

**SINTESIS HIJAU DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS Fe(III) DENGAN LIGAN
BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL
MENGUNAKAN METODE PENGGERUSAN PADA VARIASI WAKTU 10; 20; DAN 30
MENIT**

SKRIPSI

**Oleh:
LULU KHOERUL MUMTAZAH
NIM. 200603110014**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2024**

**SINTESIS HIJAU DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS Fe(III) DENGAN LIGAN
BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL
MENGUNAKAN METODE PENGGERUSAN PADA VARIASI WAKTU 10; 20; DAN 30
MENIT**

SKRIPSI

**Oleh:
LULU KHOERUL MUMTAZAH
NIM. 200603110014**

**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
2024**


**SINTESIS HIJAU DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS Fe(III) DENGAN LIGAN
BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL
MENGUNAKAN METODE PENGGERUSAN PADA VARIASI WAKTU 10; 20; DAN 30
MENIT**

SKRIPSI

**Oleh:
LULU KHOERUL MUMTAZAH
NIM. 200603110014**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 28 Maret 2024**

Pembimbing I



**Ahmad Hanapi, M.Sc
NIP. 19851225 2023 211021**

Pembimbing II



**Anita Andriya Ningsih, S.S. M.Pd
NIP. 19850402 2023 212042**

**Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia**



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

**SINTESIS HIJAU DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS Fe(III) DENGAN LIGAN
BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL
MENGUNAKAN METODE PENGGERUSAN PADA VARIASI WAKTU 10; 20; DAN 30
MENIT**

SKRIPSI

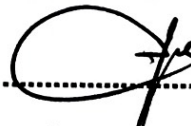
Oleh:
Lulu Khoerul Mumtazah
NIM. 200603110014

Telah Dipertahankan di Depan Dewan penguji skripsi dan
dinyatakan diterima sebagai salah satu persyaratan untuk
memperoleh gelar sarjana sains (S.Si)
Tanggal: 28 Maret 2024

Ketua Penguji : **A. Ghanaim Fasya, M.Si**
NIP. 19820616200604 1 002

()


Anggota Penguji 1 : **Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc**
NIP. 19900906 202321 2 033

()

Anggota Penguji 2 : **Ahmad Hanapi, M.Sc**
NIP. 19851225 2023 211021

()

Anggota Penguji 3 : **Anita Andriya Ningsih, S.S. M.Pd**
NIP. 19850402 2023 212042

()

**Mengesahkan,
Ketua Program Studi Kimia**


Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19840811 200801 2 010

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil 'alamin.

Puji syukur kepada Allah Swt. yang telah menghendaki saya untuk merasakan nikmatnya menuntut ilmu. 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 Dada Suhandi dan Ibu Eliyah, serta nenek saya Fatimah 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 dan selalu berpegang teguh pada Allah Swt.

Kedua Adik saya Silvi Lathifatul Akhfa dan Adlan Bintoro yang selalu menjadi motivasi bagi saya agar dapat memberikan inspirasi untuk tidak takut melanjutkan pendidikan setinggi-tingginya dan menghibur saya dengan ceritanya dikala saya sedang jenuh di daerah perantauan.

Seluruh dosen kimia UIN Malang khususnya Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc serta Ibu Anita Andriya Ningsih, S.S. M.Pd selaku pembimbing saya yang telah membimbing saya dengan sabar dan telaten, serta memberikan motivasi untuk menyelesaikan tugas akhir ini. Kemudian kepada Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc sebagai dosen penguji dan Bapak A. Ghananim Fasya M.Si sebagai dosen penguji sekaligus dosen wali saya yang telah membimbing dan memberikan motivasi. Tak lupa dengan laboran-laboran yang turut mendukung dan membantu saya khususnya Bapak M. Chalid Al Ayubi, S.Si yang telah membimbing saya terkait prosedur penggunaan alat di laboratorium organik.

Teman-teman seperjuangan kimia khususnya *team* basa Schiff, kakak-kakak penelitian di laboratorium organik, serta sahabat-sahabat saya yaitu Africa Ayyatullah af Musa, Husnul Rizka Davita, Siti Qurotul Aeni, Nanang Anjarwati, dan Muhammad Suryadi Syarifullah yang sudah membantu dan memberikan dukungan serta ilmu kepada saya.

Dan kepada diri sendiri yang selalu berjuang dan pantang menyerah dalam menyelesaikan skripsi ini.

MOTTO

“Bisa merasakan nikmatnya ilmu adalah anugerah yang dibentuk dari rasa disiplin, konsistensi, pengorbanan waktu, dan rasa ingin tahu yang tinggi. Jangan pernah menyerah karena lelahnya belajar, sesungguhnya yang paling perih adalah kebodohan”

-Lulu Khoerul Mumtazah-

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Lulu Khoerul Mumtazah
NIM : 200603110014
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis Hijau Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Fe(III) Dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-Metoksifenil)Imino)Metil)Fenol Menggunakan Metode Penggerusan Pada Variasi Waktu 10; 20; Dan 30 Menit

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

Malang, Maret 2024

buat pernyataan,



ABZALX133601026

Lulu Khoerul Mumtazah

NIM. 200603110014

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum wr. wb.

Puji syukur penulis ucapkan ke hadirat Allah Swt. yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Selanjutnya penulis ucapkan terima kasih seiring doa dan harapan baik kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikannya skripsi ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. H.M. Zainuddin, MA selaku Rektor Universitas Islam Negeri Mulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ahmad Hanapi, M.Sc dan Anita Andriya Ningsih, S.S. M.Pd selaku dosen pembimbing skripsi, yang telah banyak memberikan pengarahan dan pengalaman yang berharga.
5. A. Ghanaim Fasya, M.Si dan Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen penguji yang telah memberikan arahan, kritik dan saran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
6. A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen wali yang memberikan motivasi kepada penulis untuk selalu berusaha dan berdoa dalam menyelesaikan skripsi ini.
7. Semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa materiil maupun moril.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat kepada para pembaca khususnya bagi penulis secara pribadi. Amin Ya Rabbal Alamin.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Malang, Maret 2024

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
MOTTO.....	v
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
مستخلص البحث.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.....	6
2.2 Logam Fe(III).....	7
2.3 Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff	9
2.4 Metode Penggerusan	11
2.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis.....	12
2.5.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR.....	12
2.5.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS	13
2.5.3 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis	14
2.5.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan AAS	16
2.5.5 Karakterisasi Atom Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl.....	16
2.6 Sintesis Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan dalam Perspektif Islam.....	17
BAB III METODE PENELITIAN.....	20
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	20
3.2 Alat dan Bahan.....	20
3.3 Rancangan Penelitian	20
3.4 Tahapan Penelitian.....	21
3.5 Prosedur Penelitian	21
3.5.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan.....	21
3.5.2 Uji Titik Leleh Produk menggunakan MPA	21
3.5.3 Uji Sifat Kimia Produk dengan Larutan Akuades dan NaOH 2M	22
3.5.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR.....	22
3.5.5 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS	22
3.5.6 Sintesis Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan	22
3.5.7 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis	23
3.5.7.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis	23

