia yang digunakan dalam proses kimia dipilih yang lebih aman untuk mencegah kecelakaan.

Penelitian lain juga dilakukan oleh Zarei dan Jarrahpour (2011) dalam sintesis basa Schiff azo dari anilina dan azoaldehida (p-anisidina dan o-vanilin) menggunakan metode penggerusan. Sintesis yang dilakukan tidak menggunakan katalis serta penambahan pelarut. Perbandingan mol reaktan (1:1) dengan masing masing sebanyak 5 mmol digerus dalam mortar selama satu menit, kemudian campuran dibiarkan pada suhu ruang selama 1,5 jam. Air yang terbentuk dari reaksi ini diuapkan pada suhu 70°C dibawah vakum Padatan yang terbentuk berwarna oranye dengan rendemen sebesar 97%, memiliki titik leleh 155-157°C.

Bendale *et al.* (2011) melakukan penelitian dalam bidang sintesis basa Schiff dari p-toluidina dan o-vanilin. Sejumlah reaktan digerus dalam mortal selama 17 menit tanpa penambahan katalis dan pelarut. Produk ditempatkan didalam ruangan gelap sepanjang malam. Hasil sintesis berupa padatan berwarna kuning muda dengan rendemen sebesar 95,80% dan titik leleh 115-118°C. Penelitian juga dilakukan oleh Adawiyah (2017) dengan menggunakan metode penggerusan. Senyawa basa Schiff dari p-Anisidina dan vanilin disintesis dengan perbandingan mol reaktan (1:1) masing-masing sebanyak 7,5 mmol. Penggerusan dilakukan pada suhu ruang dengan waktu penggerusan divariasi 10; 15; dan 20 menit. Rendemen terbesar diperoleh dari penggerusan selama 20 menit dengan nilai 94,86%. Senyawa basa Schiff hasil sintesis berwujud padatan coklat muda dengan titik leleh 129-131°C.

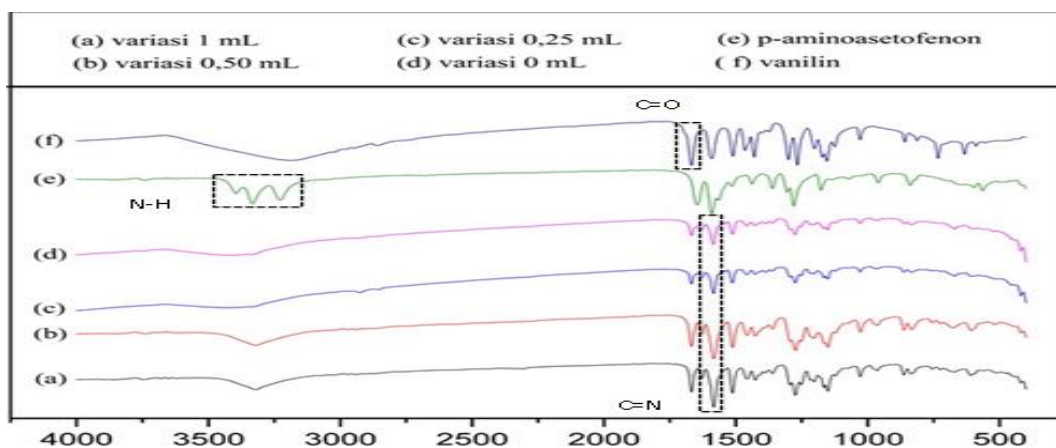
2.5 Uji Karakterisasi Senyawa basa Schiff

2.5.1 Karakterisasi menggunakan Spektrometer FTIR

Spektrometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) merupakan instrumen yang mampu mengukur energi vibrasi dari kumpulan atom yang berikatan. Dalam instrumen ini menggunakan radiasi infra merah (IR) sebagai sumber energi. Spektum dari hasil analisa digunakan untuk mengidentifikasi suatu gugus fungsi dari suatu molekul (Haryoto and Priyatno, 2018; Wibisono, 2017). Prinsip spektroskopi FTIR adalah vibrasi molekul suatu senyawa dapat menyerap radiasi inframerah pada rentang radiasi elektromagnetik (Moore, 2016). Analisis spektrometer FTIR menggunakan cahaya dari bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} (Smith, 2011). Instrumen ini digunakan untuk mengetahui adanya gugus-gugus fungsi. Dalam senyawa basa Schiff terdapat beberapa gugus fungsi, salah satunya

adalah gugus fungsi imin ($C=N$) yang menjadi ciri khas dari senyawa basa Schiff (Sebastian and Thapa, 2015). Ikatan $C=N$ stretching pada senyawa imin berada pada kisaran bilangan gelombang 1471-1689 cm^{-1} (Shriner et al., 2004).

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



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

Sing, et al., (2018) menggunakan spektrofotometer FTIR untuk mengkarakterisasi produk hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan p-anisidina menghasilkan serapan $C=N$ pada bilangan gelombang 1588 cm^{-1} . Khasanudin (2018) juga menggunakan spektrofotometer FTIR untuk mengkarakterisasi produk

hasil sintesis basa Schiff dari vanilin dan p-anisidina menghasilkan serapan C=N pada bilangan gelombang 1623 cm^{-1} .

2.5.2 Karakterisasi menggunakan KG-SM

Kromatografi gas spektroskopi massa (KG-SM) merupakan metode pemisahan dengan kombinasi yang sinergis antara kromatografi gas (KG) dan Spektroskopi massa (SM). Keduanya merupakan dua teknik analitik yang berbeda, digunakan untuk menganalisis campuran (Hussain and Maqbool, 2014; Sparkman *et al.*, 2011). Kromatografi gas dapat memisahkan senyawa semi volatil dan volatil dengan resolusi tinggi, tetapi tidak dapat mengidentifikasi senyawa tersebut. Kromatografi gas merupakan kromatografi dengan fasa gerak berupa gas pembawa, umumnya gas inert seperti helium atau gas yang tidak reaktif seperti nitrogen, dan fasa diamnya adalah lapisan mikroskopis cairan atau polimer pada padatan inert pendukung, di dalam gelas atau tabung logam yang disebut sebagai kolom (Hussain and Maqbool 2014).

Prinsip pemisahan kromatografi gas berdasarkan pada perbedaan titik didih suatu senyawa dalam campurannya. Hasil analisis kualitatif dan kuantitatif berupa kromatogram. Identifikasi suatu senyawa berdasarkan waktu retensi. Sedangkan spektroskopi massa merupakan detektor dari KG, sampel yang keluar dari kolom KG diteruskan menuju spektroskopi massa dan mengalami fragmentasi oleh ionisasi. Sehingga terbentuk pola fragmentasi sebagai sajian informasi yang berbentuk spektrum, yang disertai dengan ion molekuler (m/z) (Ernes *et al.*, 2019; Hussain and Maqbool, 2014).

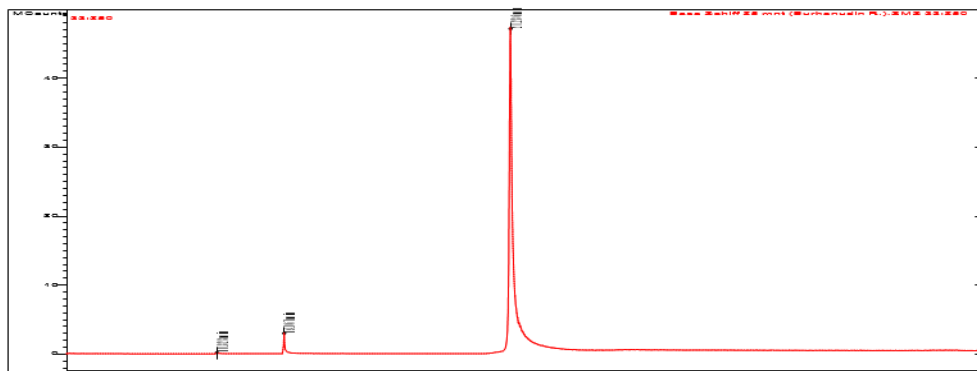
KG-SM dapat digunakan untuk mengkarakterisasi senyawa basa Schiff hasil sintesis. Kemurnian dari senyawa basa Schiff dapat diidentifikasi

menggunakan kromatografi gas. Sedangkan untuk karakterisasi menggunakan spektroskopi massa, berdasarkan ion molekuler dapat diketahui berat molekul dari senyawa produk. Beberapa peneliti mengkarakterisasi senyawa basa Schiff dengan KG-SM. Diantaranya yang telah dilakukan oleh Zarei dan Jarrahpour (2011) hasil karakterisasi menggunakan KG-SM menunjukkan ion molekuler $[M^+]$ dengan nilai m/z - 299. Sedangkan penelitian lain juga telah dilakukan oleh Adawiyah (2017) dengan hasil karakterisasi menggunakan KG-SM menunjukkan kemurnian senyawa basa Schiff sebesar 97,66%, dengan waktu retensi 23,624 menit dan nilai ion molekuler $[M^+]$ sekaligus base peak dengan nilai m/z - 257.

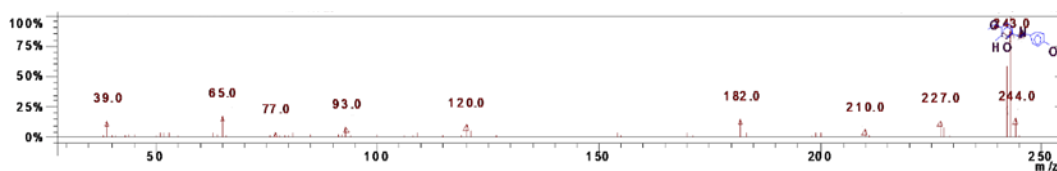
Ronggopuro (2019) terhadap senyawa basa Schiff dari vanilin dan p-amino fenol. Kromatogram senyawa basa Schiff hasil sintesis dengan waktu penggerusan 25 menit ditunjukkan pada Gambar 2.6. Berdasarkan kromatogram tersebut terdapat 3 puncak, dimana puncak 1 dan 2 merupakan puncak senyawa reaktan (p-aminofenol dan vanilin), sedangkan puncak 3 adalah puncak senyawa basa Schiff. Waktu retensi puncak secara berturut-turut adalah 11,328; 14,967; dan 27,236 menit dengan luas area untuk masing-masing puncak adalah 0,008%; 0,134%; dan 99%. Dugaan puncak ketiga adalah puncak dari senyawa target diperkuat menggunakan spektra MS.

Berdasarkan analisa menggunakan MS diperoleh ion molekuler masing masing puncak dengan m/z sebesar 109, 152, dan 243. Spektra masa puncak ketiga ditunjukkan pada Gambar 2.7. Berdasarkan spektra tersebut menunjukkan bahwa ion molekuler dari senyawa target menjadi base peak dengan m/z 243, pola fragmentasi ion molekuler ditunjukkan pada Gambar 2.8 (Ronggopuro, 2019). Ion molekuler senyawa basa Schiff memiliki kation radikal yang stabil sehingga

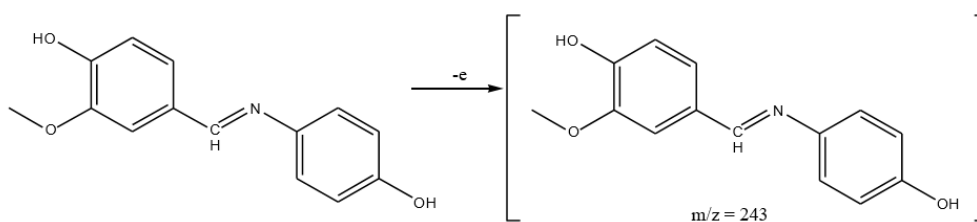
menjadi base peak dari senyawa basa Schiff. Hal ini karena adanya resonansi yang panjang dari senyawa ini (Adawiyah, 2017: Ronggopuro, 2019).



Gambar 2.6 Kromatogram Produk Hasil Sintesis Dari Vanilin Dan P-Aminofenol Dengan Waktu Penggerusan 25 Menit (Ronggopuro, 2019)



Gambar 2.7 Spektra Massa Puncak 3



Gambar 2.8 Pola fragmentasi ion molekuler senyawa basa Schiff dari vanilin dan p-aminofenol

2.6 Uji Toksisitas Dengan Metode BSLT

Brine shrimp lethality test (BSLT) merupakan tahap awal penentuan sitotoksisitas suatu senyawa. Sitotoksisitas merupakan kemampuan dari suatu senyawa yang dapat menyebabkan kerusakan sel atau kematian sel. Sitotoksisitas

merupakan istilah yang sering digunakan untuk menggambarkan obat kemoterapi untuk membunuh sel kanker (Eldridge, 2019). Hewan uji yang digunakan dalam uji toksisitas adalah larva udang laut (*Artemia salina*) yang ditunjukkan pada Gambar 2.10. Adapun ksifikasi dari larva udang *Artemia salina* sebagai berikut ini (Mudjiman. 1985):

Kerajaan: *Animalia*

Divisi: *Arthropoda*

Sub divisi: *Crustacea*

Kelas: *Branchiopoda*

Bangsa: *Anostrea*

Suku: *Artemiidae*

Marga: *Artemia* L

Jenis: *Artemia salina* Leach



Gambar 2.9 Larva Udang *Artemia Salina* Leach

Artemia merupakan organisme yang sering digunakan untuk pengujian toksisitas. Hal ini dikarenakan memiliki prosedur skrining yang cepat, murah, dan mudah (Muhammad et al., 2019). Nilai toksisitas dari hasil uji ditunjukkan oleh nilai LC_{50} (*Lethal Concentration 50*). Nilai LC_{50} dianalisis berdasarkan persen (%) kematian yang diperoleh dari perhitungan jumlah larva yang hidup dan mati. Perhitungan persen (%) kematian diperoleh dengan membagi antara jumlah larva, yang mati dengan jumlah larva udang yang digunakan. Perolehan nilai LC_{50} berdasarkan rumus $y = a + bx$, dengan Y adalah banyaknya 50% larva udang yang mati. Sedangkan untuk nilai a dan b diperoleh dari regresi linear sesuai data dari konsentrasi yang digunakan. Nilai x merupakan konsentrasi suatu senyawa yang menyebabkan kematian 50% larva udang (Braguini et al., 2018; Lisdawati et al., 2006).

$$\% \text{ kematian} = \frac{(\text{Total larva udang} - \text{larva udang hidup})}{\text{Total larva udang}} \times 100$$

Beberapa penelitian terdahulu telah melakukan uji toksisitas senyawa basa Schiff hasil sintesis. Hasil uji yang dilakukan oleh Sam *et al.* (2012) menunjukkan nilai toksisitas LC₅₀ sebesar 138,03 ppm. Penelitian lain juga dilakukan oleh Pratiwi dan Cahyana (2015), hasil uji (nilai toksisitas LC₅₀) pada produk A dan B secara berturut-turut sebesar 389,25 µg/ml dan 23,73 µg/mL. Jasmarullah (2018) juga telah melakukan uji toksisitas senyawa basa Schiff dan diperoleh nilai toksisitas LC₅₀ sebesar 13.88 ppm. Tingkat kekuatan toksisitas menggunakan metode BSLT ditunjukkan pada Tabel 2.1 (Meyer et al., 1982).

Tabel 2.1 Tingkat Kekuatan Toksisitas.

Intensitas Toksisitas	LC₅₀ (ppm)
Sangat Toksik	<30
Toksik	30-1000
Tidak Toksik	>1000

2.7 Sintesis Ramah Lingkungan Dalam Perspektif Islam

Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol menggunakan metode penggerusan ini merupakan suatu upaya yang dilakukan agar tidak merusak lingkungan. Manusia yang sejatinya sebagai khalifah fil ardli harus selalu menjaga kelestarian lingkungan dan janganlah sekali-kali merusak lingkungan sebagaimana Firman Allah SWT mengingatkan kepada umat manusia dalam Al-Qur'an surah Ar-Rum ayat 41:

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

“Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia; Allah menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”.

Menurut (Shihab, 2000), kata (dzahara) berarti sesuatu terjadi di permukaan bumi yang mengisyaratkan nampak dan terang serta diketahui dengan jelas. Sedangkan kata al-fasád menurut Al-Ashfáhani merupakan keluarnya sesuatu dari keseimbangan, baik sedikit ataupun banyak. Arti fasád menurut beberapa ulama dikaitkan dengan arti kemusyrikan atau pembunuhan, akan tetapi hal tersebut tidak mempunyai bukti dasar yang kuat sehingga ulama kontemporer memahami arti tersebut sebagai kerusakan lingkungan dikarenakan ayat di atas mengaitkan kata fasád dengan kata darat dan laut. Ayat di atas menjelaskan dan menyebutkan bahwasanya kata fasád tempat terjadinya di laut dan di darat. Hal tersebut mengisyaratkan bahwasanya lautan dan daratan telah mengalami kerusakan, baik terjadi pembunuhan atau perampokan, ataupun terjadi kerusakan lingkungan sehingga terjadi ketidakseimbangan serta mengurangi manfaat daerah daratan dan lautan. Salah satu contoh ketidak seimbangan yang terjadi yaitu ekosistem laut mengalami pencemaran sehingga mengakibatkan ikan banyak yang mengalami kematian dan menyebabkan hasil tangkapan nelayan menjadi berkurang, serta daratan menjadi semakin panas akibat *global warming* sehingga terjadi kemarau yang panjang.

Rasulullah SAW pada ayat di atas sangat jelas mengapresiasi terhadap kelestarian lingkungan, pembuangan limbah (kotoran manusia) dan limbah kimia merupakan salah satu hal yang dilaknat oleh Allah SWT karena dapat menyebabkan ekosistem di darat dan di laut menjadi tidak seimbang. Sintesis senyawa basa Schiff secara konvensional dapat meningkatkan limbah bahan kimia yang berbahaya dan

dapat menyebabkan ekosistem menjadi tidak seimbang, sehingga dewasa ini diperlukan metode yang dapat mengurangi penggunaan limbah kimia, salah satunya melalui metode green chemistry menggunakan pelarut air. Menurut (Bhandari dan Raj, 2017), metode *green chemistry* menggunakan pelarut air merupakan metode sintesis bahan kimia yang memiliki peran penting dalam pencegahan polusi, hal tersebut dikarenakan sedikit penggunaan pelarut yang berbahaya dan agen pemisah sehingga tidak menimbulkan racun bagi kesehatan manusia dan lingkungan hidup.

Manusia sebagai khalifah di bumi adalah makhluk ciptaan Allah SWT yang paling sempurna, akan tetapi pada awal mula penciptaannya atau kehidupannya manusia adalah makhluk yang penuh akan kekurangan salah satunya yaitu dalam bidang ilmu pengetahuan. Allah SWT berfirman dalam surah An-Nahl ayat 78:

وَاللَّهُ أَخْرَجَكُم مِّن بُطُونِ أُمَّهَاتِكُمْ لَا تَعْلَمُونَ شَيْئًا وَجَعَلَ لَكُمُ السَّمْعَ وَالْأَبْصَارَ وَالْأَفْئِدَةَ لَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ

“Dan Allah mengeluarkan kamu dari perut ibumu dalam keadaan tidak mengetahui sesuatu pun, dan Dia memberimu pendengaran, penglihatan, dan hati nurani, agar kamu bersyukur”.

Menurut (Shihab, 2000), firman Allah SWT dalam kata la ta’lamuna syai’an yang mempunyai arti tidak mengetahui sesuatu apapun merupakan rujukan bahwasanya manusia lahir tidak memiliki pengetahuan sedikit pun tentang pengetahuan hasbiy atau pengetahuan yang diperoleh dengan upaya manusiawi. Manusia sejak lahir sejatinya merupakan kertas putih kosong yang belum ditulis satu huruf pun. Sedangkan kata al-af’idah merupakan jamak dari kata fu’ad yang mempunyai arti akal.

Ayat di atas menjelaskan bahwasanya manusia merupakan makhluk yang tidak memiliki pengetahuan apapun. Akan tetapi, manusia merupakan makhluk yang berbeda jika dibandingkan dengan makhluk lain. Hal tersebut dikarenakan

manusia sejak lahir dianugerahkan akal pikiran oleh Allah SWT, sehingga dengan berlalunya waktu, manusia akan mempelajari sesuatu dan melahirkan ilmu pengetahuan. Dewasa ini, manusia dituntut agar selalu menggunakan akal dan pemikirannya agar dapat memecahkan permasalahan yang dihadapi. Salah satu permasalahan yang dihadapi manusia pada zaman modern ini yaitu tentang obat-obatan yang dapat mengobati penyakit. Oleh karena itu, sebagai muslim kita sejatinya harus mengetahui bahwasanya Allah SWT menciptakan segala sesuatu penyakit juga menciptakan obat penawarnya.