3.5.7.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR	23
3.5.7.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam menggunakan Metode Jobs	23
3.5.7.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan AAS	24
3.5.7.5 Karakterisasi Atom Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl.....	24
3.6 Analisis Data	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	26
4.2 Uji Sifat Kimia Produk dengan Larutan Akuades dan NaOH 2M	27
4.3 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR.....	28
4.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS	30
4.5 Sintesis Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	36
4.6 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis	37
4.6.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis	37
4.6.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR	40
4.6.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam menggunakan Metode Jobs ..	43
4.6.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan AAS	44
4.6.5 Karakterisasi Atom Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl.....	44
4.6.6 Prediksi Rumus Molekul Senyawa Kompleks	45
4.7 Sintesis Ligan 2-Metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan Senyawa Kompleks Basa Schiff-Fe(III) Menggunakan Metode Penggerusan dalam Perspektif Islam.....	46
BAB V PENUTUP.....	48
5.1 Kesimpulan	48
5.2 Saran	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN.....	53

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil spektra UV-Vis ligan basa Schiff serta kompleksnya	15
Tabel 3.1 Variasi volume logam dan ligan	23
Tabel 4.1 Sifat fisik produk sintesis	27
Tabel 4.2 Hasil interpretasi spektra FTIR produk sintesis	29
Tabel 4.3 Sifat fisik produk sintesis	36
Tabel 4.4 Hasil interpretasi spektra UV-Vis produk sintesis	38
Tabel 4.5 Hasil interpretasi spektra FTIR produk sintesis	42
Tabel 4.6 Hasil perhitungan kadar Fe.....	44
Tabel 4.7 Hasil perhitungan kadar N	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Reaksi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.....	7
Gambar 2.2	Hibridisasi Fe ³⁺ dengan ligan basa Schiff kuat dan lemah	8
Gambar 2.3	Sintesis kompleks Fe(III) dengan ligan basa Schiff (L ₁).....	9
Gambar 2.4	Sintesis kompleks Fe(III) dengan ligan basa Schiff (L ₂).....	9
Gambar 2.5	Pembentukan senyawa kompleks basa Schiff dengan logam	10
Gambar 2.6	Sintesis ligan basa Schiff dan senyawa kompleks.....	11
Gambar 2.7	Rendemen ligan.....	12
Gambar 2.8	Rendemen kompleks	12
Gambar 2.9	Spektra UV-Vis	15
Gambar 2.10	Spektra UV-Vis kompleks basa Schiff (L ₁)	15
Gambar 2.11	Spektra UV-Vis kompleks basa Schiff (L ₂)	16
Gambar 2.12	Hasil analisis nitrogen dengan metode Kjeldahl	17
Gambar 4.1	Mekanisme reaksi ligan basa Schiff	26
Gambar 4.2	Reaksi produk sintesis dengan NaOH.....	27
Gambar 4.3	Hasil uji sifat kimia produk sintesis.....	28
Gambar 4.4	Spektra FTIR produk sintesis ligan basa Schiff	29
Gambar 4.5	Kromatogram produk sintesis.....	30
Gambar 4.6	Spektra massa produk sintesis	30
Gambar 4.6.1	Pola fragmentasi produk m/z 257, 256, dan 228	31
Gambar 4.6.2	Pola fragmentasi produk m/z 257, 227	31
Gambar 4.6.3	Pola fragmentasi produk m/z 257, 242, 214, 199, 183 dan 171.....	32
Gambar 4.6.4	Pola fragmentasi produk m/z 257, 150, 107, 92, 77, 64 dan 51.....	33
Gambar 4.6.5	Pola fragmentasi produk m/z 257, 134, 123, 108, 107, 28	34
Gambar 4.6.6	Pola fragmentasi produk m/z 257, 239.....	35
Gambar 4.6.7	Pola fragmentasi produk m/z 257, 242, 93, 65, dan 39	35
Gambar 4.7	Hasil penggerusan pada variasi (a) 10 menit (b) 20 menit (c) 30 menit	36
Gambar 4.8	Spektra UV-Vis produk sintesis	37
Gambar 4.9	Diagram transisi kompleks oktahedral d ⁵	40
Gambar 4.10	Spektra FTIR produk sintesis senyawa kompleks	41
Gambar 4.11	Hasil analisis dengan metode Jobs.....	43
Gambar 4.12	Dugaan struktur senyawa kompleks [Fe(III)(C ₁₅ H ₁₅ O ₃ N) ₄].....	45

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir	53
Lampiran 2. Perhitungan.....	57
Lampiran 3. Dokumentasi	67

ABSTRAK

Mumtazah, L., K. 2024. Sintesis Hijau Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Fe(III) Dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-Metoksifenil)imino)Metil)Fenol Menggunakan Metode Penggerusan Pada Variasi Waktu 10; 20; Dan 30 Menit. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Pembimbing II: Anita Andriya Ningsih, S.S. M.Pd

Kata Kunci: Basa Schiff, Senyawa Kompleks, Fe(III), Penggerusan

Basa Schiff merupakan senyawa kimia hasil kondensasi antara amina primer dengan aldehida atau keton dengan ciri khas berupa gugus imina ($-C=N-$). Gugus imina yang mengandung atom N dan gugus fenolik yang mengandung atom O dalam basa Schiff dapat digunakan sebagai ligan dalam pembentukan senyawa kompleks. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan karakteristik produk hasil reaksi pengompleksan Fe(III) dengan ligan basa Schiff pada variasi waktu penggerusan 10; 20; dan 30 menit.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis kompleks basa Schiff dari logam Fe(III) dengan ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yang diperoleh dari hasil sintesis antara reaktan o-vanilin dan p-anisidina. Sintesis ligan basa Schiff serta kompleksnya menggunakan metode penggerusan. Hasil sintesis ligan basa Schiff diuji sifat fisik berupa bentuk, warna dan titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA), uji sifat kimia berupa kelarutan dengan akuades serta NaOH 2M dan karakterisasi menggunakan FTIR serta GC-MS. Sedangkan hasil sintesis senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) diuji sifat fisik berupa bentuk, warna serta titik leleh menggunakan MPA dan karakterisasi menggunakan UV-Vis, FTIR, metode Jobs, AAS serta metode Kjeldahl.