Allah menciptakan manusia sebagai sebuah sosok intermediasi yang menghubungkan dua kutub yang berbeda (kutub malaikat dengan totalitas kebaikan, dan kutub iblis dengan totalitas keburukannya). Manusia memiliki kedua kontradiksi itu di dalam dirinya. Hanya manusia yang mampu merasakan kasih-sayang tetapi juga kebencian, kebahagiaan tetapi juga kesedihan. Setiap makhluk khususnya malaikat dan iblis terikat oleh dunianya, dunia kebaikan atau dunia keburukan dan tidak mampu merasakan keduanya sekaligus. Disinilah manusia menjadi sempurna karena Allah memadukan keduanya menjadi sebuah keseimbangan dalam diri manusia.

Menurut Bentaunes (2003), manusia harus mampu menyeimbangkan dirinya sehingga ia mampu mengembangkan terus potensi kebaikan yang dimilikinya, juga menekan potensi keburukan yang ada di dalam dirinya maka ia harus selalu berupaya mendekat kepada Allah. Ia harus meneladani adanya sifat-sifat Allah berupa cahaya kebaikan dalam dirinya. Ia harus terus mencoba membangun jiwa kebaikan berupa rasa kasih-sayang (ar-Rahman & ar-Rahim) sebagai mesin utama yang terdapat dalam dirinya. Ketika ia berbuat salah, ia segera

menyadarinya dan kembali ke dalam ranah kebaikan.

Sifat Allah ar-Rahman dan ar-Rahim merupakan sebuah sifat Allah yang maha mulia yang tertanam dalam akal budi manusia terdalam. Ia adalah cahaya kebaikan, cahaya kasih-sayang yang bersumber dan berasal dari Cahaya Tertinggi yaitu Allah ta'ala sendiri sebagai cahaya di atas cahaya.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini berjudul “*Green Synthesis*, Karakterisasi Dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan 2-Aminotiazol Menggunakan Metode Penggerusan Dengan Variasi Waktu 105, 120, Dan 135 Menit” yang akan dilaksanakan pada bulan Agustus – November 2022. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi hasil penelitian menggunakan FTIR dilakukan di Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang (UIN Malang), sedangkan KG-SM dilakukan di Universitas Gadjah Mada (UGM).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain yaitu seperangkat alat gelas, bola hisap, botol semprot, kertas saring, spatula, neraca analitik, *hotplate*, bejana penetas, desikator, tabung vial, aluminium foil, mikropipet ukuran 5-1000 μL , *melting point apparatus* STUART tipe SMP11, pipa kapiler, spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000, dan spectrometer GC-MS QP2010S SHIMADZU.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya vanilin p.a (Merck), 2-aminotiazol p.a (Merck), kloroform, etanol, dimetil sulfoksida (DMSO), KBr, air laut, akuades, larutan ragi roti, etanol, dan larva udang *Artemia salina* Leach.

3.3 Rancangan Penelitian

Terdapat beberapa tahapan pada penelitian ini, yakni sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol dengan metode penggerusan. Kemudian dilakukan analisis deskriptif baik secara kualitatif dan kuantitatif pada produk yang dihasilkan. Secara kualitatif meliputi identifikasi senyawa yang dihasilkan, sedangkan kuantitatif meliputi persentase produk yang dihasilkan. Karakterisasi senyawa basa Schiff dilakukan dengan uji sifat fisik, sifat kimia, serta menggunakan spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000, dan GC-MS QP2010S SHIMADZU. Selanjutnya senyawa basa Schiff yang dihasilkan diuji toksisitasnya dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol (mol 1:1) dengan waktu penggerusan selama 105, 120, 135 menit.
2. Karakterisasi sifat fisik produk sintesis meliputi wujud, warna dan titik leleh.
3. Karakterisasi sifat kimia produk sintesis menggunakan larutan NaOH 2M.
4. Karakterisasi senyawa basa Schiff hasil sintesis menggunakan instrumen FTIR.
5. Karakterisasi senyawa basa Schiff hasil sintesis menggunakan instrumen KG-SM.
6. Uji toksisitas senyawa basa Schiff menggunakan metode BSLT.
7. Analisis data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan 2-aminotiazol (1:1) (Adawiyah, 2017)

Vanilin sebanyak 4 mmol (0,6146 gram) dan 2-aminotiazol 4 mmol (0,4128 gram) digerus selama 105, 120, 135 menit dengan mortar dan alu pada suhu ruang. Produk yang terbentuk dikeringkan dalam desikator hingga mencapai berat yang konstan.

3.5.2 Karakterisasi Sifat Fisik Senyawa Basa Schiff

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

3.5.3 Uji Sifat Kimia Basa Schiff dengan Larutan NaOH 2M

Senyawa basa Schiff sebanyak 0,003gram dilarutkan dalam 2 tabung reaksi yang masing-masing berisi 5 mL akuades dan Larutan NaOH 2 M. Perlakuan yang sama untuk senyawa vanilin sebagai pembanding kelarutan dalam akuades dan larutan NaOH 2 M.

3.5.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrometer FTIR (Adawiyah, 2017)

Identifikasi gugus fungsi senyawa produk diidentifikasi dengan spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000. Produk sintesis dicampur dengan KBr (2:98) lalu digerus dalam mortar agate sampai homogen. Selanjutnya campuran ditekan sampai terbentuk pelet, lalu pelet diletakkan pada *cell holder* dalam instrument FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000 – 400 cm⁻¹.

3.5.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM (Adawiyah, 2017)

Senyawa basa Schiff sebanyak 1 µL yang telah dilarutkan dengan pelarut kloroform dengan konsentrasi 30.000 ppm diinjeksikan menggunakan *syringe* ke dalam spektrometer GC-MS QP2010S SHIMADZU dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: Rtx Sil 5 MS
Panjang kolom	: 30 meter
Gas pembawa	: Helium
Temp. oven kolom	: 70°C
Temperatur injektor	: 300°C
Tekanan gas	: 19,0 KPa
Kecepatan aliran gas	: 3,5 mL/menit
Aliran total	: 30,9 mL/menit
Aliran kolom	: 0,55 mL/menit
Start m/z	: 28 m/z
End m/z	: 600 m/z

3.5.7 Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff

3.5.7.1 Penetasan Larva Udang *Artemia Salina Leach*

Penetasan larva udang *Artemia salina leach* dapat dilakukan dengan cara menimbang sebanyak 2,5 mg larva udang *Artemia salina leach*. Lalu dimasukkan ke dalam bejana penetasan yang telah berisi 250 mL air laut yang di aerasi. Bejana

penetasan dibagi menjadi dua bagian dengan diberi sekat pada bagian tengah, pada bagian terang diberikan lampu neon sedangkan pada bagian gelap ditutup menggunakan aluminium foil. Larva udang akan mengalami penetasan ± 48 jam dan larva yang sehat akan menuju bagian terang melalui sekat dikarenakan udang *Artemia salina leach* bersifat fototropik. Larva udang yang sudah bergerak menuju bagian terang dapat digunakan sebagai uji toksisitas menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

3.5.7.2 Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff (Jasmarullah, 2018; Millati 2016)

Uji toksisitas dilakukan pada senyawa basa Schiff dengan variasi konsentrasi yaitu 10, 15, 20, 25, 30 dan 35 ppm. Masing-masing konsentrasi dilakukan pengulangan sebanyak 5 kali. Pembuatan larutan stok dengan konsentrasi 500 ppm dari senyawa basa Schiff dapat dilakukan dengan cara ditimbang senyawa basa Schiff sebanyak 12,5 mg, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL lalu ditambah dengan pelarut kloroform sampai tanda batas dan dihomogenkan.

Larutan stok dengan konsentrasi 500 ppm di pipet sebanyak 200, 300, 400, 500, 600 dan 700 μL , lalu dimasukkan ke dalam gelas vial dan pelarutnya diuapkan sampai kering. Kemudian ditambahkan 2 mL air laut dan dimasukkan ke dalam gelas vial dan dihomogenkan. Setelah itu, dimasukkan setetes larutan ragi roti ke dalam gelas vial lalu dimasukkan 10 ekor larva udang *Artemia salina* (L.). Terakhir, ditambahkan air laut sampai volumenya menjadi 10 mL.

Pada penelitian ini terdapat dua kontrol yang digunakan, yaitu kontrol DMSO dan kontrol pelarut. Kontrol DMSO dibuat dengan cara dimasukkan 100 μL larutan dimetil sulfoksida (DMSO) dan setetes larutan ragi roti ke dalam gelas vial. Setelah itu, dimasukkan 10 ekor larva udang *Artemia salina leach*. Kemudian

ditambahkan air laut sampai volumenya menjadi 10 mL. Sedangkan itu, kontrol pelarut dengan konsentrasi 0 ppm dibuat dengan cara dimasukkan 100 µL larutan kloroform ke dalam gelas vial dan diuapkan pelarutnya sampai kering, lalu ditambahkan setetes larutan ragi roti. Setelah itu, dimasukkan 10 ekor larva udang *Artemia salina leach*. Kemudian ditambahkan air laut sampai volumenya menjadi 10 mL. Pengamatan uji toksisitas dilakukan dengan mengamati dan menghitung larva udang *Artemia salina leach*. yang mati dalam perlakuan setelah ± 24 jam. Larva udang *Artemia salina leach*. yang mati dalam perlakuan setelah ± 24 jam dapat dihitung menggunakan perhitungan % mortalitas yaitu sebagai berikut:

$$\% \text{ Mortalitas} = \frac{\text{jumlah larva udang yang mati}}{\text{jumlah larva udang yang diuji}} \times 100\% \dots\dots\dots (3.1)$$

Persen (%) mortalitas yang diperoleh dapat digunakan untuk menentukan nilai LC₅₀ dan dibandingkan dengan senyawa 2-aminotiazol.

3.5.8 Analisis Data

Analisis data dalam penelitian ini dilakukan dengan menghitung (%) hasil sintesis yang dilakukan selama 105, 120 dan 135 menit. Persen (%) hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan untuk memperoleh pengaruh waktu penggerusan terhadap sintesis senyawa basa Schiff. Pada karakterisasi menggunakan FTIR, senyawa target mempunyai serapan khas C=N yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang 1650-1500 cm⁻¹ (Ningsih dan Hanapi, 2018). Karakterisasi produk basa Schiff lebih lanjut dilakukan menggunakan GC-MS dan H-NMR, senyawa basa Schiff 4-metoksi-N- (piridin-4-ilmetilena)anilina mempunyai ion molekuler pada 212 m/z.

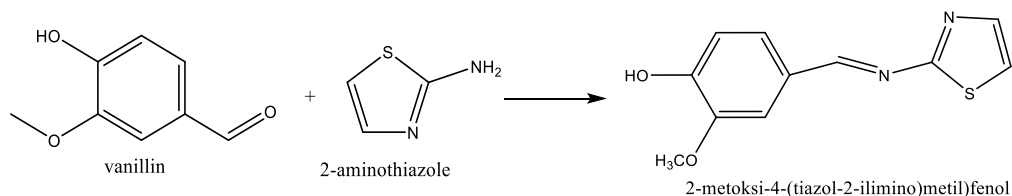
Penentuan nilai *Median Lethal Concentration* (LC_{50}) dapat diketahui menggunakan data dari nilai % mortalitas dan konsentrasi. Tingkat toksisitas senyawa basa Schiff terhadap larva udang *Artemia salina leach*. dapat diketahui berdasarkan nilai LC_{50} yang diperoleh menggunakan analisis probit pada program MINITAB 19 dengan tingkat kepercayaan sebesar 95%. Nilai LC_{50} senyawa basa Schiff kemudian dibandingkan dengan nilai LC_{50} senyawa pembanding dengan perlakuan yang sama.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Sintesis senyawa basa Schiff dilakukan dengan menggunakan vanilin dan 2-aminotiazol sebagai reaktan. 2-aminotiazol merupakan senyawa amina primer yang memiliki gugus $-NH_2$, sedangkan vanilin merupakan senyawa aldehida dengan gugus $C=O$. Reaksi antara senyawa 2-aminotiazol dan vanilin akan menghasilkan suatu senyawa baru yang mempunyai gugus $C=N$ (imina) sebagai ciri khas terbentuknya basa Schiff (Ahmad dkk., 2020). Persamaan reaksi antara 2-aminotiazol dan vanilin ditunjukkan pada Gambar 4.1.

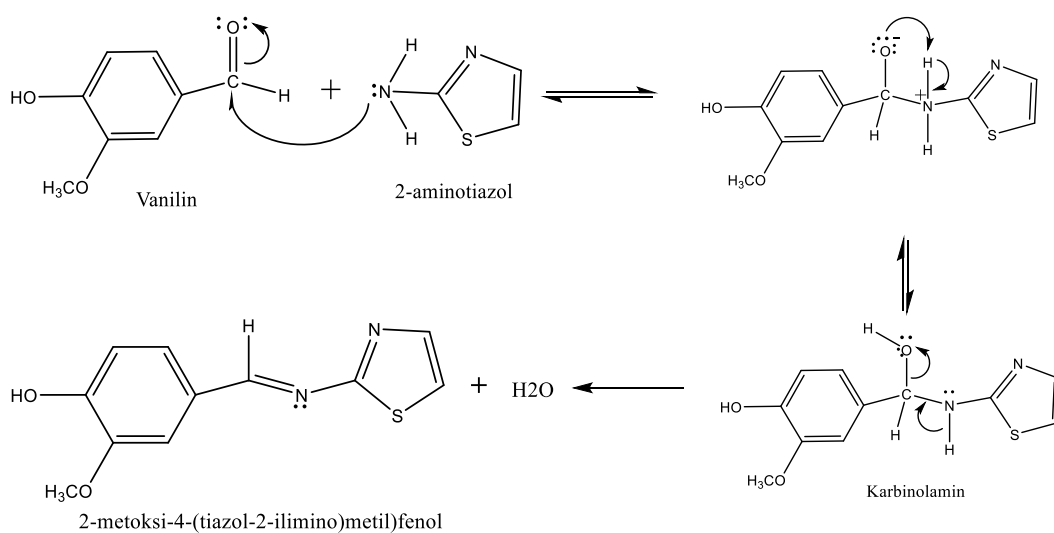


Gambar 4. 1 Persamaan reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Sintesis senyawa basa Schiff dari 2-aminotiazol dan vanilin dilakukan menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu 105, 120, 135 menit. Variasi waktu tersebut digunakan untuk mengetahui pengaruh waktu penggerusan terhadap rendemen hasil sintesis senyawa basa Schiff. Pada saat proses penggerusan terbentuk energi panas, energi panas yang dihasilkan dapat menyebabkan tercapainya energi aktivasi dalam reaksi, sehingga menjadi pendorong terbentuknya produk basa Schiff (Sana dkk., 2012).

Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol terdiri dari dua tahapan reaksi. Pertama, pasangan elektron

bebas nitrogen (NH_2) pada senyawa 2-aminotiazol yang bertindak sebagai nukleofil menyerang atom karbon C ($\text{C}=\text{O}$) pada senyawa vanilin. Tahapan berikutnya, atom oksigen menerima transfer proton dari atom nitrogen membentuk senyawa intermediet karbinolamin yang netral dan melepas molekul air secara spontan. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol merupakan senyawa aromatik yang sangat stabil, sehingga intermediet karbonilamin mudah melepaskan molekul air (H_2O) (Surur, 2019). Dugaan mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Mekanisme pembentukan senyawa basa schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol (Nafiah, 2020)

Produk yang terbentuk dianalisis sifatnya berupa wujud, warna, rendemen, titik leleh dan massanya. Hasil pengamatan sifat fisik senyawa basa Schiff dengan variasi waktu ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Berdasarkan Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa produk hasil sintesis mempunyai karakteristik yang berbeda jika dibandingkan dengan reaktan, 2-

aminotiazol merupakan padatan berwarna coklat, sedangkan vanilin berupa padatan berwarna putih. Ketiga produk hasil sintesis memiliki karakteristik yang sama yaitu berupa padatan berwarna kuning. Perbedaan karakteristik fisik tersebut merupakan salah satu indikasi terbentuknya senyawa baru yakni basa Schiff dalam produk sintesis.

Tabel 4. 1 Hasil Pengamatan Fisik Reaktan dan Senyawa Produk Basa Schiff

Pegamatan	R1	R2	P1	P2	P3
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Putih	Cokelat	Kuning	Kuning	Kuning
Rendemen (%)	-	-	99,22%	99,75%	99,38%
Titik leleh (°C)	81-83	91-93	121-123	123-125	122-124
Massa (gram)	0,6146	0,4128	0,9298	0,9341	0,9302

Keterangan:

R1 : Reaktan vanilin

R2 : Reaktan 2-aminotiazol

P1 : Produk variasi waktu penggerusan 105 menit

P2 : Produk variasi waktu penggerusan 120 menit

P3 : Produk variasi waktu penggerusan 135 menit

Terbentuknya senyawa baru dari hasil sintesis yaitu basa Schiff diperkuat dengan adanya perbedaan titik leleh antara ketiga produk hasil sintesis dengan reaktan 2-aminotiazol dan vanilin. Senyawa 2-aminotiazol memiliki titik leleh sebesar 91-93°C dan vanilin sebesar 81-83°C, sedangkan titik leleh ketiga produk hasil sintesis yaitu 121-123°C, 123-125°C, 122-124°C. Berdasarkan Tabel 4.1 dapat diketahui bahwasannya sintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu 105, 120, 135 menit tidak berpengaruh signifikan terhadap rendemen yang dihasilkan. Hal tersebut dikarenakan rendemen yang dihasilkan dari ketiga produk adalah di atas 99%. Hasil optimum sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol ditunjukkan pada

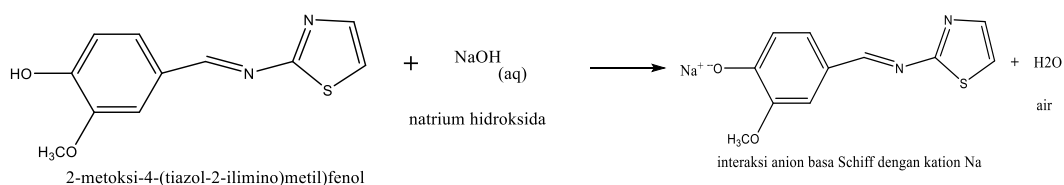
produk hasil sintesis dengan variasi waktu 120 menit dengan hasil rendemen 99,75%. Produk variasi waktu 120 memiliki rendemen yang lebih besar jika dibandingkan dengan variasi waktu 105, dan 135 menit yaitu 99,22% dan 99,38%.

Selain pengamatan secara fisik, dilakukan juga uji kelarutan terhadap senyawa produk. Hasil uji kelarutan dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Uji Kelarutan.