Hasil penelitian ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menghasilkan rendemen sebesar 98,39% dengan karakter fisik berbentuk serbuk, berwarna kuning kecoklatan, dan titik leleh 87 – 89 °C. Uji sifat kimia menghasilkan produk basa Schiff larut sempurna dalam NaOH 2M dengan hasil larutan berwarna kuning dan sedikit larut dalam akuades yang ditunjukkan adanya endapan serta larutan berwarna sedikit kekuningan. Karakterisasi ligan basa Schiff menggunakan FTIR memperoleh serapan khas basa Schiff berupa gugus imina pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} dan karakterisasi menggunakan GCMS memperoleh 1 puncak dengan ion molekuler (m/z) 257 dengan kemurnian 100% yang menunjukkan bahwa produk sintesis telah terbentuk. Selanjutnya, hasil penelitian senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) pada variasi 10; 20; dan 30 menit masing-masing memiliki karakter fisik berbentuk serbuk, berwarna coklat kehitaman, serta titik leleh 178 – 181 °C; 179 – 181 °C; dan 178 – 182 °C. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) secara kualitatif pada variasi 10; 20; dan 30 menit menggunakan UV-Vis masing-masing menunjukkan adanya pergeseran hipsokromik serta munculnya transisi $d-d$ pada panjang gelombang 600 nm; 585 nm; dan 613 nm. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) pada variasi 10; 20; dan 30 menit menggunakan FTIR masing-masing menunjukkan adanya pergeseran serapan gugus fungsi imina ($C=N$) dari bilangan gelombang 1620 cm^{-1} menjadi 1643 cm^{-1} serta bilangan gelombang 1620 cm^{-1} menjadi 1612 cm^{-1} . Serapan lain muncul pada bilangan gelombang 532 cm^{-1} dan 447 cm^{-1} yaitu dari gugus fungsi Fe-O dan Fe-N yang menunjukkan adanya koordinasi antara ligan dengan logam. Uji kuantitatif metode Jobs menghasilkan perbandingan mol logam dan ligan pada senyawa kompleks yaitu 1:4. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) pada variasi 10 menit menggunakan AAS menghasilkan kadar Fe sebesar 5,1661% dan karakterisasi atom nitrogen (N) senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) variasi 10 menit menggunakan metode Kjeldahl menghasilkan kadar N sebesar 5,4630%. Hasil ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) telah terbentuk dengan prediksi rumus molekul yaitu $[Fe(III)(C_{15}H_{15}O_3N)_4]$.

ABSTRACT

Mumtazah, L., K. 2024. Green Synthesis and Characterization of Fe(III) Complex Compounds with the Schiff Base Ligand 2-Methoxy-6-(((4-Methoxyphenyl)imino)methyl)Phenol Using the Grinding Method at Varying Time 10; 20; and 30 Minutes. Thesis. Departement of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Supervisor II: Anita Andriya Ningsih, S.S. M.Pd

Keywords: Schiff Base, Complex Compound, Fe(III), Grinding

Schiff bases are chemical compounds resulting from the condensation of primary amines with aldehydes or ketones with the characteristic feature of an imine group ($-C=N-$). The imine group containing N atoms and the phenolic group containing O atoms in Schiff bases can be used as ligands in the formation of complex compounds. This research aims to determine the characteristics of the Schiff base ligand 2-methoxy-6-(((4-methoxyphenyl)imino)methyl)phenol and the characteristics of the product resulting from the complexation reaction of Fe(III) with the Schiff base ligand at varying grinding times of 10; 20; and 30 minutes.

In this research, a Schiff base complex synthesis was carried out from Fe(III) metal with the ligand 2-methoxy-6-(((4-methoxyphenyl)imino)methyl)phenol obtained from the synthesis between the reactants o-vanillin and p-anisidine. Synthesis of Schiff base ligands and their complexes using the grinding method. The results of the Schiff base ligand synthesis were tested for physical properties in the form of shape, color and melting point using the Melting Point Apparatus (MPA), chemical properties in the form of solubility with distilled water and 2M NaOH and characterization using FTIR and GC-MS. Meanwhile, the results of the synthesis of the Schiff-Fe(III) base complex compound were tested for physical properties in the form of shape, color and melting point using MPA and characterization using UV-Vis, FTIR, Jobs' method, AAS and the Kjeldahl method.

The research results of the Schiff base ligand 2-methoxy-6-(((4-methoxyphenyl)imino)methyl)phenol produced a yield of 98.39% with physical characteristics in the form of a powder, brownish yellow in color, and a melting point of 87 – 89 °C. The chemical properties test produced a Schiff base product that was completely soluble in 2M NaOH with the result being a yellow colored solution and slightly soluble in distilled water which was indicated by the presence of a precipitate and a slightly yellowish colored solution. Characterization of the Schiff base ligand using FTIR obtained a typical absorption of the Schiff base in the form of an imine group at a wave number of 1620 cm^{-1} and characterization using GCMS obtained 1 peak with a molecular ion (m/z) 257 with a purity of 100% which indicated that the synthesis product had been formed. Furthermore, the results of research on the Schiff-Fe(III) base complex compound in variations 10; 20; and 30 minutes each has physical characteristics in the form of powder, blackish brown in color, and a melting point of 178 – 181 °C; 179 – 181 °C; and 178 – 182 °C. Qualitative characterization of Schiff-Fe(III) base complex compounds in 10 variations; 20; and 30 minutes using UV-Vis respectively showed a hypsochromic shift as well as the appearance of the d – d transition at a wavelength of 600 nm; 585 nm; and 613 nm. Characterization of Schiff-Fe(III) base complex compounds in variations 10; 20; and 30 minutes using FTIR respectively showed a shift in the absorption of the imine functional group ($C=N$) from a wave number of 1620 cm^{-1} to 1643 cm^{-1} and a wave number of 1620 cm^{-1} to 1612 cm^{-1} . Other absorptions appear at wave numbers 532 cm^{-1} and 447 cm^{-1} , namely from the Fe-O and Fe-N functional groups, which indicates coordination between the ligand and the metal. Jobs' quantitative test method produces a mole ratio of metal and ligand in complex compounds, namely 1:4. Characterization of the Schiff-Fe(III) base complex compound in a 10 minute variation using AAS produced an Fe content of 5.1661% and characterization of the nitrogen (N) atom of the Schiff-Fe(III) base complex compound in a 10 minute variation using the Kjeldahl method produced an N content of 5.4630%. These results indicate that a Schiff-Fe(III) base complex compound has been formed with the predicted molecular formula, namely $[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N})_4]$.

مستخلص البحث

ممتاز، ل.، خ. ٢٠٢٤. تخليق وتوصيف مركبات الحديد (III) المعقدة مع قاعدة شيف ليجند ٢-ميثوكسي-٦-((٤-ميثوكسي فينيل) أمينو) ميثيل (فينول) استخدام طريقة الطحن في اختلافات الزمن ١٠؛ ٢٠؛ و ٣٠ دقيقة. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: أحمد حناي، ماجستير؛ المشرف الثاني: انيتا اندريا نغسة ماجستير في التربية

الكلمات الأساسية: قاعدة شيف، المركب المركب، الحديد (III)، الطحن

قواعد شيف هي مركبات كيميائية تنتج عن تكتيف الأمينات الأولية مع الألدهيدات أو الكيتونات مع خاصية مجموعة الإيمين (C=N). يمكن استخدام مجموعة الإيمين التي تحتوي على ذرات N والمجموعة الفينولية التي تحتوي على ذرات O في قواعد شيف كروابط في تكوين مركبات معقدة. يهدف هذا البحث إلى تحديد خصائص قاعدة شيف ليكاند ٢-ميثوكسي-٦-((٤-ميثوكسي فينيل) إيمينو) ميثيل (فينول) وخصائص المنتج الناتج من تفاعل التعقيد Fe(III) مع قاعدة شيف يجند في أوقات طحن متفاوتة من ١٠؛ ٢٠؛ و ٣٠ دقيقة.