No	Pelarut	Warna yang Terbentuk	Tingkat kelarutan
1.	NaOH 0,5M	Cokelat bening	Larut sempurna
2.	Aquades	Kuning jernih	Larut Sebagian

Kelarutan senyawa produk dalam larutan NaOH berkaitan dengan reaksi asam basa antara molekul produk dengan NaOH. Pada senyawa produk terdapat gugus fenolat dalam strukturnya yang berkarakter asam. Proses pelepasan ion hidrogen dari gugus fenolat akan lebih mudah dengan adanya ion OH^- yang berasal dari NaOH. Anion basa Schiff (hasil pelepasan ion hidrogen) yang terbentuk, kemudian akan berikatan dengan Na^+ membentuk garam natrium. Adanya pembentukan garam ini menjadikan senyawa tersebut larut sempurna dalam air karena adanya interaksi elektrostatis. Adapun reaksi asam basa yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Reaksi asam basa antara senyawa produk dengan NaOH

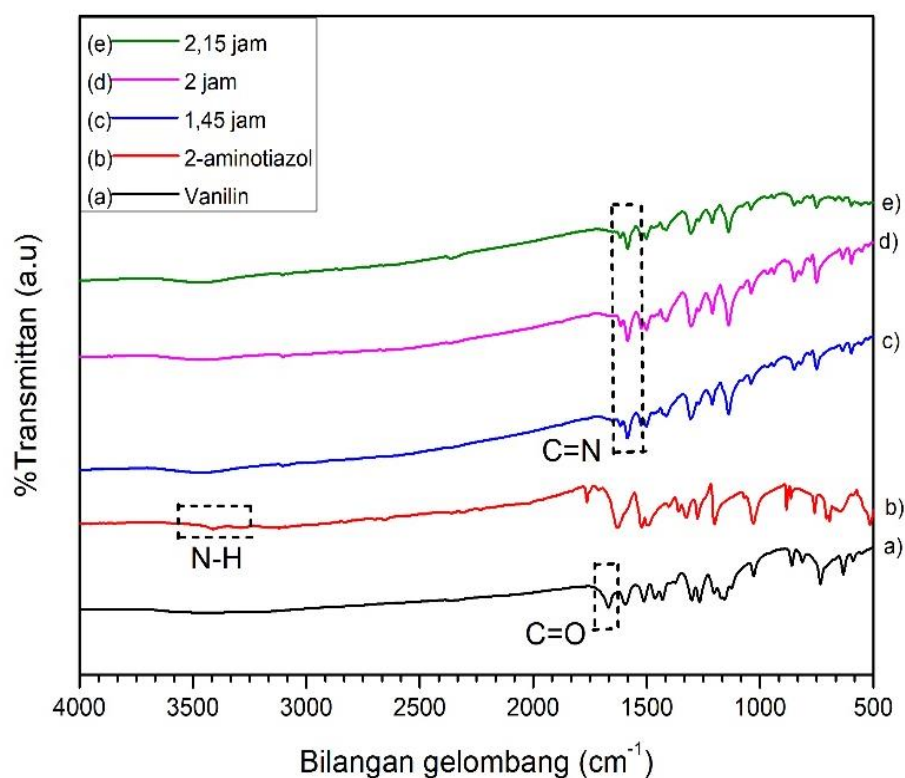
4.2 Karakterisasi Basa Schiff Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan Spektrofotometer FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi senyawa 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol. Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan analisis FTIR ini dilakukan untuk memastikan bahwasanya senyawa yang dihasilkan adalah basa Schiff yang dilakukan dengan cara membandingkan hasil spektrum senyawa produk dengan kedua reaktan. Hasil spektra FTIR dari reaktan dan produk sintesis ditampilkan pada Gambar 4.4.

Berdasarkan Gambar 4.4 spektra IR dari produk hasil sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol memiliki serapan gugus fungsi yang berbeda jika dibandingkan dengan kedua reaktan. Senyawa basa Schiff memiliki serapan gugus fungsi C=N yang kuat dan tajam serta khas pada bilangan gelombang 1645-1605 cm^{-1} (Socrates dkk., 2001). Perbandingan serapan gugus fungsi antara reaktan dan produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Perbandingan Serapan Gugus Fungsi Antara Reaktan dan Produk Sintesis.

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})		
	2-aminotiazol	Vanilin	Basa Schiff
-C=N-stretching	-	-	1613
-C=O	-	1668	-
-N-H	3411	-	-
OH-Stretching	-	326	-



Gambar 4.4 Spektra IR vanilin, 2-aminotiazol serta produk sintesis senyawa basa Schiff

Tabel 4.3 menunjukkan bahwasanya produk sintesis basa Schiff memiliki serapan gugus fungsi C=N yang kuat dan tajam pada daerah bilangan gelombang 1613 cm^{-1} , sedangkan pada reaktan 2-aminotiazol dan vanilin memiliki serapan gugus fungsi yang khas pada senyawa aldehida dan amina primer yaitu pada bilangan gelombang 3411 cm^{-1} dan 1712 cm^{-1} . Menghilangnya serapan gugus fungsi C=O serta gugus fungsi N-H sebagai ciri khas senyawa aldehida dan amina primer pada spektra produk, mengidentifikasi terbentuknya senyawa baru basa Schiff yang mengandung gugus fungsi amina (C=N). Serapan gugus fungsi yang lain pada senyawa produk ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Serapan Gugus Fungsi Senyawa Produk Basa Schiff

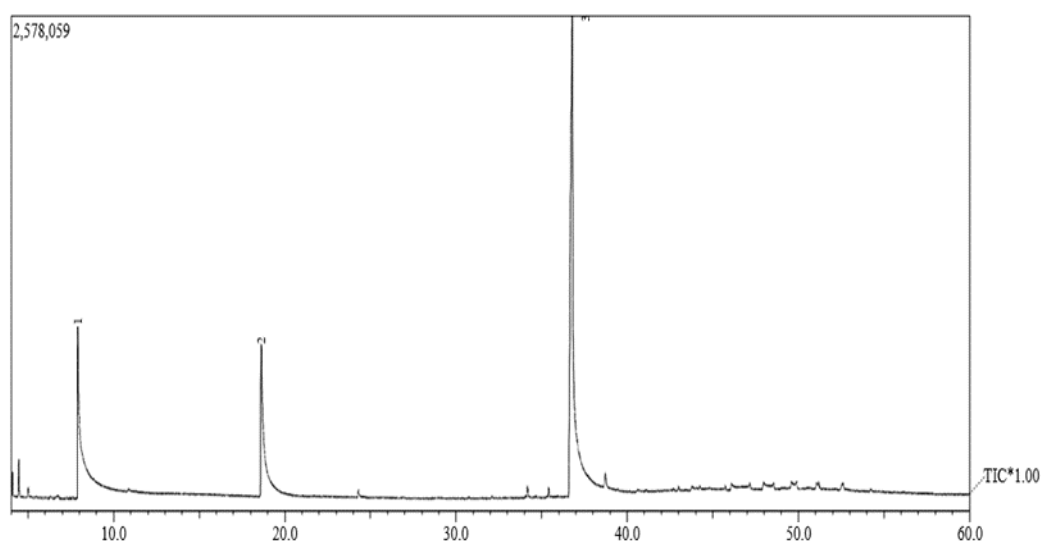
Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})			Literatur (cm^{-1})
	P1	P2	P3	
$\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H stretching}$ aromatic	3104	3104	3104	3105-3000
$\text{C}_{\text{sp}3}\text{-H stretching}$ alifatik	2848	2848	2848	2840-2950
-C=N- stretching	1614	1613	1615	1645-1605
C=C aromatic	1583	1583	1584	1590-1575
C-N stretching	1305	1305	1305	1350-1200
C-O-C asimetric	1210	1210	1210	1270-1060
C-O stretching	1138	1138	1139	1200-1185
$\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H bending}$ aromatic	849	849	849	860-780

Sumber: Socrates dkk., 2001

Berdasarkan Tabel 4.4 pada karakterisasi spektra FTIR senyawa produk sintesis dapat diketahui bahwasannya serapan gugus fungsi $\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H stretching}$ aromatik muncul pada bilangan gelombang 3104 cm^{-1} dengan intensitas medium, untuk serapan gugus fungsi $\text{C}_{\text{sp}3}\text{-H stretching}$ alifatik muncul pada bilangan gelombang 2848 cm^{-1} , serta serapan gugus fungsi C=N stretching muncul pada bilangan gelombang 1613 cm^{-1} . Munculnya serapan gugus fungsi C=C aromatic yang memiliki bentuk serapan tajam dengan intensitas yang kuat dapat dilihat pada bilangan gelombang 1583 cm^{-1} , sedangkan serapan gugus fungsi $\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H bending}$ aromatik dengan intensitas lemah berada di daerah 849 cm^{-1} . Adanya gugus metoksi pada produk sintesis juga dapat diketahui dengan munculnya serapan C-O-C asimetrik yang memiliki bentuk serapan tajam dengan intensitas yang kuat pada daerah bilangan gelombang 1210 cm^{-1} .

4.3 Karakterisasi Basa Schiff 120 Menit (Produk 2) Menggunakan GC-MS

Karakterisasi produk sintesis dengan menggunakan GC-MS berfungsi untuk mengetahui jumlah senyawa dan berat molekul senyawa dalam produk. Jumlah senyawa dilihat dari banyaknya puncak GC, sedangkan berat molekul dilihat dari nilai m/z ion molekularnya pada spektra massa. Struktur senyawa dapat ditentukan berdasarkan pola fragmentasi dari spektra massa yang dihasilkan. Hasil kromatogram senyawa basa Schiff ditunjukkan pada Gambar 4.5. Hasil karakterisasi senyawa basa Schiff ditunjukkan pada Tabel 4.5.



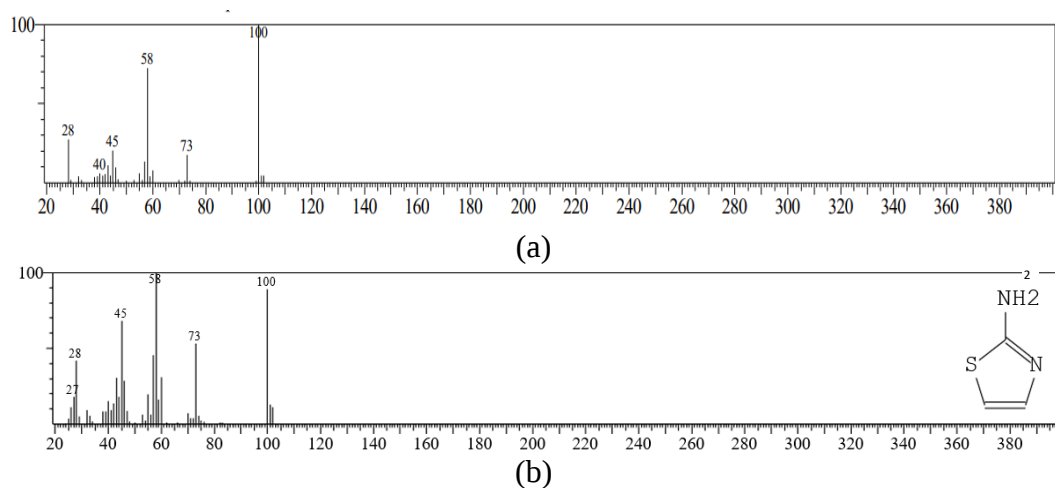
Gambar 4.5 Hasil kromatogram produk sintesis

Tabel 4.1 Hasil Karakterisasi KG-SM Senyawa Basa Schiff 120 Menit (Produk 2)

Senyawa	Hasil KG-SM		
	Waktu retensi (menit)	% Area	Ion molekul (m/z)
Produk	36,789	67,57	234
2-aminotiazol	7,890	15,51	100
Vanilin	18,630	16,92	152

Berdasarkan Gambar 4.5 hasil kromatogram produk hasil karakterisasi terlihat beberapa puncak berdasarkan waktu retensi dan luas area yang dihasilkan. Hal ini menunjukkan bahwa pada produk hasil sintesis senyawa basa Schiff terkandung tiga senyawa di dalamnya. Puncak pertama diduga merupakan reaktan 2-aminotiazol, puncak kedua berupa reaktan vanilin, dan puncak ketiga berupa senyawa basa Schiff dengan waktu retensi yang dihasilkan berturut-turut 7,890 menit, 18,630 menit, dan 36,789 menit. Hasil tersebut didasarkan pada perbedaan titik didih dan kepolaran yang dimiliki oleh ketiga senyawa. Untuk memastikan senyawa baru sudah terbentuk maka dilakukan analisis lanjutan menggunakan SM (Spektroskopi Massa) untuk mengidentifikasi struktur kimia senyawa baru.

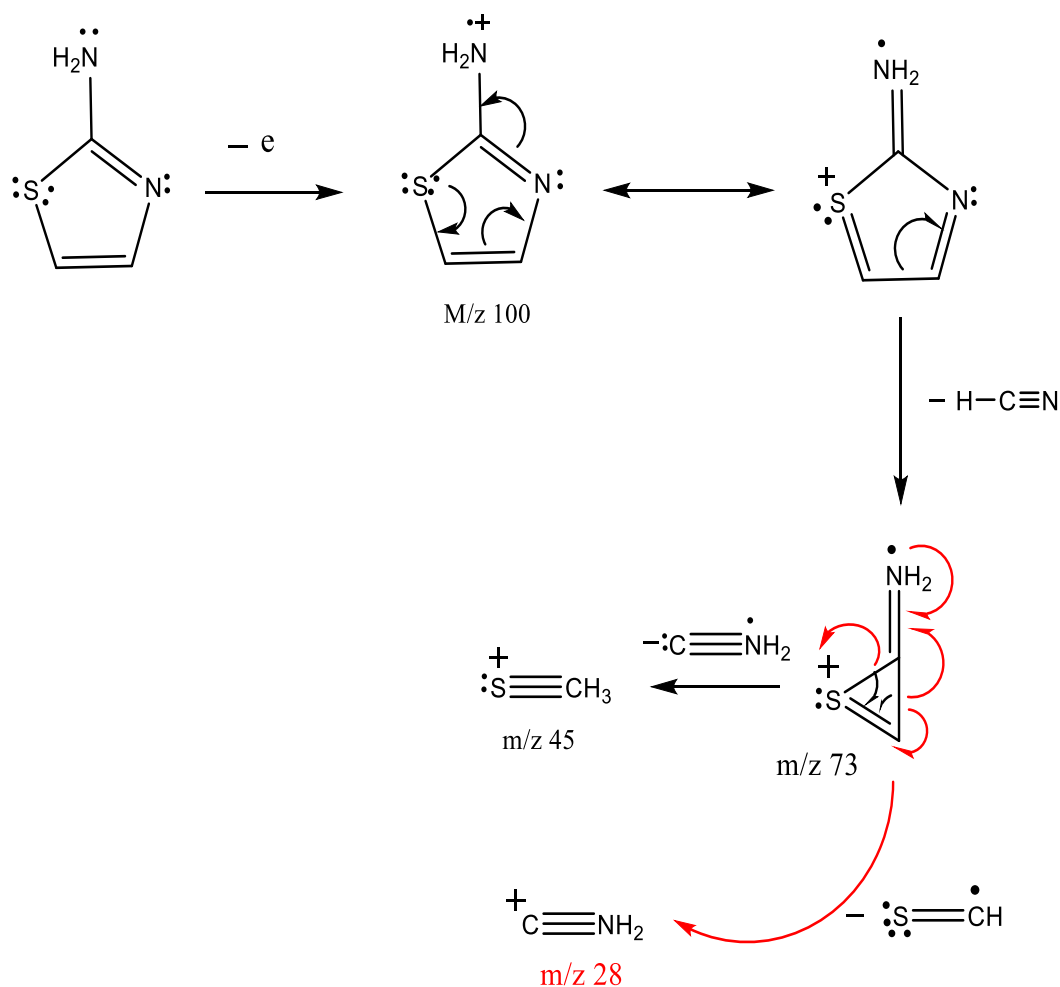
Puncak pertama yang muncul berupa sisa reaktan yang tidak bereaksi secara sempurna. Puncak tersebut memiliki waktu retensi sebesar 7,890 menit yang diduga merupakan reaktan 2-aminotiazol dengan didapatkan kemurnian sebesar 15,51%. Untuk memastikan bahwa puncak tersebut merupakan sisa reaktan 2-aminotiazol maka dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan spektroskopi massa. Spektra massa dari reaktan 2-aminotiazol ditunjukkan pada Gambar 4.6.



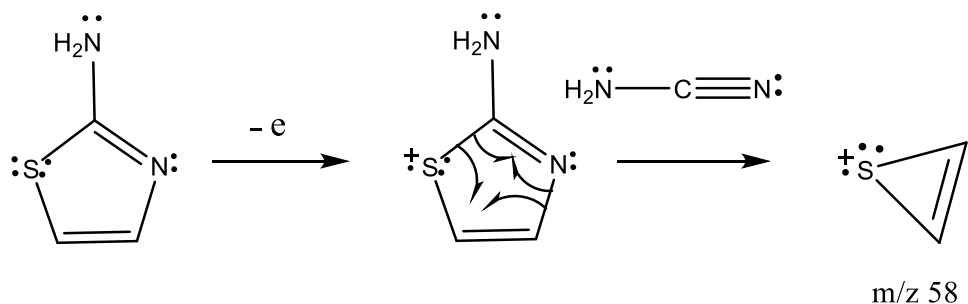
Gambar 4.6 a. Spektra massa reaktan 2-aminotiazol

b. Spektra massa library 2-aminotiazol

Hasil spektra pada Gambar 4.6 menunjukkan bahwa reaktan memiliki nilai ion molekuler (m/z) sebesar 100 hal ini sesuai dengan berat molekul senyawa 2-aminotiazol secara teoritis. Pada spektra massa reaktan 2-aminotiazol terlihat *base peak* yang berada pada (m/z) 100. Puncak yang menjadi *base peak* merupakan puncak dengan fragmen yang memiliki kelimpahan tertinggi dan kestabilan tertinggi di antara fragmen-fragmen yang terbentuk. Selain peak tersebut juga terdapat *peak* lain yang memiliki kelimpahan tertinggi seperti 73, 58, 45, dan 28. Perkiraan pola fragmentasi dari reaktan 2-aminotiazol ditunjukkan pada Gambar 4.7.

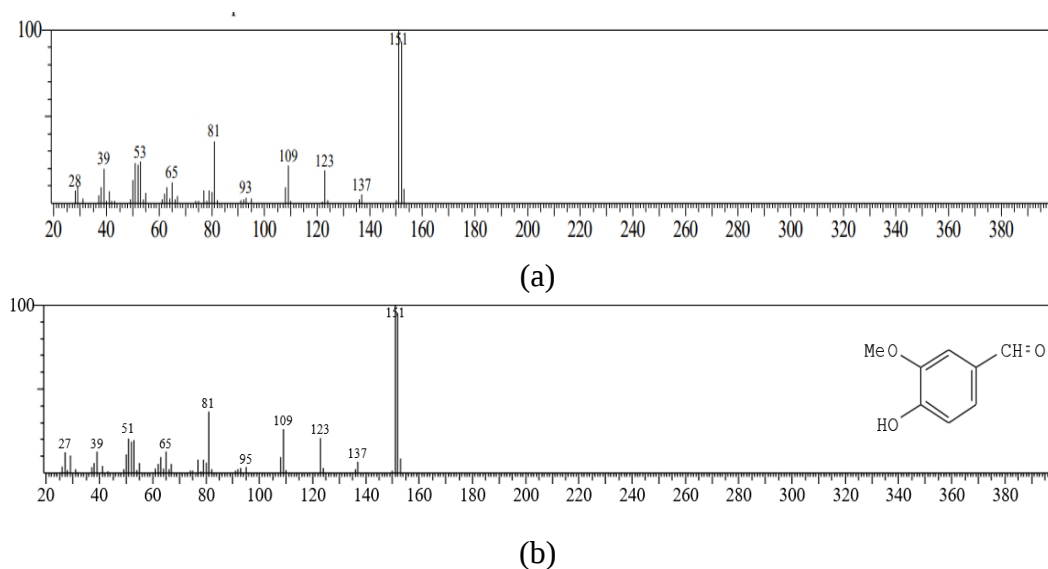


Pola fragmentasi lain:



Gambar 4.7 Pola fragmentasi reaktan 2-aminotiazol

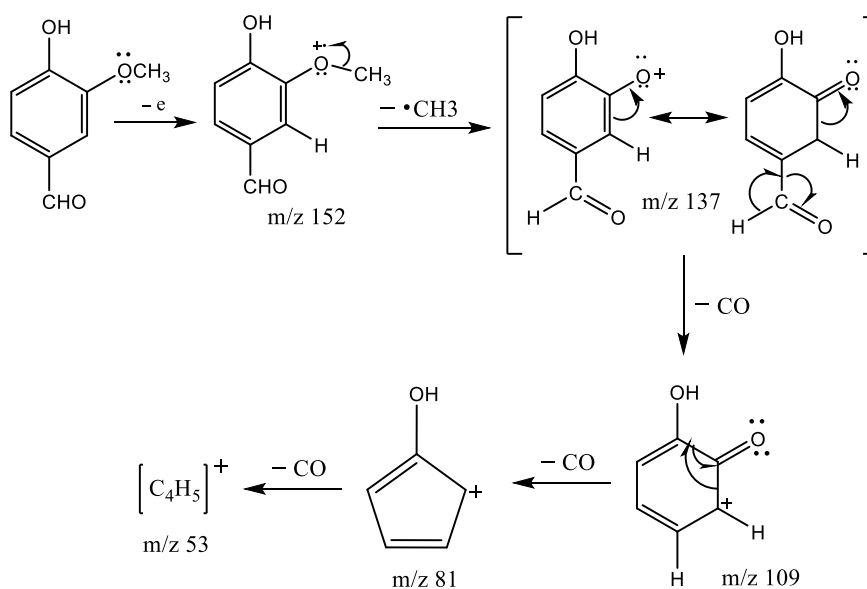
Puncak kedua yang muncul berupa sisa reaktan yang tidak bereaksi secara sempurna. Puncak tersebut memiliki waktu retensi sebesar 18,630 menit yang diduga merupakan reaktan berupa vanilin dengan didapatkan kemurnian sebesar 16,92%. Untuk memastikan bahwa puncak tersebut merupakan sisa reaktan vanilin maka dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan Spektroskopi massa. Spektra massa dari reaktan vanilin ditunjukkan pada Gambar 4.8.



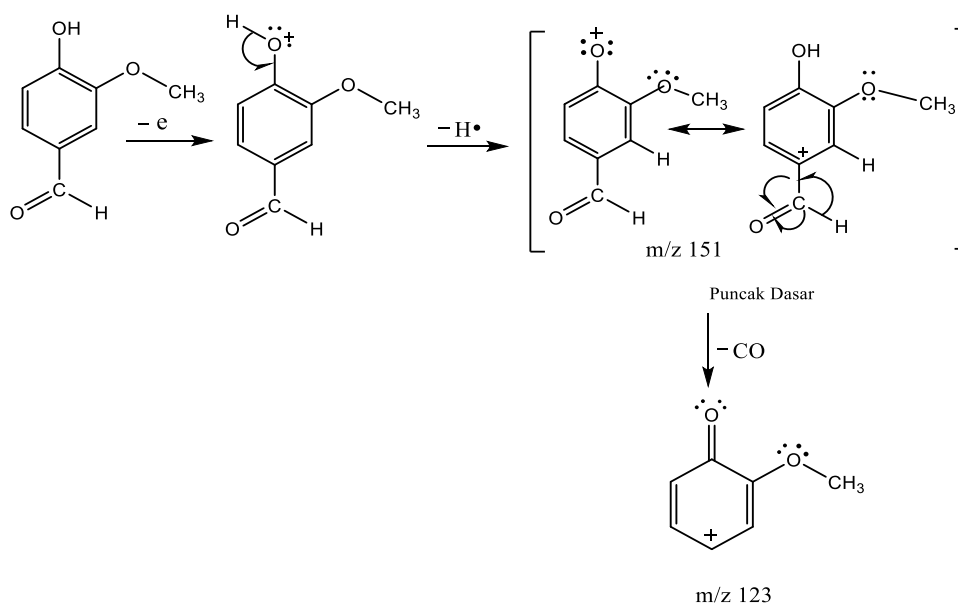
Gambar 4.8 a. Spektra massa reaktan vanilin

b. Spektra massa library vanilin

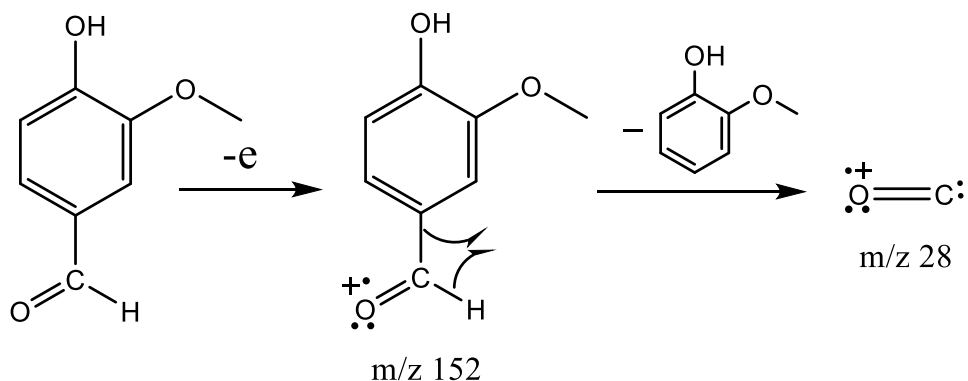
Hasil spektra pada Gambar 4.8 menunjukkan bahwa reaktan memiliki nilai ion molekuler (m/z) sebesar 151 hal ini sesuai dengan berat molekul senyawa vanilin secara teoritis. Pada spektra di atas terlihat *base peak* yang berada pada (m/z) 152. Selain peak tersebut juga terdapat peak lain yang memiliki kelimpahan tertinggi seperti 137, 123, 109, 81, 53, dan 28. Perkiraan pola fragmentasi dari reaktan vanilin yang mungkin ditunjukkan Gambar 4.9.



Pola fragmentasi lain:

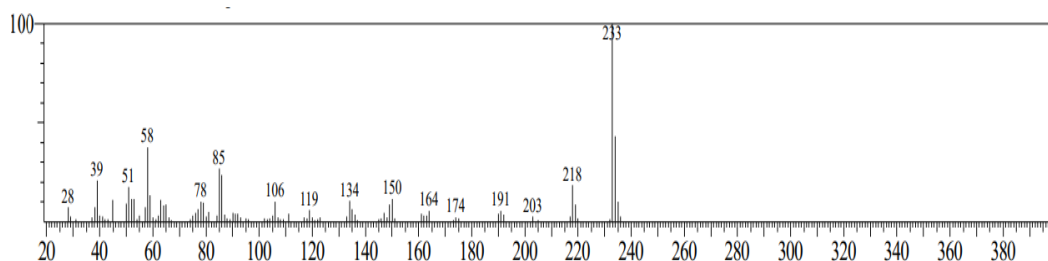


Pola fragmetasi lain



Gambar 4.9 Pola Fragmentasi reaktan vanilin

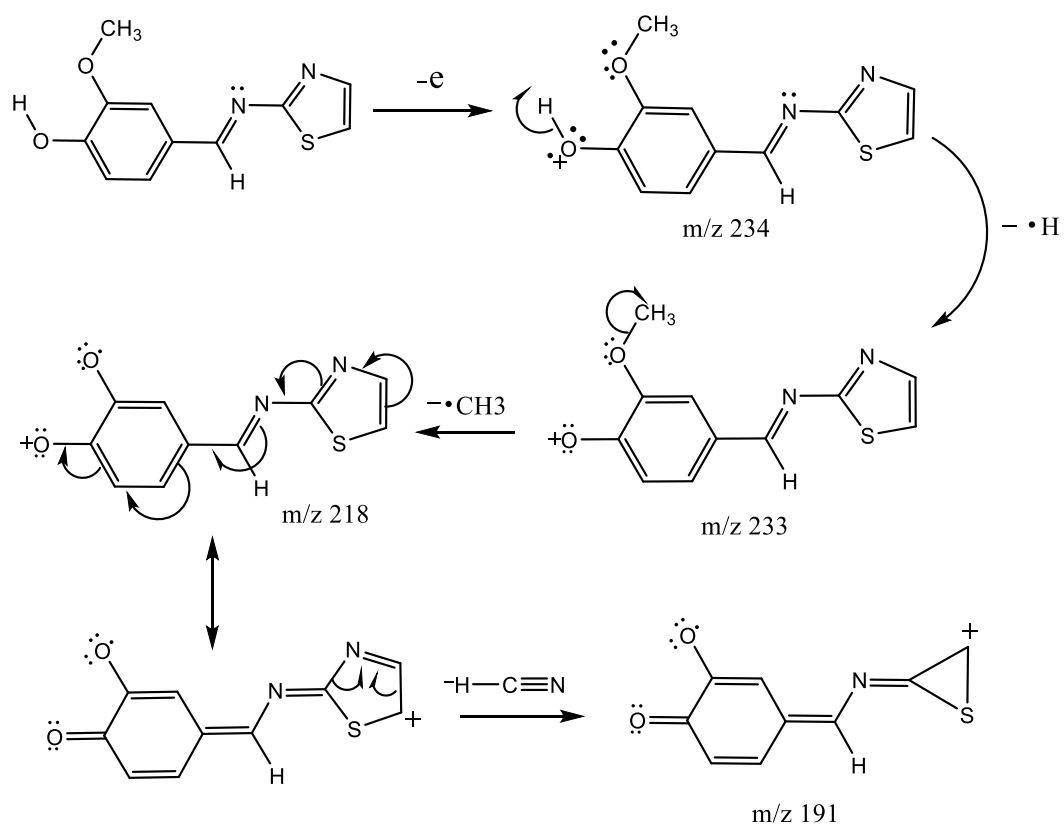
Puncak ketiga diduga merupakan senyawa produk hasil sintesis yang memiliki waktu retensi sebesar 36,789 menit dan kemurnian sebesar 67,57%. Hal ini dikarenakan terdapat sisa reaktan yang tidak bereaksi secara sempurna sehingga mempengaruhi persen kemurnian senyawa baru. Senyawa produk hasil sintesis diduga memiliki titik didih yang lebih tinggi dibandingkan kedua reaktan. Titik didih yang tinggi tersebut dikarenakan senyawa produk hasil sintesis memiliki struktur yang lebih panjang, di mana semakin panjang rantai karbon maka semakin tinggi pula titik didih yang dihasilkan. Sehingga waktu retensi yang dihasilkan juga tinggi. Spektra massa produk hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.10.



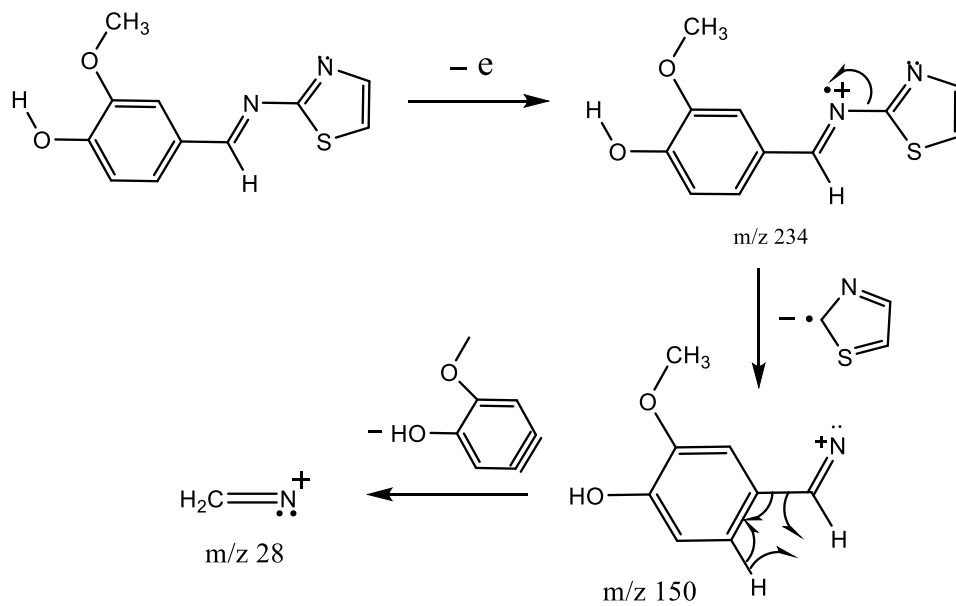
Gambar 4.10 Spektra massa senyawa produk hasil sintesis

Berdasarkan hasil spektra pada Gambar 4.10 menunjukkan bahwa puncak ketujuh diduga merupakan produk hasil sintesis yang memiliki nilai ion molekuler

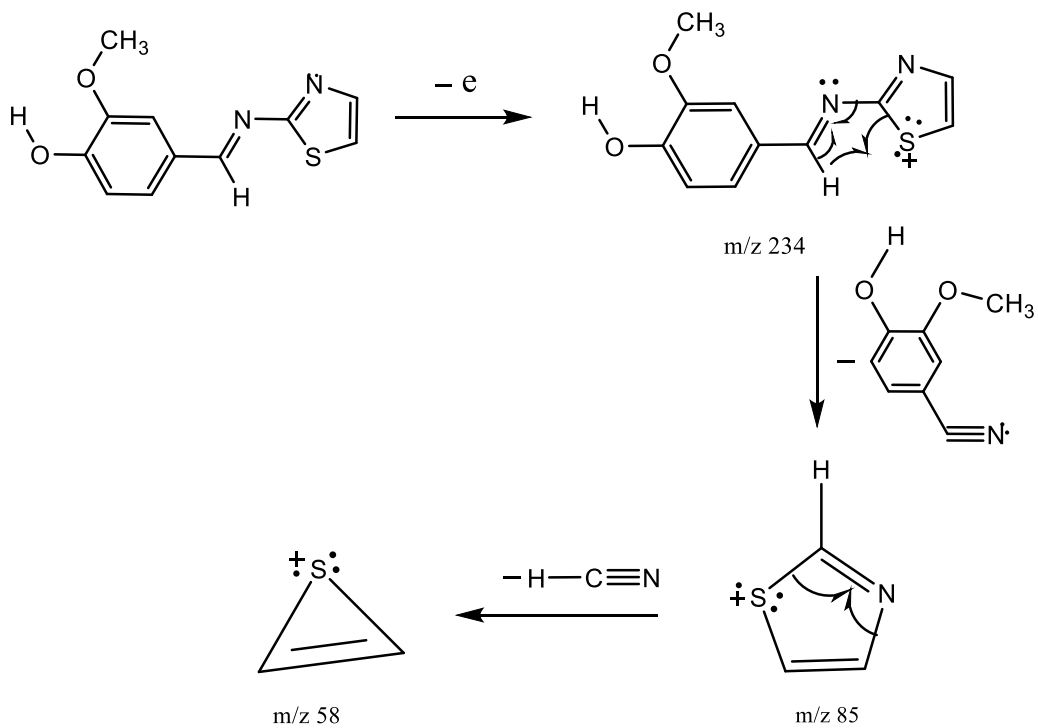
(m/z) sebesar 234 hal ini sesuai dengan berat molekul senyawa baru 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol secara teoritis. Pada spektra di atas terlihat *base peak* yang berada pada (m/z) 234. Selain *peak* tersebut juga terdapat *peak* lain yang memiliki kelimpahan tinggi seperti 233, 218, 191, 150, 85, 58, dan 28. Pola fragmentasi yang mungkin dari produk hasil sintesis ditunjukkan Gambar 4.11.



Pola fragmentasi lain:



Pola fragmentasi lain:



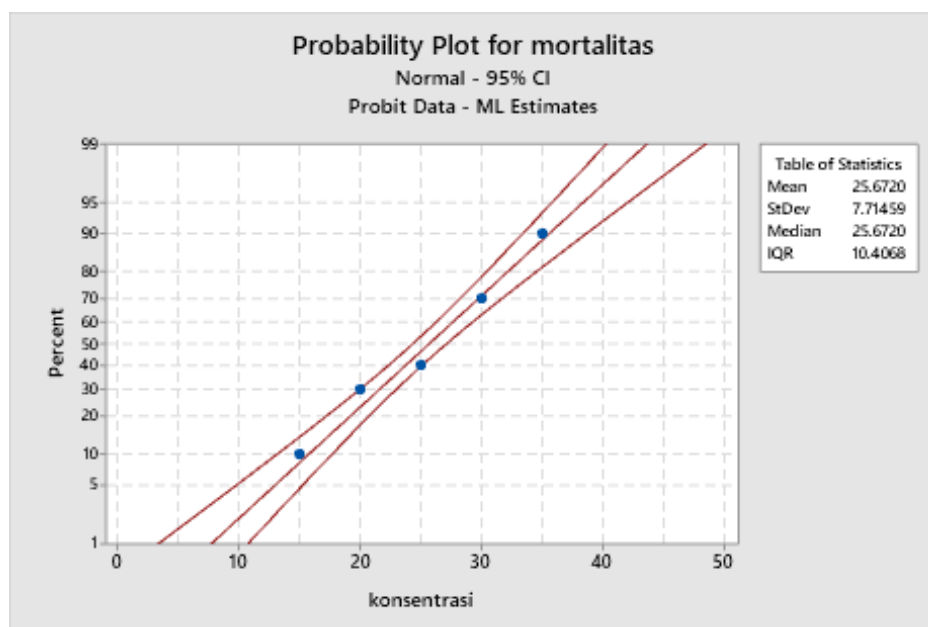
Gambar 4.11 Pola fragmentasi produk hasil sintesis

4.4 Uji Toksisitas

Uji toksisitas senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dilakukan dengan menggunakan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*). Metode ini merupakan metode awal untuk skrinning berbagai bioaktivitas dari suatu sampel dengan menggunakan larva udang sebagai hewan uji coba. Metode ini bertujuan untuk mengetahui sifat toksik senyawa yang ditandai dengan kematian larva udang. Menurut Salusu dkk. (2019), parameter yang digunakan dalam metode BSLT ini yaitu didasarkan pada jumlah larva udang *Artemia salina* L yang mati setelah 24 jam dalam suatu larutan uji. Hasil uji toksisitas senyawa basa Schiff dinyatakan dengan nilai LC_{50} (*Median Letal Concentration*). LC_{50} merupakan suatu jumlah konsentrasi optimum di mana organisme dalam suatu perlakuan dapat terbunuh sebanyak 50%. Nilai LC_{50} dapat diperoleh melalui metode *probit analysis* menggunakan data yang dianalisis melalui komputer.

Uji toksisitas senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dilakukan dengan variasi konsentrasi 10, 15, 20, 25, 30, 35 ppm. Perbedaan variasi konsentrasi tersebut dilakukan untuk mengetahui korelasi atau hubungan pengaruh konsentrasi terhadap kematian 50% larva udang *Artemia salina* L. atau disebut dengan % mortalitas yang disebabkan akibat adanya senyawa basa Schiff yang terlarut dalam air laut. Proses uji toksisitas ini membutuhkan adanya uji kontrol, hal tersebut dikarenakan untuk mengetahui indikasi adanya pengaruh senyawa selain basa Schiff terhadap kematian larva udang *Artemia salina* L. sehingga dapat dipastikan bahwa kematian larva udang *Artemia salina* L hanya disebabkan oleh senyawa basa Schiff.

Hasil uji toksisitas senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol ditunjukkan pada lampiran 5.1 (hasil uji toksisitas senyawa basa Schiff). Sedangkan hasil analisis probit senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Kurva analisa probit senyawa basa Schiff

Gambar 4.10 menunjukkan plot uji distribusi suatu data. Sebaran distribusi suatu data dapat dikatakan normal apabila data tersebut berada pada titik yang mengikuti garis lurus. Oleh karena itu, berdasarkan plot uji distribusi dapat diketahui bahwasanya data konsentrasi pada penelitian ini merupakan sebaran distribusi normal. Selain plot probabilitas, Gambar 4.10 menunjukkan pula nilai rata rata (*mean*) sebesar 25,67 ppm, standar deviasi sebesar 7,71 ppm, nilai tengah (*median*) sebesar 25,67 ppm, serta nilai interkuartil (selisih antara Q3 dan Q1) sebesar 10,40 ppm. Berdasarkan Lampiran 5.1 dapat ditunjukkan bahwasanya terdapat hubungan (korelasi) linear antara konsentrasi dengan jumlah kematian (mortalitas) larva udang *Artemia salina* L., hal tersebut berdasarkan hasil tabel

korelasi di mana nilai p -value pada uji tabel regresi menunjukkan nilai p -value $(0.000) < \alpha (0.05)$, sehingga mengindikasikan bahwasannya konsentrasi memiliki pengaruh yang signifikan terhadap mati atau tidaknya larva udang *Artemia Salina* L.

Pada gambar 4.10 kurva analisis probit, terdapat tiga (3) garis yaitu *lower line*, *percentile line*, serta *upper line*. *Lower line* merupakan garis batas bawah yang menunjukkan konsentrasi terendah pada setiap persentase mortalitas. *Percentile line* merupakan garis normal yang berada di tengah-tengah kurva analisa probit yang menunjukkan keberadaan ada atau tidak adanya hubungan antara konsentrasi dengan persentase mortalitas. Sedangkan itu, *upper line* merupakan garis batas atas yang menunjukkan konsentrasi teratas pada setiap persentase mortalitas. Hubungan linearitas antara konsentrasi dengan jumlah kematian (mortalitas) larva udang *Artemia Salina* L. ditampilkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4. 2 Hubungan Konsentrasi Dengan Persen Mortalitas

Konsentrasi (ppm)	% Mortalitas
0	0
10	0
15	10
20	30
25	40
30	70
35	90

Tabel 4.6 menunjukkan bahwasanya konsentrasi larutan sampel berbanding lurus dengan % mortalitas larva udang *Artemia Salina* L. Berdasarkan hasil *probit analysis* menggunakan *software* minitab 19 di mana taraf kepercayaannya sebesar

95% pada Gambar 4.10, nilai LC_{50} (*Median Lethal Concentration*) senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol diambil dari nilai median (*persentile* 50) yaitu sebesar 25,67 ppm. Hal tersebut dapat berarti bahwasanya senyawa basa Schiff dengan konsentrasi sebanyak 25,67 ppm dapat membunuh 50% organisme uji, dalam hal ini larva udang *Artemia salina* L.