في هذا البحث، تم إجراء تصنيع مركب قاعدة شيف من معدن الحديد (III) مع ليكاند ٢-ميثوكسي-٦-((٤-ميثوكسي فينيل) إيمينو) ميثيل (فينول) الذي تم الحصول عليه من التخليق بين المتفاعلات O-فانيلين و F-أنيسيدين. تحضير ليكاندات قاعدة شيف ومعقداتها باستخدام طريقة الطحن. تم اختبار نتائج تركيب ليكاند قاعدة شيف للخصائص الفيزيائية في شكل الشكل واللون ونقطة الانصهار باستخدام جهاز نقطة الانصهار (MPA)، والخصائص الكيميائية في شكل الذوبان في الماء المقطر و M2 NaOH والتوصيف باستخدام FTIR و جي سي-MS. وفي الوقت نفسه، تم اختبار نتائج تصنيع مركب قاعدة Schiff-Fe(III) للخصائص الفيزيائية في شكل الشكل واللون ونقطة الانصهار باستخدام MPA والتوصيف باستخدام UV-Vis، FTIR، طريقة AAS، Jobs، وطريقة كيلدال.

أنتجت نتائج الأبحاث لمركب شيف الأساسي ٢-ميثوكسي-٦-((٤-ميثوكسي فينيل) إيمينو) ميثيل (فينول) عائد ٩٨,٣٩٪ مع خصائص فيزيائية على شكل مسحوق، لون أصفر بني، ونقطة انصهار من ٨٧ - ٨٩ درجة مئوية. أنتج اختبار الخواص الكيميائية منتج قاعدة شيف الذي كان قابلاً للذوبان تمامًا في $M NaOH_2$ وكانت النتيجة عبارة عن محلول أصفر اللون وقابل للذوبان قليلاً في الماء المقطر والذي تمت الإشارة إليه من خلال وجود محلول راسب ومحلول أصفر اللون قليلاً. تم الحصول على توصيف ليجند قاعدة شيف باستخدام FTIR على امتصاص نموذجي لقاعدة شيف على شكل مجموعة إيمين (C=N) عند رقم موجة ١٦٢٠ سم^{-١} والتوصيف باستخدام GCMS تم الحصول على ذروة واحدة مع أيون جزيئي (م/ ز) ٢٥٧ بدرجة نقاء ١٠٠٪ مما يدل على أنه قد تم إنشاء تصنيع المنتج. علاوة على ذلك، فإن نتائج البحث على مركب قاعدة Schiff-Fe(III) في الأشكال ١٠؛ ٢٠؛ و ٣٠ دقيقة باستخدام UV-Vis أظهرت على التوالي تحولاً ناقص الصبغ إلى ظهور الانتقال d-d عند طول موجة قدره ٦٠٠ نانومتر؛ ٥٨٥ نانومتر؛ و ٦١٣ نانومتر. توصيف المركبات المعقدة الأساسية Schiff-Fe(III) في الأشكال ١٠؛ ٢٠؛ و ٣٠ دقيقة باستخدام FTIR على التوالي أظهرت تحولاً في امتصاص المجموعة الوظيفية الإيمينية (C=N) من رقم موجة ١٦٢٠ سم^{-١} إلى ١٦٤٣ سم^{-١} وعدد موجة ١٦٢٠ سم^{-١} إلى ١٦١٢ سم^{-١}. وتظهر الامتصاصات الأخرى عند أرقام الموجات ٥٣٢ سم^{-١} و ٤٤٧ سم^{-١}، وتحديداً من المجموعات الوظيفية Fe-O و Fe-N، مما يشير إلى التنسيق بين الليجند والمعدن. تنتج طريقة الاختبار الكمي لجوز نسبة مولية من المعدن والليكاند في المركبات المعقدة، وهي ١:٤. أنتج توصيف المركب المركب الأساسي Schiff-Fe(III) في تباين مدته ١٠ دقائق باستخدام AAS محتوى Fe بنسبة ٥,١٦٦١٪ وتوصيف ذرة النيتروجين (N) للمركب المركب الأساسي Schiff-Fe(III) في ١٠ دقائق أنتج الاختلاف باستخدام طريقة Kjeldahl محتوى N بنسبة ٥,٤٦٣٠٪. تشير هذه النتائج إلى أن مركب قاعدة Schiff-Fe(III) قد تم تكوينه بالصيغة الجزيئية المتوقعة، وهي $[Fe(III)(C_{15}H_{15}O_3N)_4]$.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Basa Schiff merupakan senyawa kimia dengan ciri khas berupa gugus imina ($-C=N-$) yang diperoleh dari hasil kondensasi antara amina primer dengan aldehida atau keton. Gugus imina yang mengandung atom N dan gugus fenolik yang mengandung atom O dalam basa Schiff dapat digunakan sebagai ligan multidentat, yakni sebagai ligan bidentat, pentadentat, heksadentat dan heptadentat (Liu X., dan Hamon, 2019). Dalam bidang kimia organik ligan basa Schiff mengalami perkembangan pesat, hal ini karena ligan basa Schiff memiliki kemampuan dalam membentuk senyawa kompleks dengan ion logam. Selain itu, ligan basa Schiff memiliki afinitas pembentukan kompleks secara stabil dengan logam transisi seperti Fe, Mn, Cu, Cd, Co, Zn dan Ni (Liu X., dan Hamon, 2019).

Belakangan ini, dilaporkan bahwa basa Schiff memiliki peranan penting dalam kimia koordinasi dan aplikasinya yang begitu luas dalam kehidupan, seperti dalam bidang biologi, bidang kesehatan, industri, dan aplikasi lainnya. Keberadaan basa Schiff dalam bidang biologi memiliki potensi anti mikroba yakni sebagai anti bakteri dan anti jamur, di mana aplikasinya lebih baik dibandingkan dengan senyawa yang tidak dikomplekskan (Saranya dkk., 2020). Dalam bidang kesehatan berperan sebagai anti kanker (Solihah Khaidir dkk., 2018), dan anti inflamasi (Sangeetha dan Gandhimathi, 2023). Selain itu, berfungsi sebagai antioksidan (Abdulrazzaq dan Al-Hamdani, 2023), katalis (Al-Qaisi dkk., 2016), dan sel surya peka pewarna/*Dye Sensitized Solar Cells* (DSSC) (Gautam dkk., 2023).

Maraknya penelitian terkait kompleks basa Schiff menjadikan beberapa peneliti telah melakukan sintesis kompleks basa Schiff guna mengetahui aplikasinya. Hal ini seperti pada penelitian Al-Qaisi dkk. (2016) yaitu terkait pengujian aktivitas katalisis kompleks basa Schiff dengan logam Fe(III) terhadap sikloadisi karbon dioksida dan epoksida. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) memiliki aktivitas katalisis yang baik dalam pelarut polar pada kondisi yang relatif ringan. Sehingga keberadaannya cukup sebagai katalis sikloadisi karbon dioksida dan epoksida serta tidak diperlukannya penambahan katalis lain.