Menurut Hamidi dkk. (2014), penggolongan toksisitas berdasarkan nilai LC_{50} dibagi menjadi 4 macam, yaitu $LC_{50} > 1000$ ppm (non-toksik), $LC_{50} \geq 1000-500$ ppm (toksik tingkat rendah), $LC_{50} \geq 500-100$ (toksik tingkat medium) serta $LC_{50} 100-0$ ppm (sangat toksik). Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol memiliki nilai LC_{50} sebesar 25,67 ppm ($LC_{50} \leq 100-30$ ppm), sehingga dapat diasumsikan bahwasanya produk senyawa basa Schiff hasil reaksi antara vanilin dan 2-aminotiazol memiliki toksisitas yang tinggi sehingga berpotensi sebagai anti kanker (Shokrollahi dkk., 2019), pestisida dan anti bakteri (Rosyidah dkk., 2020). Perbandingan nilai LC_{50} (*Median Lethal Concentration*) antara produk dengan reaktan ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4. 7 Nilai LC_{50} Antara Produk dan Reaktan

Sampel	LC_{50} (ppm)
2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol	25,67
2-aminotiazol	21,37

Berdasarkan Tabel 4.7 dapat dilihat bahwasanya senyawa reaktan 2-aminotiazol lebih bersifat toksik daripada senyawa uji basa Schiff. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol memiliki nilai LC_{50} sebesar 25,67 ppm, sedangkan senyawa pembanding yaitu reaktan 2-aminotiazol memiliki nilai LC_{50} sebesar 21,37 ppm. Jika melihat dari nilai LC_{50} senyawa basa Schiff memiliki

aktivitas sebagai antimikroba sebagaimana yang dijelaskan oleh Meyer dkk., (1982) senyawa dengan nilai LC_{50} 30-1000 ppm memiliki aktivitas sebagai antimikroba.

4.5 Tinjauan Sintesis Senyawa Basa Schiff dalam Perfektif Islam

Alam semesta merupakan salah satu karunia tuhan yang paling indah bagi seluruh makhluk hidup. Oleh karena itu, manusia yang bertindak sebagai khalifah di muka bumi ini memiliki amanat untuk mempertanggungjawabkan hal tersebut dalam mengelola dan memanfaatkan sumber daya alam serta wajib ikut andil dalam menjaga lingkungan sekitar dalam konteks apapun. Allah SWT berfirman dalam surah Al-Ahzâb ayat 72:

إِنَّا عَرَضْنَا الْأَمَانَةَ عَلَى السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَالْجِبَالِ فَأَبَيْنَ أَنْ يَحْمِلْنَهَا وَأَشْفَقْنَ مِنْهَا وَحَمَلَهَا الْإِنْسَانُ إِنَّهُ كَانَ ظَلُومًا جَهُولًا

Artinya:

“Sesungguhnya Kami telah mengemukakan amanat kepada langit, bumi dan gunung-gunung, maka semuanya enggan untuk memikul amanat itu dan mereka khawatir akan mengkhianatinya, dan dipikullah amanat itu oleh manusia. Sesungguhnya manusia itu amat zalim dan amat bodoh”

Kata (aradhnâ) berasal dari kata (aradha) yang mempunyai arti memaparkan sesuatu terhadap pihak lain agar pihak tersebut dapat memilih untuk menerima hal tersebut ataupun menolaknya, sehingga penawaran tersebut tidak bersifat memaksa. Sedangkan kata al-âmanah menurut Ibn ‘Âsyûr dalam arti yang hakiki yaitu menyerahkan sesuatu kepada seseorang (manusia) agar dipelihara dan dilaksanakan sebaik mungkin sehingga bentuk kesia-siaan terhadap amanat tersebut harus dihindari, baik kesia-siaan secara sengaja (Dzalūman) ataupun karena lengah dan lupa (jahūlan) (Shihab, 2002). Oleh karena itu, sebagai hambaNya yang dipercayakan amanat untuk mengelola sumber daya alam oleh Allah SWT, manusia harus melestarikan lingkungan baik dari pencemaran serta perusakan lingkungan.

Pelestarian lingkungan salah satunya dapat dilakukan dengan cara mensintesis senyawa menggunakan metode *green chemistry*. Pada aspek ini, sintesis senyawa basa Schiff dilakukan menggunakan metode stirrer dengan pelarut air. Penggunaan air dalam sintesis senyawa basa Schiff memiliki peranan yang sangat penting, selain berfungsi sebagai medium pada saat proses pengadukan, air juga dapat 53 menggantikan peranan penggunaan pelarut organik sehingga dapat meminimalisir dampak pencemaran terhadap lingkungan.

Sintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode stirrer dengan pelarut air merupakan salah satu dari sekian banyak buah pemikiran (ilmu pengetahuan) yang berasal dari hasil pengamatan dan pemikiran terhadap ilmu-ilmu terdahulu sebagai solusi untuk mengurangi dampak pencemaran lingkungan. Buah pemikiran ilmu pengetahuan tersebut berkaitan dengan peran manusia sebagai ulul albab sesuai dengan Firman Allah SWT dalam surah Al- Baqarah ayat 269:

يُؤْتِي الْحِكْمَةَ مَنْ يَشَاءُ ۚ وَمَنْ يُؤْتَ الْحِكْمَةَ فَقَدْ أُوتِيَ خَيْرًا كَثِيرًا ۚ وَمَا يَذَّكَّرُ إِلَّا أُولُو الْأَلْبَابِ

Artinya:

Allah menganugerahkan al hikmah (kefahaman yang dalam tentang Al Quran dan As Sunnah) kepada siapa yang dikehendaki-Nya. Dan barangsiapa yang dianugerahi hikmah, ia benar-benar telah dianugerahi karunia yang banyak. Dan hanya orang-orang yang berakallah yang dapat mengambil pelajaran (dari firman Allah).

Menurut (Shihab, 2002), hikmah berasal dari kata hakama yang pada dasarnya berarti menghalangi, dari akar kata dasar yang sama hakama kemudian mempunyai makna kendali. Kendali ini berfungsi untuk menerapkan hal kebaikan serta menghindari hal keburukan. Sedangkan kata ulu al-albâb terdiri dari kata ulu yang mempunyai arti pemilik atau penyandang serta kata al-albâb merupakan kata

jamak dari lubb yang berarti intisari atau hakikat sesuatu, salah satu contoh dari lubb yaitu isi kacang yang diselubungi oleh kulit. Oleh karena itu, lubb juga dapat diartikan sebagai otak atau pemikiran.

Menurut Hunsouw (2013), ulu al-albâb atau orang yang berakal merupakan orang-orang cerdas yang memiliki pemikiran atau akal sehingga orang tersebut akan selalu ingat, sadar serta dapat mengambil pelajaran atau hikmah dari setiap peristiwa (ciptaan dan kekuasaan Allah SWT) sehingga tidak akan terjerumus dalam kesesatan. Oleh karena itu, sebagai ulu al-albâb yang memiliki wawasan luas serta ketajaman dalam menganalisa suatu masalah, manusia harus menggunakan kelebihan tersebut untuk mendekatkan diri kepada Allah SWT dengan cara mengingat (dzikir) dan memikirkan (fikir) semua ciptaan-Nya, sehingga menimbulkan kewaspadaan diri untuk selalu mengadakan inovasi serta eksplorasi agar penelitian yang dilakukan tidak menimbulkan kerusakan (mudharat) dan menjadi kemaslahatan bagi umat manusia (amal sholeh).

Senyawa basa Schiff memiliki banyak manfaat bagi keberlangsungan umat manusia (kemaslahatan umat), salah satunya yaitu sebagai obat anti kanker. Hasil uji toksisitas senyawa basa Schiff menunjukkan nilai LC_{50} sebesar 36,55 ppm. Menurut meyer dkk., (1982) senyawa dengan nilai LC_{50} 30-1000 ppm memiliki aktivitas sebagai antimikroba. Petunjuk untuk penggunaan obat yang sesuai telah dianjurkan oleh Rasulullah SAW melalui sabdanya:

ما أنزل الله ذاة إلا قد الزل له شفاء علمه من علمه وجهله من جهله (رواه أحمد)

Artinya:

“Tidaklah Allah menurunkan penyakit melainkan Dia telah menurunkan pula obatnya, diketahui oleh orang yang mengetahuinya dan tidak diketahui oleh orang yang jahil akan hal itu.” (HR. Ahmad).

Hadits tersebut menegaskan tentang pentingnya berobat serta anjuran menjalaninya. Hal tersebut dikarenakan Allah SWT tidak akan menurunkan suatu penyakit kecuali Dia menurunkan pula obatnya. Menurut (Thayyarah, 2013), makna kata “diketahui oleh orang yang mengetahuinya dan tidak diketahui oleh orang yang jahil akan hal itu” yaitu sebagai anjuran bagi peneliti untuk selalu mencari, mengkaji, dan melakukan riset agar menemukan berbagai obat dari segala macam penyakit ataupun berinovasi dari obat-obat sebelumnya.

Hikmah yang dapat diambil dari penelitian ini yaitu dapat menyadarkan kita bahwa alam semesta yang diciptakan oleh Allah SWT. tidaklah sia-sia dan merupakan jalan untuk mensyukuri nikmat yang telah diberikan-Nya. Melalui penelitian ini kita juga dapat melakukan pendekatan spiritual dengan Allah SWT. dengan menjaga dan memanfaatkan alam dengan sebaik-baiknya. Apabila kita telah mampu mencitai alam ciptaan Allah SWT., maka kita akan mampu mancintai Allah SWT. dengan tulus dan ikhlas. Kebaikan Allah SWT. dalam menciptakan dan menganugerahkan alam semesta untuk kemaslahatan makhluk-Nya karena Allah SWT. memiliki sifat Ar-Rahman (Maha Pengasih) dan Ar-Rahim (Maha Penyayang) yang telah mencurahkan cinta dan belas kasih kepada seluruh umat-Nya yang beriman dengan menganugerahkan potensi-potensi yang ada di muka bumi untuk diambil manfaatnya oleh manusia, Al-Khaliq (Maha Pencipta) yang telah menciptakan alam semesta dengan sempurna sehingga umat manusia dapat hidup di dalamnya dengan nyaman, dan Al-Malik (Maha Merajai) yang menguasai dan menangani perintah dan larangan atas penciptaan alam semesta. Seperti halnya Allah SWT. menciptakan pigmen fikosianin pada mikroalga *Spirulina platensis*

yang bermanfaat sebagai pestisida alami sehingga dapat dimanfaatkan manusia untuk memenuhi kebutuhannya serta memelihara dan menjaga kelestarian alam.

BAB V

PENUTUP

4. 1 Kesimpulan

1. Produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol (1:1) dengan variasi waktu penggerusan 120 menit merupakan waktu paling efisien dibandingkan waktu 105 dan 135 menit dikarenakan menghasilkan rendemen yang lebih tinggi yaitu sebesar 99,75%.
2. Produk sintesis senyawa basa Schiff memiliki karakter fisik berupa padatan berwarna kuning dengan titik leleh sebesar 121-123°C, 123-125°C, dan 122-124°C. Dugaan terbentuknya senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol ditunjukkan dengan adanya serapan gugus C=N yang khas dengan senyawa target yaitu pada bilangan gelombang 1613 cm⁻¹ pada spektra FTIR. Hal tersebut didukung dengan hasil GC-MS yang mendeteksi adanya puncak pada waktu retensi 36,789 menit dengan luas area sebesar 67,57 %, serta memiliki ion molekuler serta base peak m/z 234 yang sesuai dengan dengan berat molekul senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol.
3. Hasil uji toksisitas senyawa basa Schiff menggunakan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*) msenunjukkan nilai LC₅₀ sebesar 25,67 ppm.

4. 2 Saran

1. Perlu dilakukan uji karakterisasi menggunakan ^1H -NMR ataupun ^{13}C -NMR untuk memperkuat dugaan terbentuknya produk sintesis senyawa basa Schiff.
2. Perlu dilakukan uji sitotoksik senyawa basa Schiff terhadap sel kanker untuk mengetahui potensi senyawa basa Schiff sebagai inhibitor anti kanker.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdurrafi F.F.H., Hanapi A., and Ningsih R., 2020. Synthesis of Schiff base compound from vanillin and aniline with volume variations of acid catalyst from Belimbing Wuluh using grindinstone method. IQP Conf. Series: *Eart and Environmental Science* 456 (2020) 012018.
- Adawiyah, R., 2017. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-Anisidin Menggunakan Metode Penggerusan. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Malang.
- Ahmad, N., Anouar, E.H., Tajuddin, A.M., Ramasamy, K., Yamin, B.M. dan Bahron, H., 2020. Synthesis, Characterization, Quantum Chemical Calculations and Anticancer Activity of a Schiff Base NNOO Chelate Ligand and Pd (II) Complex. *PloS one*, 15(4): p.e0231147.
- Anad, P., Patil, V.M., Sharma, V.K., Khosa, R.L., dan Masand, N., 2012. Schiff bases: A review on biological insights. *International Journal of Drug Design and Discovery*, 3(3): 851–868.
- Bendale, A.R., Bhatt, R., Nagar, A., Jadhav, A.G., dan Vidyasagar, G., 2011. Schiff base synthesis by unconventional route: An innovative green approach. *Der Pharma Chemica*, 3(2): 34-38.
- Bhandari, Meena., dan Raj, Seema., 2017. Practical Approach to Green Chemistry. *Int J Pharm Pharm Sci*, 9: 10-26.
- Bragulni, W.L., Pires, N.V., dan Alves, B.B., 2018. Phytochemical Analysis, Antioxidant Properties and Brine Shrimp Lethality of Unripe Fruits of *Solanum viarum*. *Journal of Young Pharmacists*, 10(2): 159-163.
- Budimarwanti, C. 2007. Sintesis Senyawa Bibenzil Dari Bahan Awal Vanilin Melalui Reaksi Wittig Dan Hidrogenasi Katalitik. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian*. ISSN: 978-979-99314-2-9.
- Cahyana H., and Pratiwi P., 2015. Sintesis Ramah Lingkungan Senyawa Imina Turunan Vanilin dan 2-Hidroksi Asetofenon Serta Uji Aktivitas Biologi dan Antioksidan. *Pharm Sci Res* ISSN 2407-2354.
- Cahyana, H dan Pratiwi, p. 2015. Sintesis Ramah Lingkungan Senyawa Imina Turunan Vanilin dan 2-Hidroksi Asetofenon Serta Uji Aktivitas Biologi dan Antioksidan. *Pharm Sci Res*. Vol. 2.no. 1:12.
- Chen L., Wu D., Du Y., Huang Y., and Jin S., 2019. Solvothermal synthesis of novel phenylpyrazole Schiff base fluorescent insecticides fused extended conjugate units for enhancing bioactivities, photophysical and electrochemical properties. *Journal of Molecular Structure* 1196 (2019) 555-556.

- Chen, Y., Mi, Y., Li, Q., Dong, F., dan Guo, Z., 2020. Synthesis of Schiff Bases Modified Inulin Derivatives for Potential Antifungal and Antioxidant Applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 143: 714–723.
- Colgate M.S., and Molyneux. J. R., 2008. Bioactive Natural Products: Detection, Isolation, and Structural Determination. CRC Press Taylor & Francis Group 6000 Broken Sound Parkway NW, Suite 300 Boca Raton, FL 33487-2742.
- Eldridge, L., 2019. Cytotoxic Actions and Precautions. *Verywell health*. Diakses tanggal 10-11-2019 dari <http://www.verywellhealth.com>.
- Ernes, A., Hartati, R.S., Sari, P.D., dan Wiyana, N.S., 2019. *Biodiesel: Minyak Bekas Penggorengan Tepung Ikan Sardin: Pemanfaatan Limbah Rumah Tangga sebagai Energi Terbarukan*. Yogyakarta: CV. Penerbit Qiara Media.
- Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S., 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga*. Jakarta: Erlangga.
- Gupta D., Revathi, Gisella I., Mario D., Galigniana, C.V.S., Subrahmanyam N.L., Gowrishankar N.M., and Rathavendra. 2014. 2,4-dihydroxy benzaldehyde derived Schiff bases as small molecule Hsp90 inhibitors: Rational identification of a new anticancer lead. *Bioorganic Chemistry*. S0045-2068(15)00012-7.
- Hamidi, M.R., Jovanova, B. dan Panovska, T.K., 2014. Toxicological Evaluation of The Plant Products Using Brine Shrimp (*Artemia Salina* L.) Model. *Maced pharm bull*, 60(1): 9-18.
- Handayani, S., Arianingrum, R., and Haryadi, W. 2011. Vanillin Structure Modification of Isolated Vanilla Fruit (*Vanilla Planifolia* Andrews) to form Vanillinacetone. *Proceedings at 14th Asian Chemical Congress*, 252- 257.
- Haryoto dan Priyatno, E., 2018. *Potensi Buah Salak: Sebagai Suplemen Obat dan Pangan*. Surakarta: Muhammadiyah University Press.
- Hasanah, U., Hanapi, A., dan Ningsih, R., 2017. Synthesis of Schiff Base Compound from Vanillin and p-Toluidine by Solvent Free-Mechanochemical Method. *Proceeding of International Conference on Green Technology*, 8(1): 278-281.
- Hunsouw, M.T., 2017. Ulul Albab dalam Tafsir Fi Zhilal Al-Qur'an Kitab Tafsir Sayyid Quthb. *TAHKIM*, 9(1).
- Hussain, S.Z. dan Maqbool, K., 2014. GC-MS: Principle, Technique and its application in Food Science. *Current Science Journal*, 13: 116-126.

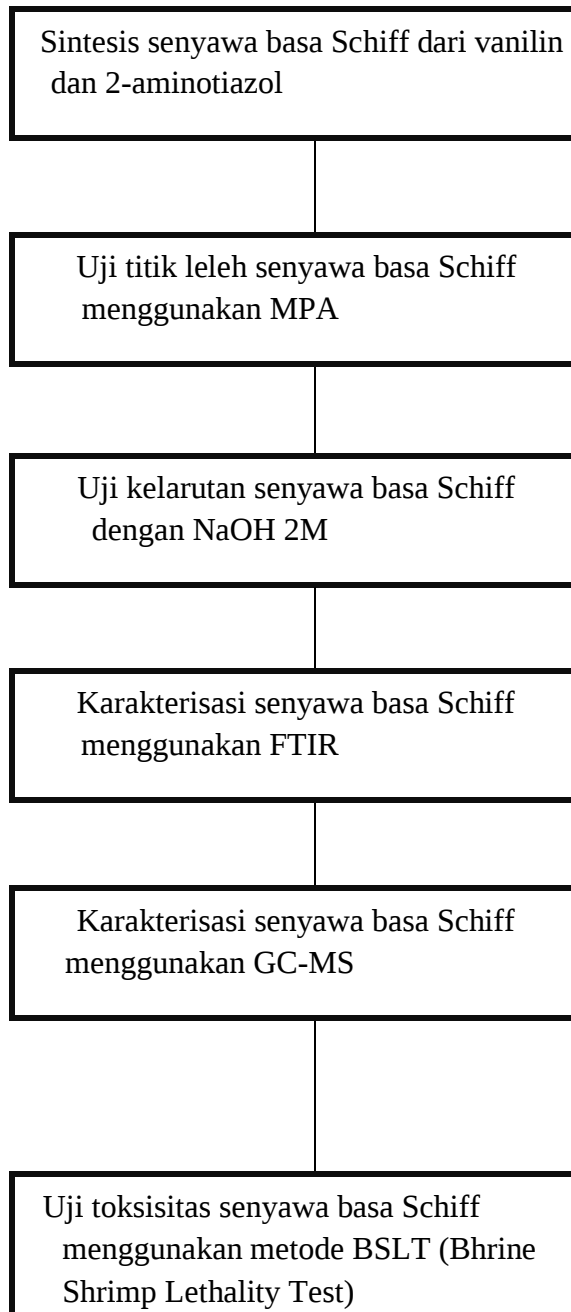
- Ibrahim M.N., Hamad K.j., and Al-JOROSHI., 2006. Synthesis and Characterization of Some Schiff Bases. *Asian Journal of Chemistry*. Vol. 18, No. 3 (2006), 2404-2406.
- Jarrahpour, A, Khalili D, Clercq D. E, Salmi C, and Brunel., 2007. Synthesis, Antibacterial, Antifungal and Antiviral Activity Evaluation of Some New bis-Schiff Bases of Isatin and Their Derivatives. *Molecules* 2007, 12, 1720-1730.
- Jasmarullah, M.F., 2018. Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan Anilina. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Malang.
- Khasanudin,A. 2018. Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan p-Anisidin dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Jus Jeruk Nipis. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Kumar, R., Sharma, P.K., and Mishra, P. S. 2012. A Review on the Vanillin Derivatives Showing Various Biological Activities. *International Journal of PharmTech Research*, 4(1): 266 – 279.
- Maila, W. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan P-Toluidin Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia S.*). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Makwana H., and Nalia T. Y., 2014. Synthesis, characterization and antimicrobial activity of N'-benzylidene-5-bromothiophene-2-carbohydrazide derivatives. *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy*. ISSN: 2299-3843, Vol. 33, pp 99-105.
- Meyer, B., Ferrigni, N., Putnam, J., Jacobsen, L., Nichols, D., dan McLaughlin, J., 1982. Brine Shrimp: A Convenient General Bioassay for Active Plant Constituents. *Journal of Medicinal Plant Research*, 45: 31-34.
- Moore, E., 2016. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR): Methods, Analysis and Research Insights*. Incorporated: Nova Science Publishers.
- Mudjiman, A., 1985. *Makanan Ikan*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Muhammad, W., Ullah, N., Khan, M., Ahmad, W., Khan, Q., dan Abbasi, B.H., 2019. Why Brine shrimp (*Artemia salina*) larvae is used as a screening system for nanomaterials? The science of procedure and nanotoxicology: A review. *International Journal of Biosciences*, 14(5): 156-176.
- Mulyono. (2006). *Kamus Kimia*. Jakarta: Bumi Aksara.

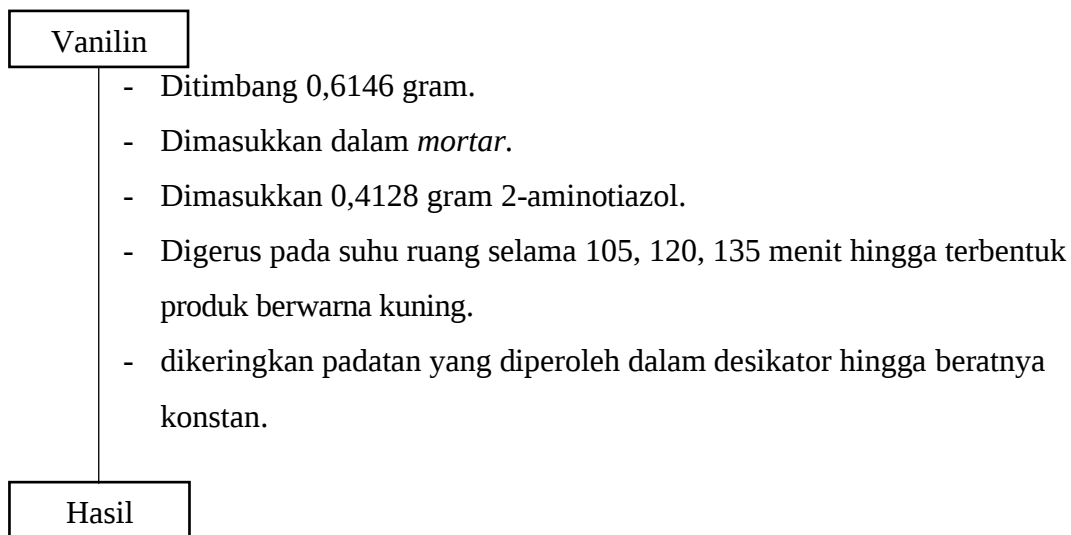
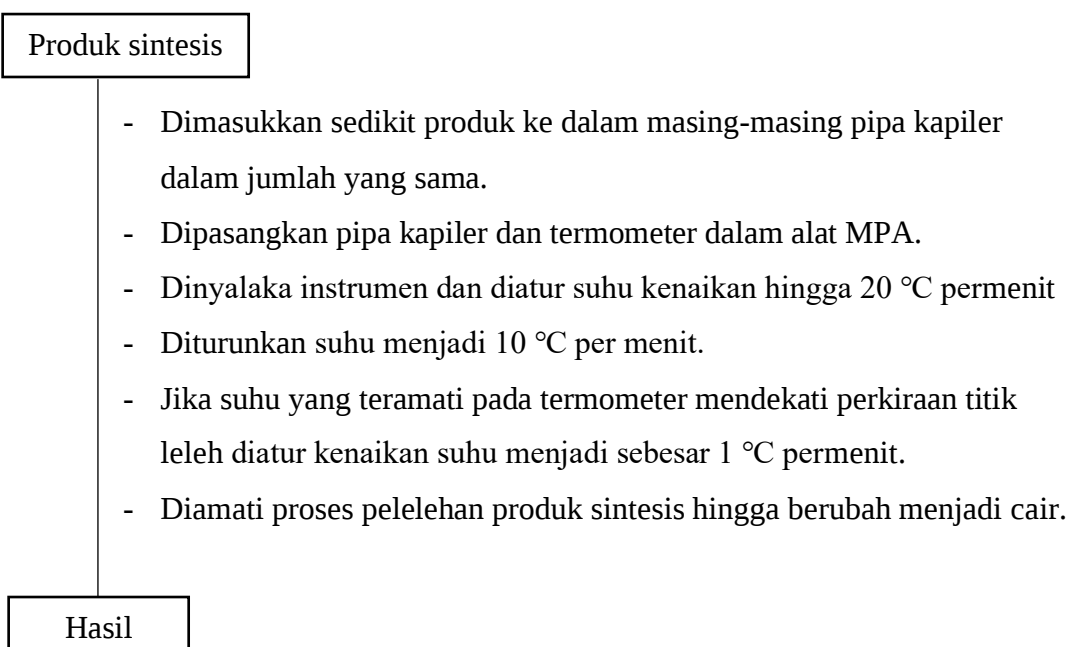
- Nafiah, Sri Ani., 2020. Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff dari o-Vanilin dan Anilina. Skripsi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Malang.
- Neelima, Ponia K., Siddiqui S., Arshad M., and Kumar D., 2015. In vitro anticancer activities of Schiff base and its lanthanum complex. S1386-1425(15)30265-1.
- Raczk E., Dmochowska B., Samaszko-Fietek J., and Madaj J., 2022. Different Schiff Bases—Structure, Importance and Classification. *Molecules* 2022, 27, 787.
- Ronggopuro, B., 2019. Green Synthesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-Aminofenol Menggunakan Metode Penggerusan dalam Media Air Sebagai Inhibitor Korosi. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Malang.
- Salusu, H.D., Obeth, E., Zarta, A.R., Nurmarini, E., Nurkaya, H., Kusuma, I.W. dan Arung, E.T., 2019. The Toxicity and Antibacterial Properties of Calamus ornatus Bl. Rattan Fruit. *agriTECH*, 39(4): 350-354.
- Sana, S., Reddy, K. R., Rajanna, K. C., Venkateswarlu, M., dan Ali Mir M., 2012. Mortar-Pestle and Microwave Assisted Regioselective Nitration of Aromatic Compounds in Presence of Certain Group V and VI Metal Salts under Solvent Free Conditions. *International Journal of Organic Chemistry*, 2012.
- Sam, N., Affan, M.A., salam, M.A., Fasihuddin B., A., dan asaruddin, M.R., 2012. Synthesis, spectral characterization and biological activities of Organotin (IV) complexes with ortho-vanillin-2-hydrazinopyridine (VHP). *Open Journal of Inorganic Chemistry* 2: 22–27.
- Sebastian, O. dan Thapa, A., 2015. Schiff base metal complexes of Ni, Pd and Cu. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(10): 953–963.
- Shariar S. M. S., Jesmin M., and Ali M. M., 2014. Antibacterial Activities of Some Schiff Bases Involving Thiosemicarbazide and Ketones. *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy*. ISSN: 2299-3843, Vol. 26, pp 53-61.
- Shihab, M. Q., 2017. *Tafsir al-Misbah; Pesan, Kesan, dan Keserasian Alquran* Vol.2. Tangerang: Lentera Hati.
- Shihab, Q. 2002. *Tafsir Al Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur`an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shokrollahi, S., Amiri, A., Fadaei-Tirani, F., dan Schenk-Joß, K., 2019. Promising Anti-Cancer Potency of 4,5,6,7-Tetrahydrobenzo[D]Thiazole-Based Schiff-Bases. *Journal of Molecular Liquids*, 300: 112262.

- Shriner, R.L., Hermann, C.K.F., Morrill, T.C., Curtin, D.Y., dan Fuson, R.C., 2004. *The Systematic Identification of Organic Compounds, 8th ed.* John Wiley & Sons, inc..
- Smith, B.C., 2011. *Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy.* CRC Press.
- Socrates. 1994. *Infrared Characteristic Group Frequencies- 2nd Edition.* England: John Wiley and Sons Ltd.
- Sparkman, O.D., Penton, Z.E., dan Kitson, F.G., 2011. *Gas Chromatography and Mass Spectrometry, Second Edition.* United Kingdom: ed. Elsevier.
- Surur, Ahmad M., 2019. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-Anisidin dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan. Skripsi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Malang.
- Ulfah, M., Rahayu, P., dan Dewi, L.R., 2013. Konsep Pengetahuan Lingkungan Green Chemistry Pada Program Studi Pendidikan Biologi. *Seminar Nasional X Pendidikan Biologi FKIP UNS*, Semarang.
- Ummathur, M. B, Sayudevi, P., and Krishnankutty, K. 2009. Schiff Bases Of 3-[2-(1,3-Benzothiazol-2-Yl) Hydrazinylidene] Pentane-2,4-Dione with Aliphatic Diamines and Their Metal Complexes. *J. Argent. Chem. Soc.* 97(2),31-39.
- Zarei, M. dan Jarrahpour, A., 2011. Green and efficient synthesis of azo Schiff bases. *Iranian Journal of Science & Technology*, A3: 235-242.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian



Lampiran 2. Diagram alir**L.2.1 Sintesis basa Schiff dari vanilin dan 2-aminotiazol .****L.2.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis menggunakan Melting Point Apparatus**

L.2.3 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis menggunakan Larutan NaOH

0,002 gr produk sintesis

- Dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda.
- Ditambahkan 2 mL akuades pada salah satu tabung reaksi.
- Ditambahkan NaOH 2M sebanyak 2mL pada tabung reaksi yang lain.
- Dikocok.
- Diamati perubahan yang terjadi.
- Dilakukan 3 kali pengulangan pada produk sintesis.

Hasil

L.2.4 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan FTIR

Produk sintesis

- Digerus menggunakan mortar agate.
- Dicampur dengan gerusan *pellet* KBr dengan perbandingan 2:98.
- Diletakkan campuran pada cell holder.
- Dilewati berkas sinar infra merah pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .
- Diamati hasil spektra dan dianalisa.

Hasil

L.2.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan GC-MS

Produk sintesis	
	- Dilarutkan dengan kloroform. - Diinjeksikan menggunakan syringe ke dalam tempat GC-MS. - Diinjeksikan menggunakan syringe ke dalam tempat GC-MS:
	Jenis kolom : Rtx Sil 5 MS Panjang kolom : 30 meter Gas pembawa : Helium Temp. oven kolom : 70°C Temperatur injektor : 300°C Tekanan gas : 19,0 KPa Kecepatan aliran gas : 3,5 mL/menit Aliran total : 30,9 mL/menit Aliran kolom : 0,55 mL/menit Start m/z : 28 m/z End m/z : 600 m/z
Hasil	

L.2.6 Uji Toksisitas dengan Metode BSLT

L.2.7.1 Penetasan Larva Udang *Artemia Salina* L

Telur udang <i>Artemia salina</i> L.	
	- Ditimbang sebanyak 2 gram. - Dimasukkan ke dalam bejana penetasan yang berisi 250 mL air laut. - Diaerasi bejana penetasan. - Diberi sekat pada bejana penetasan menjadi 2 bagian. - Diberikan lampu neon pada bagian terang. - Ditutup dengan aluminum foil pada bagian yang gelap. - Telur akan menetas setelah $\pm$ 48 jam dan siap digunakan untuk uji toksisitas.
Larva Udang dalam Air Laut	

L.2.7.2 Pengujian Toksisitas Senyawa Basa Schiff

L.2.7.2.1 Pembuatan Larutan Kontrol 0 ppm Tanpa Basa

Kloroform	- Dimasukkan 100 μL kloroform dan diuapkan. - Ditambahkan 100 μL dimetil sulfoksida (DMSO). - Ditambahkan setetes larutan ragi roti ke dalam gelas vial. - Ditambahkan air laut hingga volumenya 10 mL. - Dimasukkan 10 ekor larva udang <i>Artemia Salina</i> L.
Hasil	

L.2.7.2.2 Pembuatan Larutan Stok Sampel 500 ppm

Senyawa basa Schiff	- Ditimbang sebanyak 12,5 mg. - Dilarutkan dengan pelarut kloroform sebanyak 25 mL dan ditanda bataskan. - Dibuat konsentrasi berbeda yaitu 10, 15, 20, 25, 30 dan 35 ppm pada larutan sampel. - Dipipet larutan sampel sebanyak 200, 300, 400, 500, 600 dan 700 μL. - Dimasukkan larutan sampel ke dalam gelas vial dan pelarutnya. - Diuapkan hingga kering. - Ditambahkan air laut sebanyak 2 mL pada botol vial yang kering dan dihomogenkan. - Ditambahkan 100 μL dimetil sulfoksida (DMSO) jika tidak larut. - Ditambahkan setetes larutan ragi roti dan air laut sampai volume mL. - Dimasukkan 10 ekor larva udang <i>Artemia Salina</i> L. - Diamati kematian larva udang selama 24 jam dari perlakuan. - Dihitung larva udang yang mati.
Hasil	

Lampiran 3. Perhitungan

L.3.1 Penentuan Massa Vanilin 0,004 mol yang digunakan (1)

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{BM Senyawa (1)} &= 152,1473 \text{ gram/mol} \\
 \text{Mol senyawa (1)} &= 0,004 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (1)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,004 \text{ mol} \times 152,1473 \text{ gram/mol} \\
 &= 0,6085 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang:

$$\frac{99}{100} = \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\frac{99}{100} = \frac{0,6085}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa yang ditimbang} &= 100 \times \frac{0,6085}{99} \\
 &= 0,6146 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

L.3.2 Penentuan Massa 2-aminotiazol 0,004 mol yang digunakan (2)

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_3\text{H}_4\text{N}_2\text{S} \text{ BM} \\
 \text{Senyawa (2)} &= 100,14 \text{ gram/mol} \\
 \text{Mol senyawa (2)} &= 0,004 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,004 \text{ mol} \times 100,14 \text{ gram/mol} \\
 &= 0,4005 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang:

$$\frac{97}{100} = \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\frac{97}{100} = \frac{0,4005}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa yang ditimbang} &= 100 \times \frac{0,4005}{97} \\
 &= 0,4128 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

L.3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa produk sintesis basa Schiff

Reaksi: Vanilin (1) + 2-aminotiazol (2) $\longrightarrow$ produk sintesis basa Schiff (3)

Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	$\longrightarrow$	Senyawa (3)
Mula-mula	0,004 mol		0,004 mol		-
Bereaksi	0,004 mol		0,004 mol		0,004 mol
Setimbang	-		-		0,004 mol

Rumus molekul senyawa (3) = $C_{11}H_{10}O_2N_2S$

BM senyawa (3) = 234 gram/mol

Mol senyawa (3) = 0,004 mol

Massa senyawa (3) = mol x BM

= 0,004 mol x 234 gram/mol

= 0,936 gram

L.3.4 Penentuan % Hasil Produk Sintesis

Rendemen (%) = $\frac{\text{Massa produk sintesis}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\%$

% Hasil = $\frac{0,9302}{0,936 \text{ g}} \times 100\%$
= 99,38%

% Hasil berdasarkan GC-MS diperoleh sebagai berikut:

% area GC = $\frac{\text{luas area puncak produk}}{\text{total luas area semua puncak}} \times 100\%$

= $\frac{24255224}{35894704} \times 100\%$

= 67,57 %

L.3.5 Pengamatan Titik Lebur Produk Sintesis

Produk	Titik Lebur Produk (°C)
1	121-123
2	123-125
3	122-124

L.3.6 Perhitungan Konsentrasi Larutan Produk Basa Schiff untuk Uji Toksisitas

L.3.6.1 Larutan Stok

500 ppm sebanyak 25 mL

ppm = mg/L

mg = ppm x L

= 500 ppm x 0,025 L

= 12,5 mg

L.3.6.2 Pembuatan larutan 10 ppm produk basa Schiff

V1.M1 = V2.M2

V1. 500 ppm = 10 mL. 10 ppm

V1 = 100 mL.ppm/500 ppm

V1 = 0,2 mL = 200 µL

Jadi larutan 10 ppm produk basa Schiff dibuat dengan 200 µL larutan stok yang dilarutkan dalam 10 mL air laut.

L.3.6.3 Pembuatan larutan 15 ppm produk basa Schiff

V1.M1 = V2.M2

V1. 500 ppm = 10 mL. 15 ppm

V1 = 150 mL.ppm/500 ppm

V1 = 0,3 mL = 300 µL

Jadi larutan 15 ppm produk basa Schiff dibuat dengan 300 µL larutan stok yang dilarutkan dalam 10 mL air laut.

L.3.6.4 Pembuatan larutan 20 ppm produk basa Schiff

$$V1.M1 = V2.M2$$

$$V1. 500 \text{ ppm} = 10 \text{ mL}. 20 \text{ ppm}$$

$$V1 = 200 \text{ mL.ppm}/500 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,4 \text{ mL} = 400 \mu\text{L}$$

Jadi larutan 20 ppm produk basa Schiff dibuat dengan 400 μL larutan stok yang dilarutkan dalam 10 mL air laut.

L.3.6.5 Pembuatan larutan 25 ppm produk basa Schiff

$$V1.M1 = V2.M2$$

$$V1. 500 \text{ ppm} = 10 \text{ mL}. 25 \text{ ppm}$$

$$V1 = 250 \text{ mL.ppm}/500 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,5 \text{ mL} = 500 \mu$$

Jadi larutan 25 ppm produk basa Schiff dibuat dengan 500 μL larutan stok yang dilarutkan dalam 10 mL air laut.

L.3.6.6 Pembuatan larutan 30 ppm produk basa Schiff

$$V1.M1 = V2.M2$$

$$V1. 500 \text{ ppm} = 10 \text{ mL}. 30 \text{ ppm}$$

$$V1 = 300 \text{ mL.ppm}/500 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,6 \text{ mL} = 600 \mu\text{L}$$

Jadi larutan 30 ppm produk basa Schiff dibuat dengan 600 μL larutan stok yang dilarutkan dalam 10 mL air laut.

L.3.6.7 Pembuatan larutan 35 ppm produk basa Schiff

$$V1.M1 = V2.M2$$

$$V1. 500 \text{ ppm} = 10 \text{ mL}. 35 \text{ ppm}$$

$$V1 = 350 \text{ mL.ppm}/500 \text{ ppm}$$

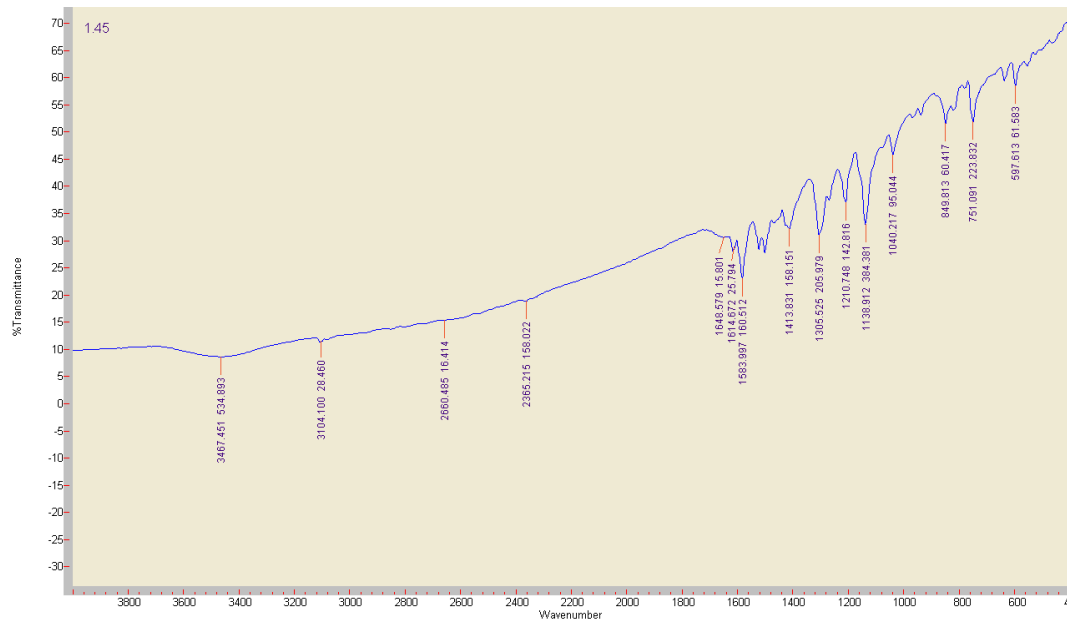
$$V1 = 0,7 \text{ mL} = 700 \mu\text{L}$$

Jadi larutan 35 ppm produk basa Schiff dibuat dengan 700 μL larutan stok yang dilarutkan dalam 10 mL air laut.