Sangeetha dan Gandhimathi (2023) telah menguji aktivitas anti inflamasi kompleks basa Schiff dari hasil sintesis antara ligan (E)-N-(4-(diethylmetilamina)benzilidena)-4-(pirimidin-2-sulfonamidil)benzenamina dengan masing-masing logam berupa Co(II) dari $CoCl_2$, Zn(II) dari $ZnCl_2$, dan Cd(II) dari $CdCl_2$. Pengujian anti inflamasi dilakukan menggunakan metode *paw oedema*. Hasil pengujiannya menunjukkan bahwa kompleks basa Schiff yang memiliki aktivitas anti inflamasi tertinggi yaitu kompleks basa Schiff-Co(II) dengan nilai anti inflamasi sebesar 84%, kemudian kompleks basa Schiff-Zn(II) dengan nilai anti inflamasi sebesar 81%. Sedangkan untuk kompleks basa Schiff-Cd(II) tidak menunjukkan nilai aktivitas anti inflamasi.

Kilinc dkk. (2019) telah melakukan sintesis kompleks basa Schiff dari ligan 5-amino-2,4-diklorofenol-3,5-ditetrabutylsalisilaldiamin dengan logam Fe(II). Hasil sintesisnya terbentuk senyawa kompleks 5-amino-2,4-diklorofenol-3,5-ditetrabutylsalisilaldiamin-Fe. Kompleks yang telah terbentuk diuji sel surya peka pewarna melalui pengukuran kerapatan arus (J) versus tegangan (V) yang dilakukan menggunakan PCE-S20 dengan sumber cahaya monokromatik yang terdiri dari lampu 150-W Xe dan monokromator. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa kompleks basa Schiff yang terbentuk mengalami peningkatan nilai J dan V, hal ini menandakan bahwa adanya injeksi elektron yang efektif ke dalam TiO₂ pita konduksi dari keadaan tereksitasi pewarna kompleks. Sehingga kompleks basa Schiff memiliki efisiensi DSSC yang baik. Selain itu, menurut Gautam dkk. (2023) pada penelitiannya terkait DSSC terhadap kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) dan Co(III) telah membuktikan bahwa memiliki performa yang baik di sinar tampak, sehingga dapat meningkatkan kerapatan arus (J).

Abdulrazzaq dan Al-Hamdani (2023) telah menguji aktivitas antioksidan pada kompleks basa Schiff. Mula-mula kompleks basa Schiff disintesis melalui ligan 4-((2-hidroksikuinolin-7-il) diazenil)-N-(4-metilsoxazol-il) benzena sulfonamida dengan logam yang digunakan berupa Fe(III), Cr(III), Co(II), dan Cu(II). Aktivitas antioksidan ditentukan melalui nilai IC, semakin kecil nilai IC maka aktivitas antioksidan akan semakin baik. Hasil uji kompleks basa Schiff menunjukkan bahwa ligan dengan logam Fe(III) memiliki aktivitas antioksidan ketiga terbaik setelah logam Co dan Cr. Namun apabila dibandingkan dengan senyawa basa Schiff tanpa pengompleksan, maka senyawa yang dikomplekskan memberikan aktivitas antioksidan lebih baik.

Selain itu, Solihah Khaidir dkk. (2018) telah menguji aktivitas anti kanker pada kompleks basa Schiff. Mula-mula ligan yang digunakan dalam pembentukan kompleks disintesis dari reaktan o-vanilin dan m-fenilendiamin. Selanjutnya kompleks disintesis menggunakan ligan basa Schiff dengan logam yang digunakan berupa Cu(II) dan Co(II). Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa adanya atom logam dapat meningkatkan potensi anti kanker dari kompleks yang disintesis. Hal ini dikarenakan atom logam sebagai situs aktif untuk sifat anti kanker, adanya atom logam dapat meningkatkan aktivitas anti kanker secara proporsional. Logam Cu(II) memiliki sifat anti kanker yang lebih tinggi dibandingkan logam Co(II), dan senyawa tanpa pengompleksan menunjukkan aktivitas anti kanker yang paling rendah.

Keberadaan senyawa basa Schiff dapat dimanfaatkan sebagai ligan dalam pembentukan senyawa kompleks seperti pada beberapa penelitian yang telah disebutkan. Hal ini diminati karena adanya atom donor O dan N. Selain itu, beberapa kompleks basa Schiff menunjukkan sifat fisik dan kimia yang menarik. Ditinjau berdasarkan sifat fisiknya, kompleks basa Schiff memiliki keistimewaan dari segi bentuk berupa struktur geometris oktahedral (Radha dkk., 2018). Sedangkan ditinjau berdasarkan sifat kimianya, keunikan kompleks basa Schiff salah satunya dapat dilihat dari studi termal dan kelarutannya. Radha dkk. (2018) telah melakukan penelitian terkait studi termal terhadap kompleks basa Schiff dengan logam Co(II)

dan Cu(II), hasil penelitiannya menunjukkan bahwa masing-masing kompleks terdekomposisi pada 40 – 635 °C dan 40 – 621 °C. Selanjutnya, Al-Riyahee dkk. (2018) telah meneliti mengenai kompleks basa Schiff dari ligan (E)-2-(((2,5-diflorofenil)imino)metil)fenol dengan logam Co(II), Cu(II) dan Ni(II). Hasil penelitiannya menunjukkan kompleks basa Schiff dengan logam Co(II) sedikit larut dalam air sedangkan Cu(II) dan Ni(II) tidak larut dalam air. Hal ini berbeda dengan senyawa yang tidak dikomplekskan, yakni senyawa basa Schiff tanpa pengompleksan tidak dapat larut dalam air.

Kompleks basa Schiff dengan logam Fe(III) dapat disintesis melalui ligan basa Schiff 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol yang diperoleh dari hasil sintesis reaktan o-vanilin dan p-anisidina. Logam Fe(III) dapat membentuk kompleks karena memiliki kereaktifan yang cukup, sehingga dapat membentuk koordinasi dengan ligan-ligan. Sirumapea dan Khoirunisa (2015) telah mensintesis kompleks Fe(III) dengan ligan basa Schiff yang diperoleh dari reaktan 4,4-diaminodifenil eter dan senyawa ortohidroksi benzaldehida. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa terbentuk kompleks basa Schiff yang mampu menghambat pertumbuhan bakteri *Staphylococcus aureus* dengan nilai hambat lebih besar dibandingkan senyawa basa Schiff tanpa adanya pengompleksan. Selain itu, Sen dkk. (2020) telah melakukan sintesis kompleks basa Schiff dari 1,4-bis(3-aminopropil)-piperazina dan 5-tert-butil-2-hidroksi-benzaldehida dengan logam Co(II) dan Fe(III) menggunakan pelarut etanol. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa terbentuk kompleks basa Schiff yang dapat dimanfaatkan sebagai teknologi MFC untuk produksi listrik ramah lingkungan.

Sintesis kompleks basa Schiff dapat dilakukan melalui dua metode yaitu konvensional dan *green synthesis*. Metode konvensional merupakan metode yang dianggap kurang ramah lingkungan karena menggunakan pelarut dan katalis anorganik. Sedangkan metode *green synthesis* merupakan metode yang dianggap ramah lingkungan karena menggunakan pelarut air dan katalis alami atau tanpa menggunakan keduanya. Beberapa metode *green synthesis* diantaranya adalah pengadukan, *microwave*, sonikasi, refluks dan penggerusan. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode penggerusan yang melibatkan transfer panas melalui energi gesek tanpa melibatkan pelarut dan katalis anorganik (Liu Y. dkk., 2019).