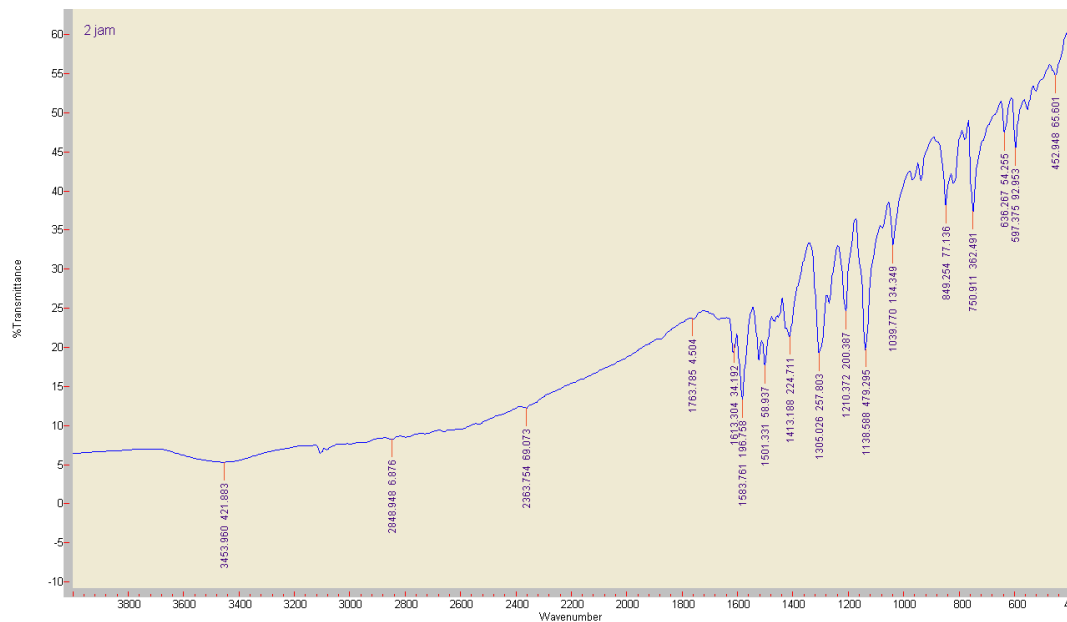
Lampiran 4. Hasil karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi FTIR

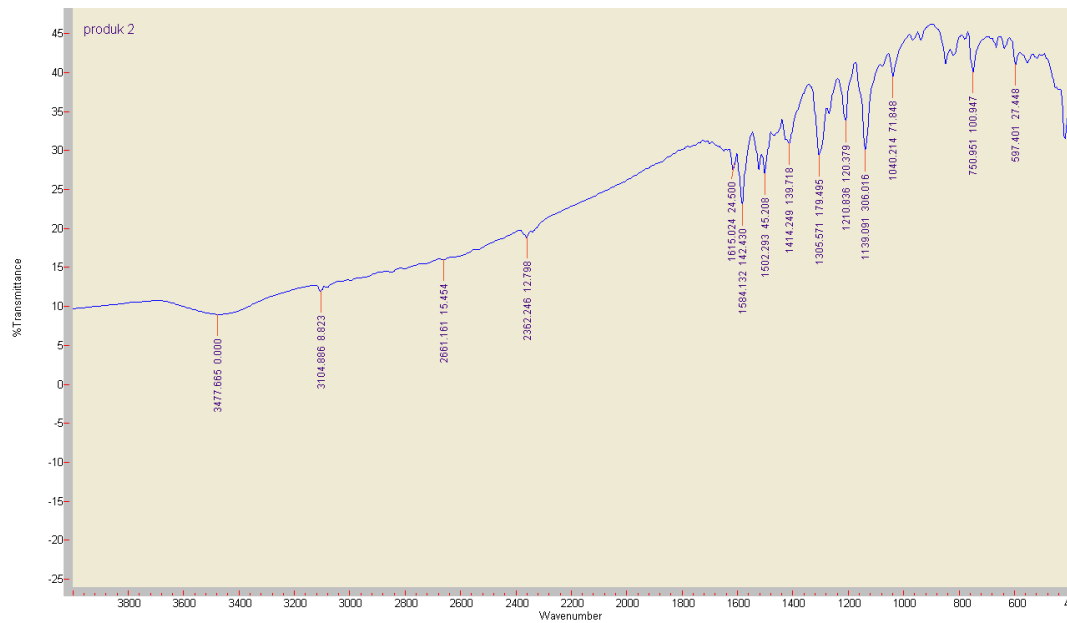
L.4.1.1 Spektra FTIR Basa Schiff P₁ (105 menit)



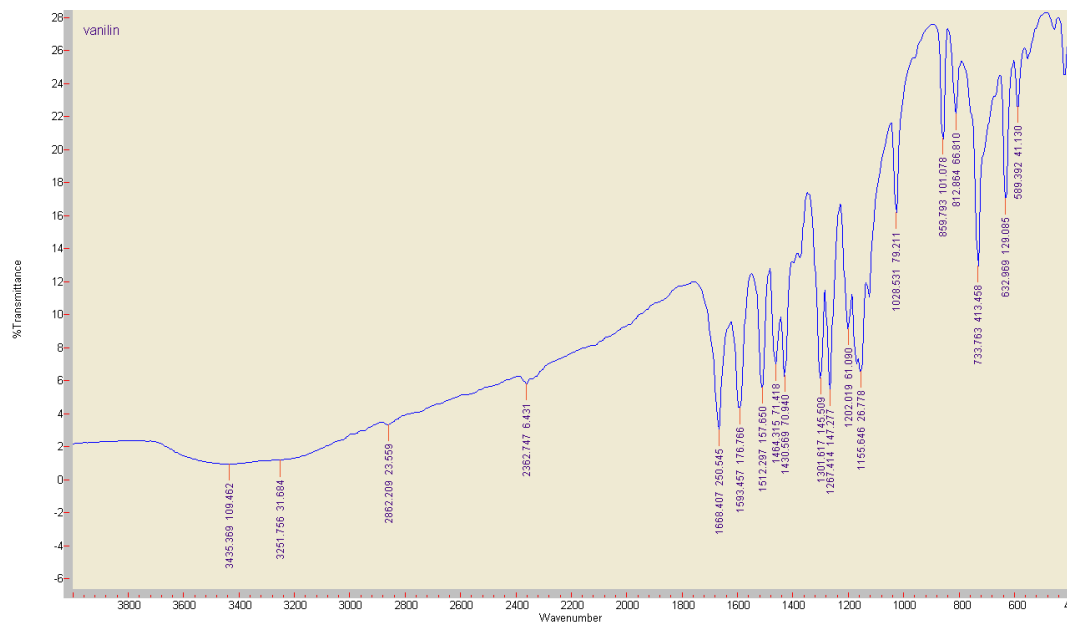
L.4.1.2 Spektra FTIR Basa Schiff P₂ (120 menit)



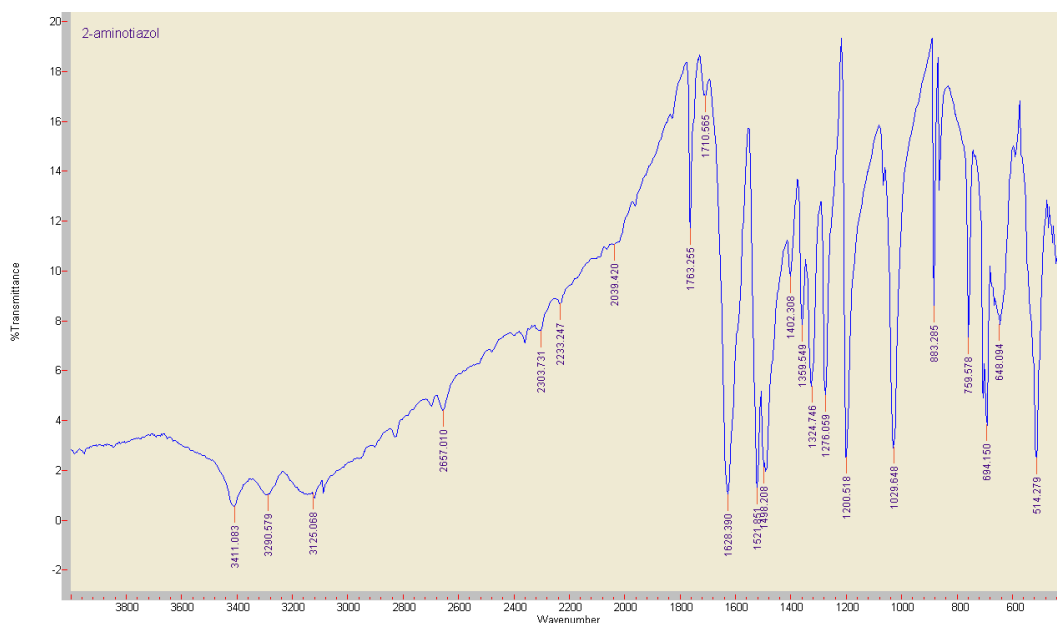
L.4.1.3 Spektra FTIR Basa Schiff P₃ (135 menit)



L.4.1.4 Spektra FTIR Vanilin



L.4.1.4 Spektra FTIR 2-aminotiazol



L.4.2 Hasil Karakterisasi GC-MS

L.4.2.1 Kondisi Instrumen GC-MS

GCMS-QP2010S SHIMADZU

Kolom : Rtx Sil 5 MS

Panjang : 30 meter

ID : 0,25 mm

Film : 0,25 um

Gas pembawa : Helium

Pengionan : EI 70 Ev

Method

[Comment]

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

[GC-2010]

Column Oven Temp. : 70.0 °C

Injection Temp. : 300.00 °C

Injection Mode : Split

Flow Control Mode : Pressure

Pressure : 19.0 kPa

Total Flow : 30.9 mL/min

Column Flow : 0.55 mL/min

Linear Velocity : 27.1 cm/sec

Purge Flow : 3.5 mL/min

Split Ratio : 49.0

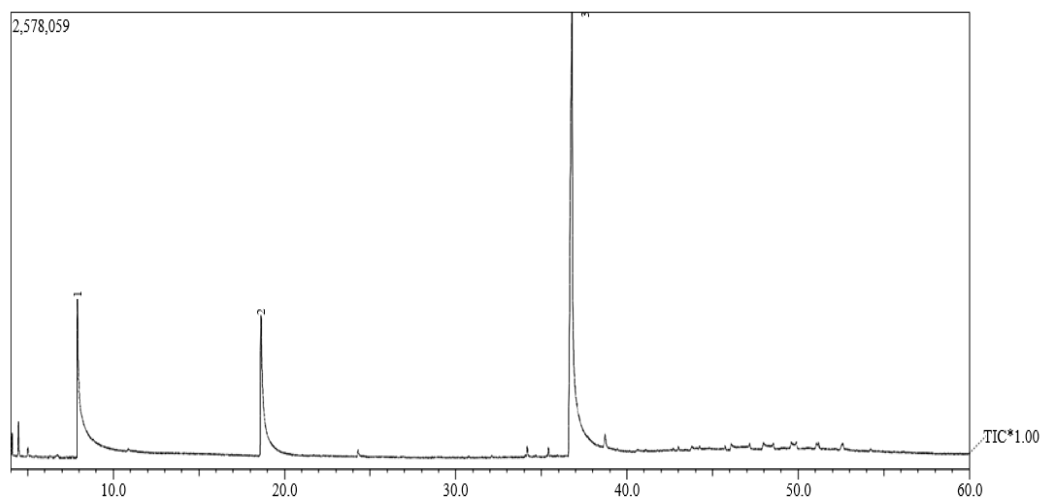
High Pressure Injection: OFF

Carrier Gas Saver : OFF

Splitter Hold : OFF

Oven Temp. Program
 Rate Temperature(°C) Hold Time(min)
 - 70.0 5.00
 5.00 300.0 9.00
 < Ready Check Heat Unit >
 Column Oven : Yes
 SPL1 : Yes
 MS : Yes
 < Ready Check Detector(FTD) >
 < Ready Check Baseline Drift >
 < Ready Check Injection Flow >
 SPL1 Carrier : Yes
 SPL1 Purge : Yes
 < Ready Check APC Flow >
 < Ready Check Detector APC Flow >
 External Wait : No
 Equilibrium Time :3.0 min
 [GC Program]
 [GCMS-QP2010]
 IonSourceTemp :250.00 °C
 Interface Temp. :305.00 °C
 Solvent Cut Time :3.00 min
 Detector Gain Mode : Relative
 Detector Gain : +0.00 kV
 Threshold :0
 [MS Table]
 --Group 1 - Event 1--
 Start Time :3.20min
 End Time :60.00min
 ACQ Mode : Scan
 Event Time :0.50sec
 Scan Speed :1250
 Start m/z :28.00
 End m/z :600.00
 Sample Inlet Unit : GC
 [MS Program]
 Use MS Program : OFF

L.4.2.2 Hasil Kromatografi Gas



Peak Report TIC

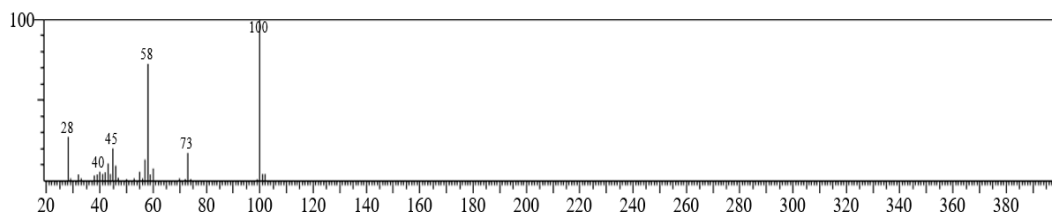
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	7.890	7.842	8.158	5566906	15.51	857648
2	18.630	18.558	18.925	6072574	16.92	759582
3	36.789	36.575	37.075	24255224	67.57	2346303
				35894704	100.00	3963533

L.4.2.2 Hasil Karakteriasi MS

L.4.2.2.1 Hasil Karakteriasi MS Reaktan 2-aminotiazol

<< Target >>

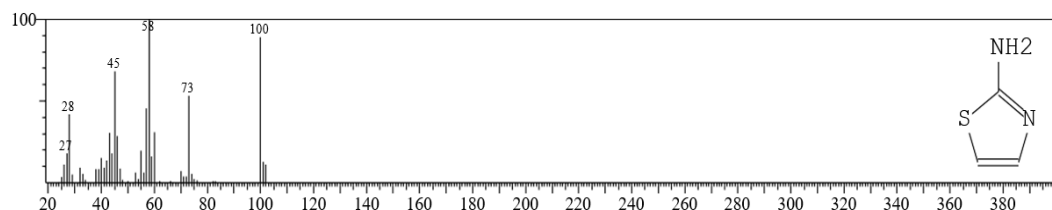
Line#:1 R.Time:7.892(Scan#:564) MassPeaks:30 RawMode:Averaged 7.883-7.900(563-565) BasePeak:100.00(228978) BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:1434 Library: NIST62.LIB

SI:82 Formula:C3H4N2S CAS:96-50-4 MolWeight:100 RetIndex:0

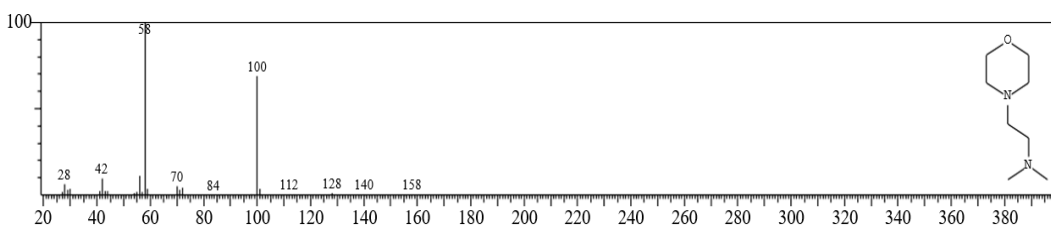
CompName:Aminothiazole \$\$ 2-Thiazolamine \$\$ Thiazole, 2-amino- \$\$ Abadol \$\$ Abadole \$\$ Basedol
 \$\$ 2-Aminothiazole \$\$ 2-Thiazolylamine \$\$ 4-Thiazolin-2-onimine \$\$ RP 2921 \$\$ USAF ek



Hit#:2 Entry:11911 Library: NIST62.LIB

SI:77 Formula:C₈H₁₈N₂O CAS:4385-05-1 MolWeight:158 RetIndex:0

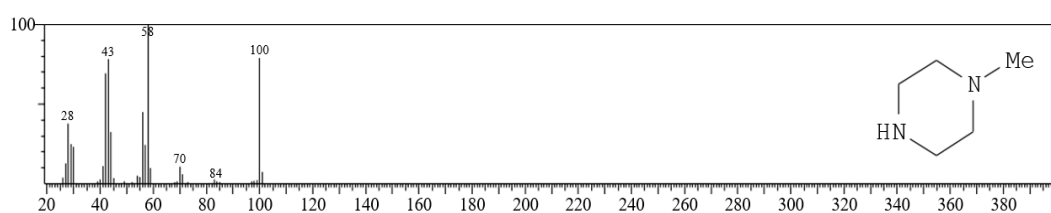
CompName:4- 2-(Dimethylamino)ethyl morpholine \$\$ 4-Morpholineethanamine, N,N-dimethyl-
N,N-Dimethyl-4-morpholineethanamine



Hit#:3 Entry:5285 Library: WILEY229.LIB

SI:75 Formula:C₅H₁₂N₂ CAS:109-01-3 MolWeight:100 RetIndex:0

CompName:Piperazine, 1-methyl- (CAS) N-Methylpiperazine \$\$ 1-Methylpiperazine \$\$
Methylpiperazine \$\$ Methylpiperazine \$\$ 1-Methylpiperazine \$\$

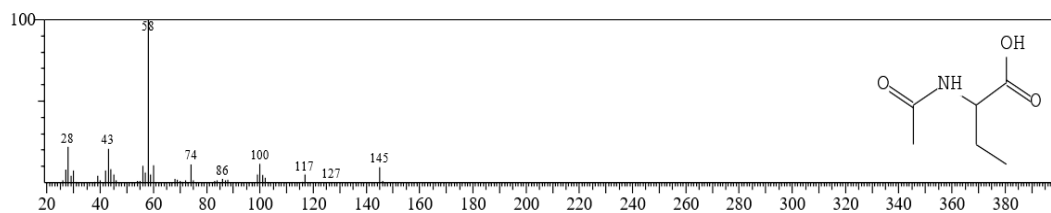


Hit#:4 Entry:8594 Library: NIST62.LIB

SI:74 Formula:C₆H₁₁NO₃ CAS:7211-57-6 MolWeight:145 RetIndex:0

CompName:Butanoic acid, 2-(acetylamino)- \$\$

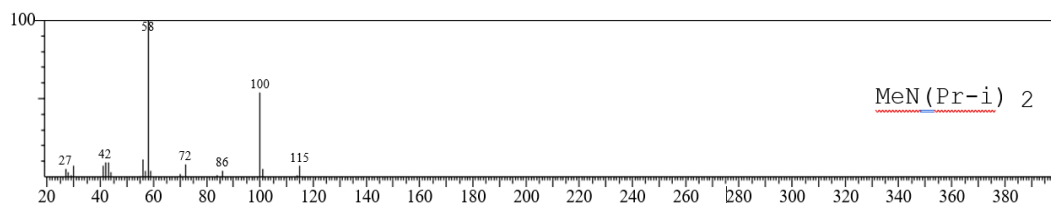
Butyric acid, 2-acetamido- \$\$ N-Acetyl-.alpha.-
aminobutyric acid 100



Hit#:5 Entry:9974 Library: WILEY229.LIB

SI:74 Formula:C₇H₁₇N CAS:10342-97-9 MolWeight:115 RetIndex:0

CompName:2-Propanamine, N-methyl-N-(1-methylethyl)- (CAS) Methyl-diisopropylamine \$\$
Diisopropylmethylamine \$\$ N-Methyl-diisopropylamine \$\$ Diethylamine, N,1,1'-trimethyl- \$\$