Allah Swt. berfirman dalam al-Quran surat ar-Rum ayat 41 yang berbunyi:

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, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)” (Q.S ar-Rum: 41).

Menurut tafsir as-Sa'di oleh Syaikh Abdurrahman bin Nashir as-Sa'di, pakar tafsir abad 14 H ayat di atas menjelaskan secara tegas terkait beragam fenomena rusaknya lingkungan di laut atau darat, bermula dari ulah tangan manusia yang tidak bertanggungjawab dan Allah Swt. memberikan balasan atas amal perbuatan agar manusia dapat kembali lagi kepada-Nya.

Sehingga, sebagai manusia yang diciptakan sempurna dengan adanya akal menjadikan kita harus berpikir atas apa yang diciptakan-Nya. Peran akal manusia dapat dimanfaatkan untuk terus menimbang secara matang-matang sebelum melakukan sebuah tindakan serta menggali potensi yang telah diberikan Allah Swt. kepada kehidupannya dan sekelilingnya sebagai bentuk rasa syukur atas nikmat-Nya. Contohnya seperti metode penggerusan yang digunakan untuk mensintesis ligan basa Schiff serta kompleksnya. Seperti yang telah disebutkan, sintesis menggunakan metode penggerusan dapat mengurangi bahaya terhadap lingkungan. Selain itu, metode ini dapat membentuk senyawa kompleks dengan logam Fe(III). Adanya pembentukan kompleks ini dapat memberikan banyak manfaat bagi kehidupan.

Feng dkk. (2015) telah melakukan sintesis kompleks basa Schiff dengan logam Fe(III) menggunakan metode refluks dengan pelarut metanol anhidrida. Reaktan yang digunakan untuk mensintesis ligan basa Schiff berupa 5-nitrosalisilaldehida dan 1,3-propanadiamina dengan perbandingan molar 2:1. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa rendemen senyawa kompleks basa Schiff sebesar 41%. Peneliti lain seperti Dinesh Karthik dkk. (2020) telah berhasil mensintesis kompleks basa Schiff menggunakan ligan yang diperoleh dari reaktan tirosin dan isoleusin dengan 2,4-dihidroksibenzaldehida dan logam yang digunakan berupa Cu(II). Metode yang digunakan untuk mensintesis adalah metode penggerusan, tanpa melibatkan pelarut dan katalis anorganik. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa terbentuk kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) berupa padatan berwarna hijau kebiruan. Selain itu, kompleks basa Schiff memiliki aktivitas sebagai antioksidan, antibakteri dan anti jamur yang baik. Sehingga, dengan adanya penelitian terkait kompleks basa Schiff dengan logam Fe(III) menggunakan metode penggerusan diharapkan menjadi terobosan baru guna mengurangi penggunaan pelarut dan katalis anorganik yang kurang ramah lingkungan. Hasil sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), *Gas Chromatography–Mass Spectrometry* (GC-MS), *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis), metode Jobs, *Atomic Absorption Spectrofotometry* (AAS), dan metode Kjeldahl.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini diantaranya adalah:

1. Bagaimana karakteristik senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan FTIR dan GC-MS ?
2. Bagaimana karakteristik produk hasil reaksi pengompleksan Fe(III) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol pada variasi waktu penggerusan 10; 20; dan 30 menit menggunakan UV-Vis, FTIR, metode Jobs, AAS, dan metode Kjeldahl ?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan pada penelitian ini diantaranya adalah :

1. Untuk mengetahui karakteristik ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan FTIR dan GC-MS.
2. Untuk mengetahui karakteristik produk hasil reaksi pengompleksan Fe(III) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol pada variasi waktu penggerusan 10; 20; dan 30 menit menggunakan UV-Vis, FTIR, metode Jobs, AAS, dan metode Kjeldahl.

1.4 Batasan Masalah

1. Metode yang digunakan untuk mensintesis adalah metode penggerusan.
2. Reaktan yang digunakan untuk mensintesis ligan basa Schiff adalah o-vanilin dan p-anisidina dengan perbandingan 1:1.
3. Sintesis kompleks basa Schiff menggunakan ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan ion pusat Fe^{3+} dengan perbandingan 2:1 pada variasi waktu penggerusan 10; 20; dan 30 menit.
4. Karakterisasi ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan instrumen FTIR dan GC-MS. Sedangkan karakterisasi senyawa kompleksnya dengan logam Fe(III) menggunakan instrumen UV-Vis, FTIR, metode Jobs, AAS, dan metode Kjeldahl.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi senyawa kompleks Fe(III) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan metode penggerusan yang mudah, ramah lingkungan serta efisien. Hasil uji sintesis dapat diteliti lebih lanjut untuk menguji potensinya dalam berbagai bidang, seperti katalis, biologi, kesehatan dan lain-lain.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

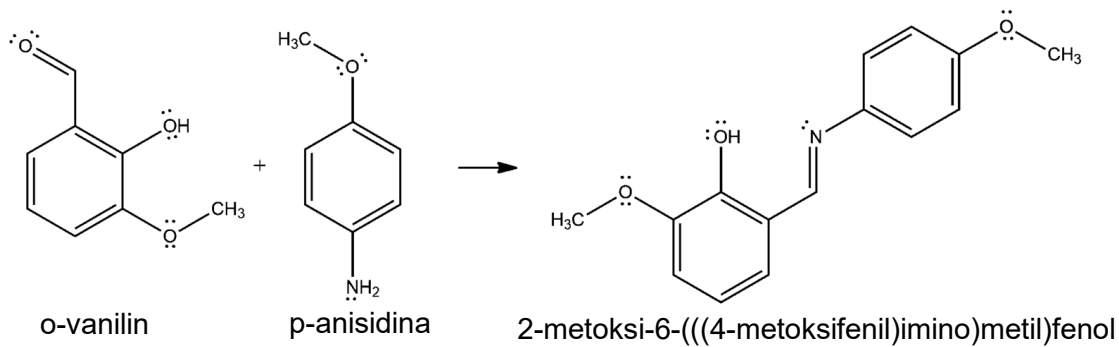
2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol merupakan senyawa basa Schiff yang berasal dari hasil reaksi kondensasi antara amina primer dengan aldehida/keton. Aldehida yang digunakan berupa o-vanilin dan amina primer berupa p-anisidina. orto-Vanilin merupakan senyawa fenolat turunan benzena dengan rumus struktur $C_8H_8O_3$ yang memiliki gugus fungsi metoksi (-OCH₃), gugus aldehida (RCOH) dan gugus hidroksil (OH) terletak pada posisi orto di antara gugus aldehida dan metoksi. Pembentukan ligan basa Schiff dari o-vanilin lebih stabil, mudah dan cepat untuk membentuk kelat dengan ion logam dibandingkan vanilin yang memiliki posisi gugus substituen secara berjauhan. Sedangkan p-anisidina merupakan senyawa kimia turunan amina primer dengan rumus struktur C_7H_9NO yang memiliki gugus fungsi amina (NH₂) dan metoksi (-OCH₃). Gugus amina yang terdapat pada strukturnya bertindak sebagai nukleofil (atom yang mendonorkan pasangan elektron bebasnya) (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol merupakan ligan monodentat atau bidentat yang dapat membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan atom pusat berupa logam melalui atom O dari gugus fenolik atau atom N dari gugus imina. Dalam perkembangannya, berbagai macam senyawa basa Schiff dan sifatnya dipelajari karena senyawa ini memiliki struktur yang sangat fleksibel dan beragam. Ligan basa Schiff memiliki fungsi penting dalam bidang kimia, terutama dalam pengembangan senyawa kompleks basa Schiff yang stabil (Liu X., dan Hamon, 2019).