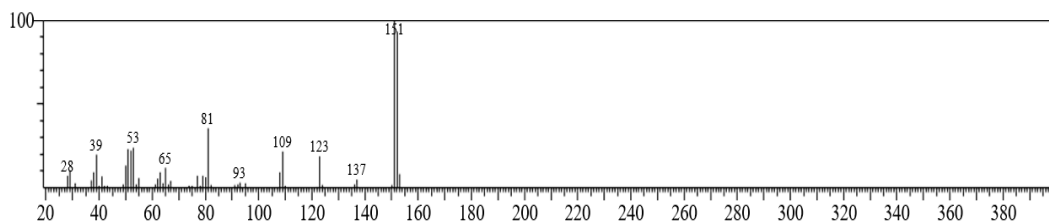
L.4.2.2.2 Hasil Karakteriasi MS Reaktan Vanilin

<< Target >>

Line#:2 R.Time:18.633(Scan#:1853) MassPeaks:48

RawMode:Averaged 18.625-18.642(1852-1854) BasePeak:151.00(134063)

BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

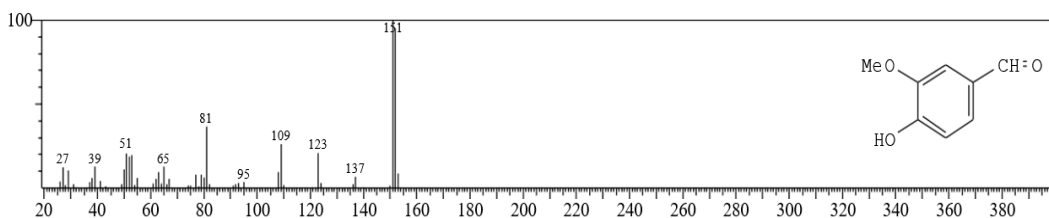


Hit#:1 Entry:28893 Library: WILEY229.LIB

SI:97 Formula:C₈H₈O₃ CAS:121-33-5 MolWeight:152 RetIndex:0

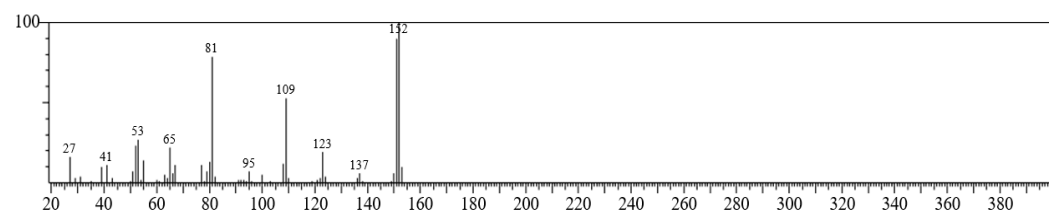
CompName:Benzaldehyde, 4-hydroxy-3-methoxy- (CAS) Vanillin \$\$

VANILLINE \$\$ Lioxin \$\$ Vanilin \$\$ Vanillaldehyde \$\$ Vanillic aldehyde \$\$ 2-Methoxy-4-formylphenol \$\$ 4-Formyl-2-metho



Hit#:2 Entry:28926 Library: WILEY229.LIB

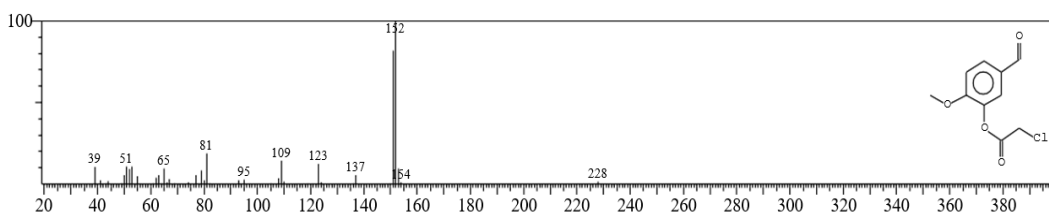
SI:86 Formula:C₈H₈O₃ CAS:0-00-0 MolWeight:152 RetIndex:0 CompName:3-methoxy-4-hydroxy-benzaldehyde \$\$



Hit#:3 Entry:29477 Library: NIST62.LIB

SI:86 Formula:C₁₀H₉ClO₄ CAS:66267-38-7 MolWeight:228 RetIndex:0

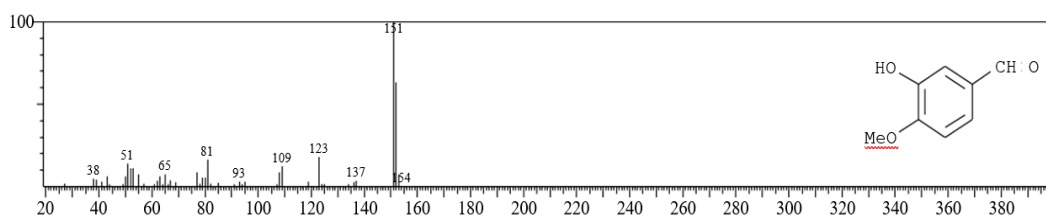
CompName:Benzaldehyde, 3-(chloroacetoxy)-4-methoxy-



Hit#:4 Entry:28890 Library:WILEY229.LIB

SI:85 Formula:C₈H₈O₃ CAS:621-59-0 MolWeight:152 RetIndex:0

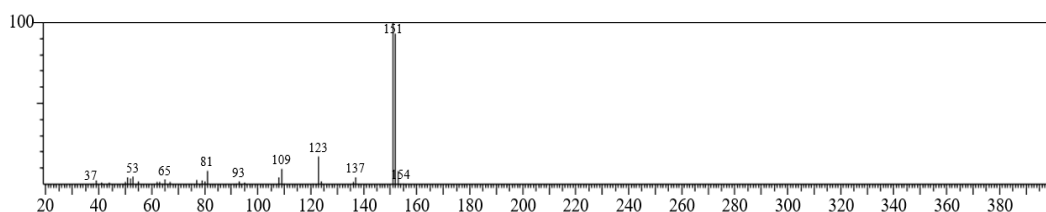
CompName:Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy- (CAS) 3-Hydroxy-4-methoxybenzaldehyde \$\$ Iovanillin \$\$ 5-Formylguaiacol \$\$ 3-Hydroxy-p-anisaldehyde \$\$ p-Anisaldehyde, 3-hydroxy- \$\$



Hit#:5 Entry:28947 Library: WILEY229.LIB

SI:84 Formula:C₈H₈O₃ CAS:0-00-0 MolWeight:152 RetIndex:0

CompName:VANILLIN \$\$



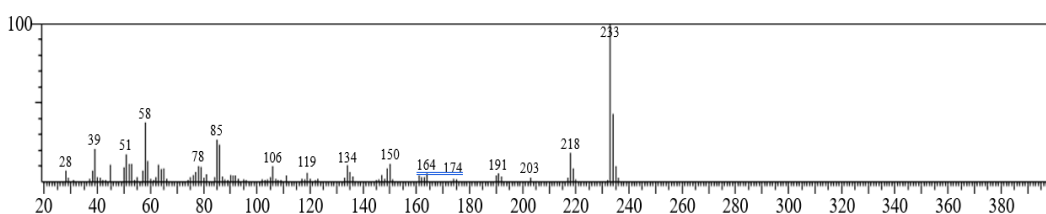
L.4.2.2.3 Hasil Karakteriasi MS Produk

<< Target >>

Line#:3 R.Time:36.792(Scan#:4032) MassPeaks:97

RawMode:Averaged 36.783-36.800(4031-4033) BasePeak:232.95(326035)

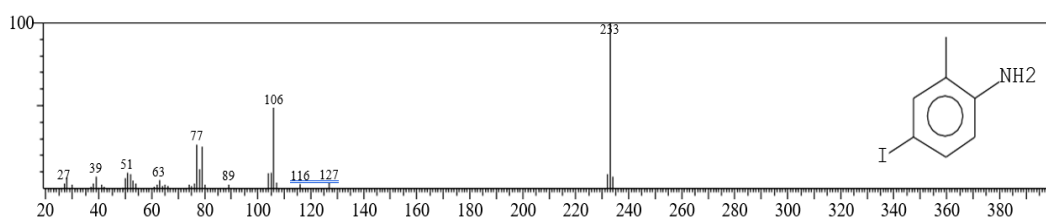
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:30417 Library: NIST62.LIB

SI:57 Formula:C₇H₈IN CAS:13194-68-8 MolWeight:233 RetIndex:0

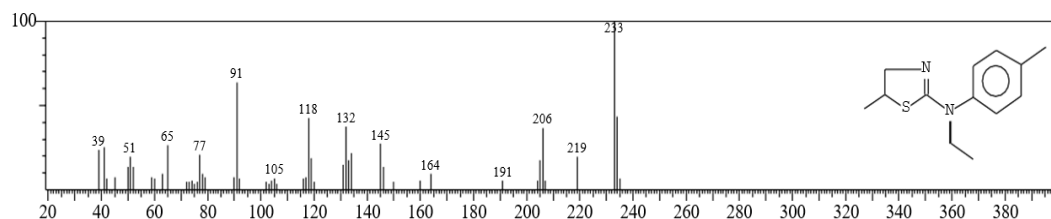
CompName:2-Amino-5-iodotoluene \$\$ Benzenamine, 4-iodo-2-methyl-



Hit#:2 Entry:30709 Library: NIST62.LIB

SI:55 Formula:C₁₃H₁₈N₂S CAS:0-00-0 MolWeight:234 RetIndex:0

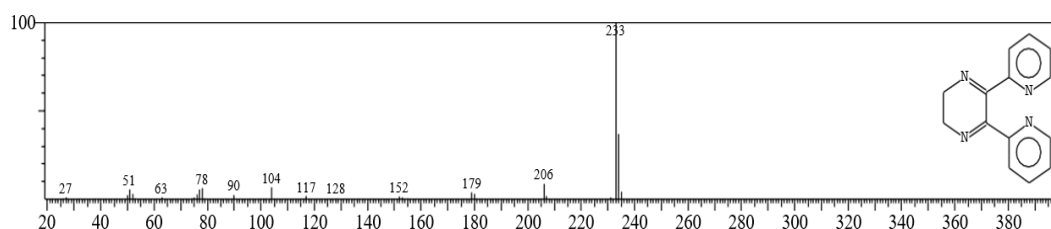
CompName:5-Methyl-2-(n-ethyl-p-tolylamino)-2-thiazoline



Hit#:3 Entry:31085 Library: NIST62.LIB

SI:53 Formula:C₁₄H₁₂N₄ CAS:25005-95-2 MolWeight:236 RetIndex:0

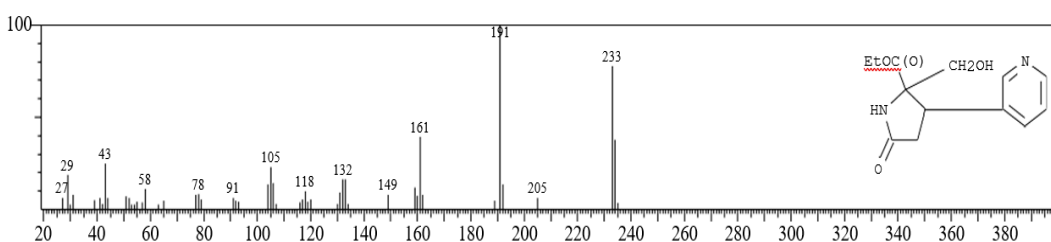
CompName:Pyrazine, 2,3-dihydro-5,6-di-2-pyridinyl- \$\$ 2,3-Bis(2'-pyridyl)-5,6-dihydropyrazine



Hit#:4 Entry:119566 Library: WILEY229.LIB

SI:52 Formula:C₁₃ H₁₆ N₂ O₄ CAS:18707-23-8 MolWeight:264 RetIndex:0

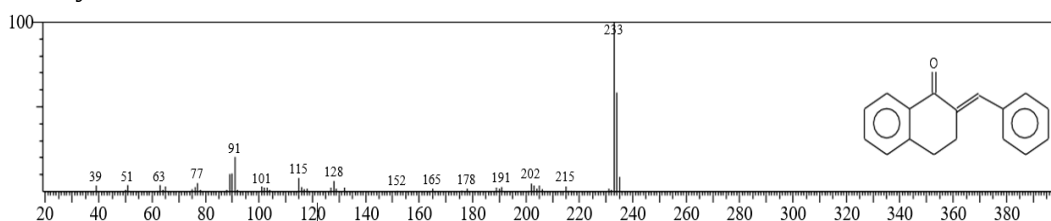
CompName:Proline, 2-(hydroxymethyl)-5-oxo-3-(3-pyridyl)-, ethyl ester (CAS)
2-HYDROXYMETHYL-2-ETHOXYCARBONYL-3-(3'-PYRIDYL)-5-PYRROLIDONE \$\$



Hit#:5 Entry:30774 Library: NIST62.LIB

SI:52 Formula:C₁₇H₁₄O CAS:6261-32-1 MolWeight:234 RetIndex:0

CompName:1(2H)-Naphthalenone, 3,4-dihydro-2-(phenylmethylene)- \$\$ 1(2H)-Naphthalenone, 2-benzylidene-3,4-dihydro- \$\$ 2-Benzylidene-1-tetralone \$\$ 2-Benzylidenetetralone



L.4.5 Hasil Data Uji Toksisitas

L.4.5.1 Hasil Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff

Tabel L.5.1.1 Persen mortalitas senyawa basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	Jumlah larva yang mati (ekor)					Modus	% Mortalitas
	U1	U2	U3	U4	U5		
Kloroform	0	0	0	0	0	0	-
10	0	0	0	2	2	0	0
15	1	1	0	1	2	1	10
20	3	6	7	3	1	3	30
25	7	4	6	3	4	4	40
30	7	8	7	7	4	7	70
35	8	9	10	9	6	9	90
DMSO	0	0	0	0	0	0	-

$$\% \text{ Mortalitas} = \frac{\text{Jumlah larva udang yang mati}}{\text{jumlah larva udang yang di uji (10)}} \times 100\%$$

Keterangan:

U₁: Ulangan ke-1

U₂: Ulangan ke-2

U₃: Ulangan ke-3

U₄: Ulangan ke-4

U₅: Ulangan ke-5

Tabel L.5.1.2 Mortalitas senyawa basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	Jumlah hewan uji (ekor) ^{a)}	Mortalitas
10	50	0
15	50	10
20	50	30
25	50	40
30	50	70
35	50	90

$$\text{Mortalitas} = \% \text{ Mortalitas} \times \text{Jumlah hewan uji (ekor)}$$

Keterangan: a) Larva udang *Artemia Salina* L. dalam vial (10) × total pengulangan (5) = 50 ekor

Probit Analysis: mortalitas; N versus konsentrasi

Distribution: Normal

Response Information

Variable	Value	Count
mortalitas	Event	120
	Non-event	180
N	Total	300

Estimation Method: Maximum Likelihood

Regression Table

Variable	Coef	Standard Error	Z	P
Constant	-3.32772	0.330306	-10.07	0.000
konsentrasi	0.129625	0.0129404	10.02	0.000
Natural Response	0			

Log-Likelihood = -129.524

Goodness-of-Fit Tests

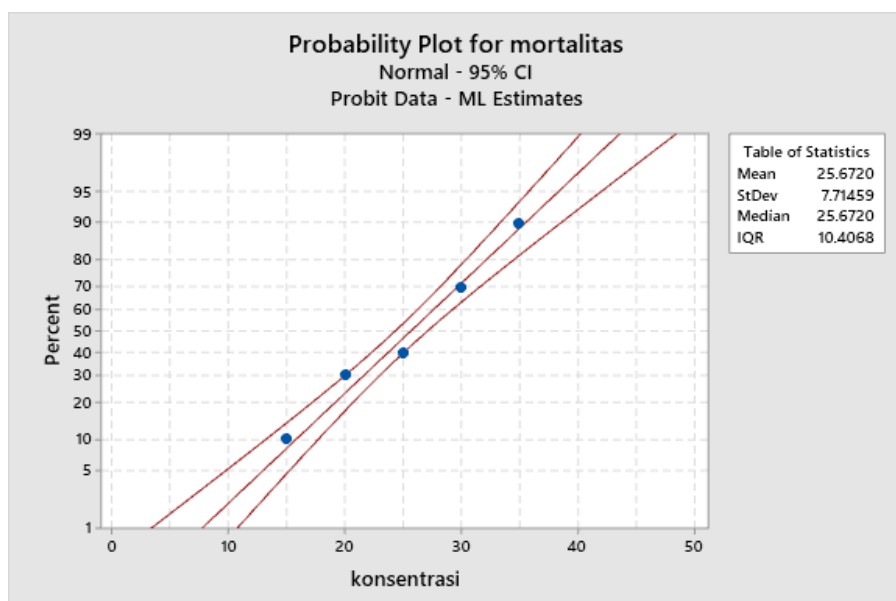
Method	Chi-Square	DF	P
Pearson	3.58051	4	0.466
Deviance	4.55656	4	0.336

Table of Percentiles

Percent	Percentile	Standard Error	95.0% Fiducial CI	
			Lower	Upper
1	7.72516	1.81730	3.36052	10.7476
2	9.82815	1.62481	5.94072	12.5408
3	11.1624	1.50510	7.57299	13.6833
4	12.1662	1.41664	8.79772	14.5459
5	12.9826	1.34589	9.79154	15.2500
6	13.6775	1.28668	10.6354	15.8513
7	14.2869	1.23563	11.3736	16.3803
8	14.8324	1.19071	12.0331	16.8554
9	15.3286	1.15056	12.6313	17.2890
10	15.7853	1.11428	13.1807	17.6895
20	19.1792	0.872484	17.2071	20.7210
30	21.6264	0.746519	20.0121	23.0053
40	23.7175	0.691093	22.3014	25.0647
50	25.6720	0.694214	24.3272	27.1034

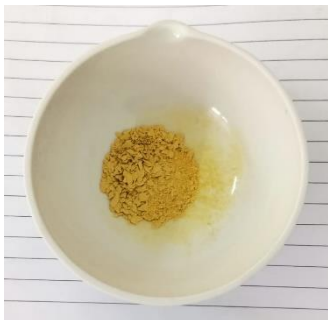
60	27.6264	0.749931	26.2439	29.2513
70	29.7175	0.856032	28.1989	31.6449
80	32.1647	1.02122	30.4033	34.5297
90	35.5586	1.29249	33.3757	38.6154
91	36.0154	1.33136	33.7709	39.1699
92	36.5115	1.37405	34.1994	39.7733
93	37.0571	1.42151	34.6696	40.4377
94	37.6664	1.47509	35.1935	41.1810
95	38.3613	1.53685	35.7897	42.0299
96	39.1778	1.61020	36.4886	43.0289
97	40.1815	1.70140	37.3458	44.2591
98	41.5158	1.82410	38.4824	45.8973
99	43.6188	2.02019	40.2685	48.4846

Probability Plot for mortalitas



Lampiran 6. Dokumentasi

L.6.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff

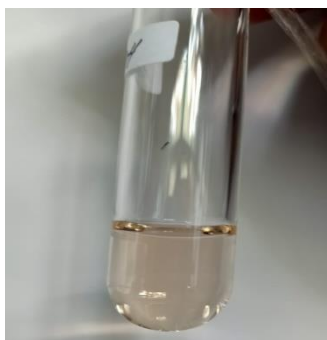


Senyawa basa Schiff hasil sintesis

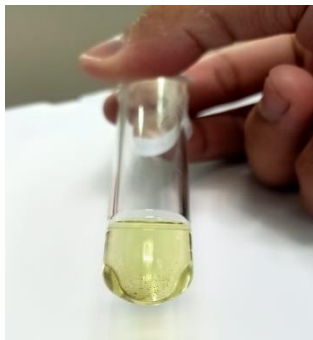


Campuran vanillin dan 2-aminotiazol

L.6.1.2 Uji Kelarutan



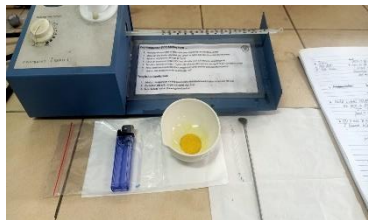
Uji NaOH



Uji Aquades



L.6.1.3 Uji Titik leleh



MPA (*Melting Point Apparatus*)



Pengujian titik leleh menggunakan MPA

L.6.1.4 Uji Toksisitas



Uji toksisitas senyawa basa Schiff



Uji toksisitas reaktan 2-aminotiazol