Pembentukan ligan basa Schiff dapat melalui dua tahap reaksi yakni adisi gugus karbonil yang memiliki sifat parsial positif oleh p-anisidina yang memiliki sifat parsial negatif dan eliminasi air sehingga terbentuknya gugus imina. Basa Schiff yang terbentuk dari aldehida lebih mudah dibandingkan dari keton. Hal ini dikarenakan keton memiliki efek sterik yang lebih besar, sehingga membutuhkan energi yang besar dalam reaksinya. Selain itu, produk basa Schiff yang terbentuk dari aldehida aromatik, contohnya o-vanilin lebih stabil dibandingkan basa Schiff dari aldehida alifatik, karena aldehida aromatik memiliki sistem konjugasi sedangkan aldehida alifatik mudah berpolimerisasi (Xavier dan Srividhya, 2014; Fessenden dan Fessenden, 1982).

Beberapa peneliti melakukan sintesis basa Schiff, seperti Nadhifah (2020) telah berhasil mensintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dari reaktan o-vanilin dan p-anisidina. Hasil penelitiannya menunjukkan sifat fisik berupa padatan berwarna kuning kecoklatan dan titik leleh sebesar 98 – 101 °C. Sedangkan sifat kimianya yaitu larut dalam NaOH dan sedikit larut dalam air. Senyawa basa Schiff larut dalam NaOH karena memiliki gugus fenolat yang bersifat asam, sehingga ketika direaksikan dengan suatu

basa NaOH maka akan membentuk suatu garam yang larut dalam air. Reaksi yang terjadi pada pembentukan senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dapat dilihat pada Gambar 2.1.

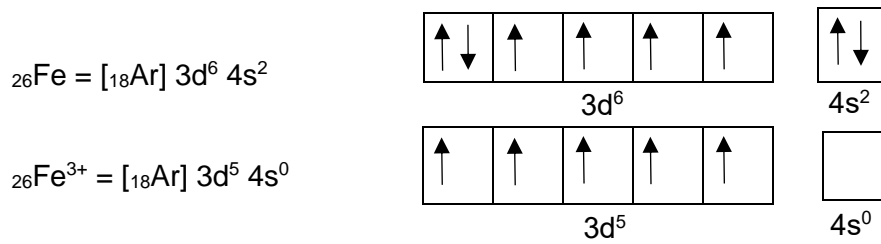


Gambar 2.1 Reaksi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

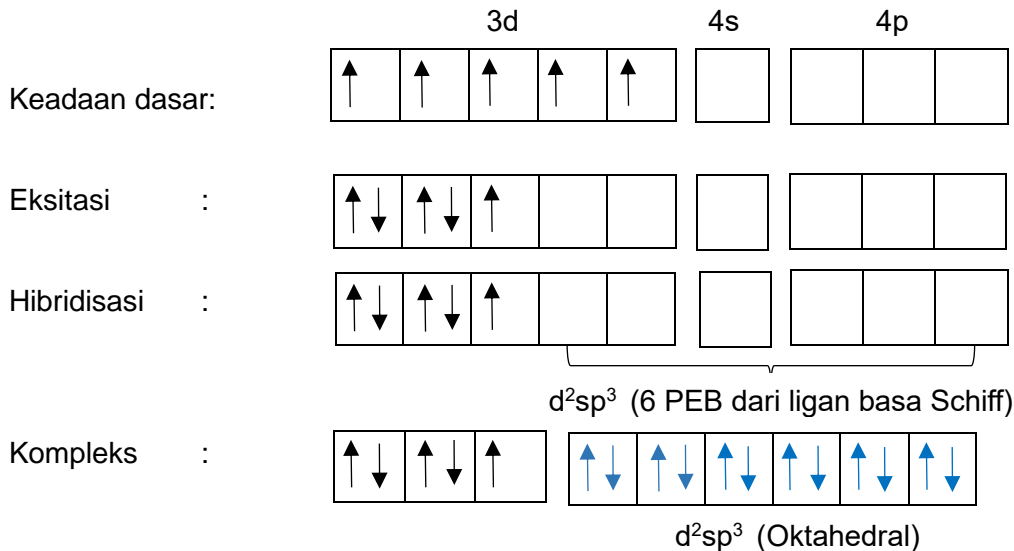
2.2 Logam Fe(III)

Besi/Fe(III) merupakan unsur golongan transisi dengan konfigurasi elektron $[18\text{Ar}]3d^5 4s^0$ yang termasuk ke dalam unsur penyusun kerak bumi dengan kelimpahan besar di alam. Dalam sistem periodik unsur, besi terletak di periode empat golongan VIII B dengan nomor atom 26 dan massa atom relatif 55,84 g/mol. Ditinjau dari sifat fisiknya besi memiliki titik leleh sebesar $1540\text{ }^\circ\text{C}$ dan titik didih sebesar $3000\text{ }^\circ\text{C}$. Sedangkan berdasarkan sifat kimianya, besi mudah larut dalam asam mineral. Selain itu, Fe(III) memiliki kestabilan yang tinggi dan bersifat paramagnetik dengan momen magnetik sebesar 5,9 Bohr Magneton (BM). Nilai momen magnetik ini yang mengidentifikasi adanya lima elektron tidak berpasangan (spin tinggi) dalam konfigurasi elektronnya (Harsojo dkk., 2023).

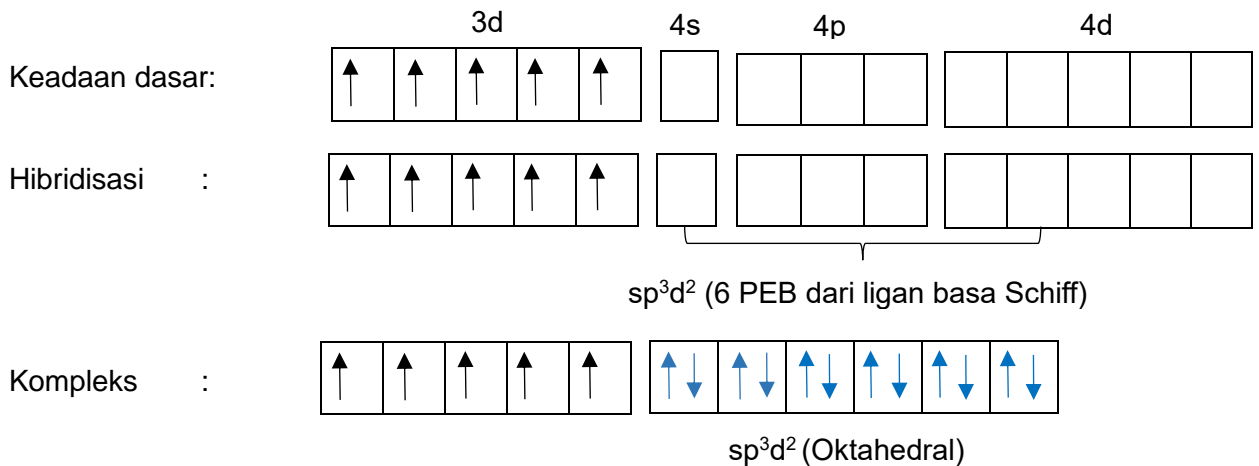
Dalam perkembangan senyawa kompleks, Fe(III) dapat berperan sebagai atom pusat yang menerima pasangan elektron bebas dari ligan basa Schiff sehingga keduanya mengalami koordinasi dan membentuk suatu geometri kompleks. Pembentukan geometri kompleks dipengaruhi oleh beberapa faktor, salah satunya jenis ligan yang mempengaruhi pengisian ruang-ruang orbital dalam hibridisasi. Jenis ligan terbagi menjadi dua, yakni ligan kuat yang memiliki energi tinggi dan ligan lemah yang memiliki energi rendah. Apabila ligan yang digunakan berupa ligan kuat maka akan menyebabkan terjadinya eksitasi (elektron yang berada dalam orbital akan mengalami kenaikan tingkat energi setelah hibridisasi), karena adanya desakan dari ligan kuat. Sedangkan, apabila ligan yang digunakan berupa ligan lemah maka tidak menyebabkan terjadinya eksitasi (elektron tetap berada dalam orbital semula setelah hibridisasi), karena kurangnya kekuatan energi dari ligan sehingga tidak dapat mendesak elektron untuk mengalami eksitasi. Hibridisasi Fe(III) dengan ligan basa Schiff pada kompleks oktahedral dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Fe^{3+} dan ligan basa Schiff kuat :



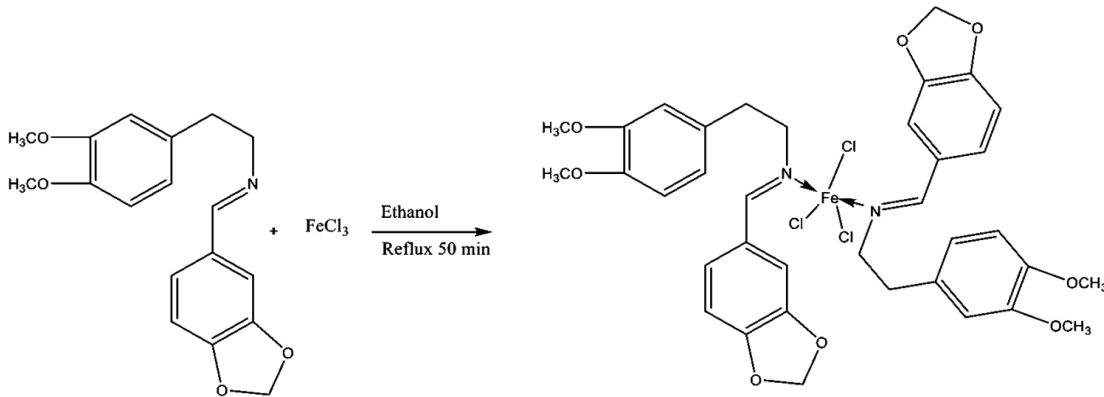
Fe^{3+} dan ligan basa Schiff lemah :



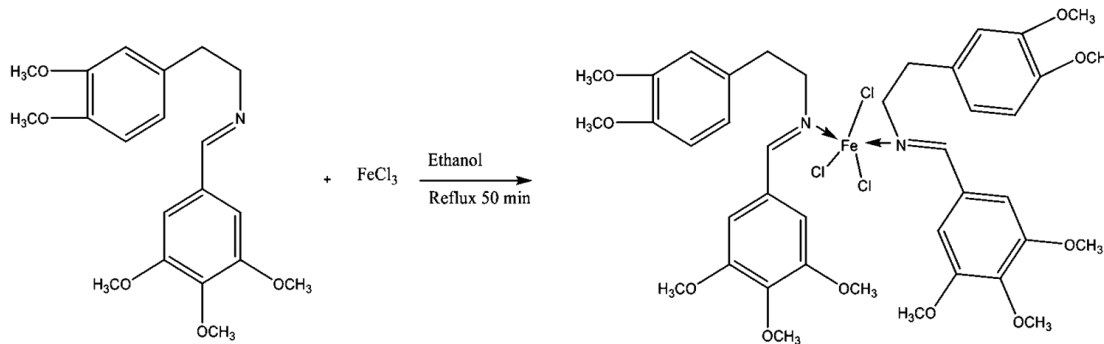
Gambar 2.2 Hibridisasi Fe^{3+} dengan ligan basa Schiff kuat dan lemah

Maraknya penelitian kompleks basa Schiff-Fe(III) menjadikan peneliti telah melakukan sintesis guna mengetahui aplikasinya, seperti Naureen dkk. (2021) telah berhasil mensintesis kompleks dari dua ligan basa Schiff salah satunya dengan logam Fe(III). Hasil sintesisnya menunjukkan bahwa kedua kompleks basa Schiff-Fe(III) memiliki geometri oktahedral yang dapat dilihat pada Gambar 2.3 dan Gambar 2.4. Kompleks basa Schiff yang dihasilkan memiliki aktivitas anti tumor/anti kanker yang diuji pada *Agrobacterium tumefaciens strains*. Selain itu, kompleks tersebut memiliki aktivitas antibakteri dan anti jamur. Pengujian antibakteri menggunakan *Escherichia coli* serta *Staphylococcus aureus* sebagai gram negatif dan

Pseudomonas aeruginosa sebagai gram positif, hasil ujinya menunjukkan kompleks basa Schiff-Fe(III) memiliki aktivitas antibakteri terbaik yaitu pada sampel *Staphylococcus aureus*. Sedangkan uji anti jamur menggunakan sampel *Candida albican* dan *Candida glabrata*, hasil ujinya menunjukkan kompleks basa Schiff-Fe(III) memiliki aktivitas anti jamur terbaik yaitu pada sampel *Candida albican*. Luasnya manfaat dari besi, maka diperlukan metode yang tepat untuk mensintesisnya. Senyawa kompleks besi dapat disintesis melalui berbagai metode, salah satunya metode penggerusan.



Gambar 2.3 Sintesis kompleks Fe(III) dengan ligan basa Schiff (L₁) (Naureen dkk., 2021)



Gambar 2.4 Sintesis kompleks Fe(III) dengan ligan basa Schiff (L₂) (Naureen dkk., 2021)

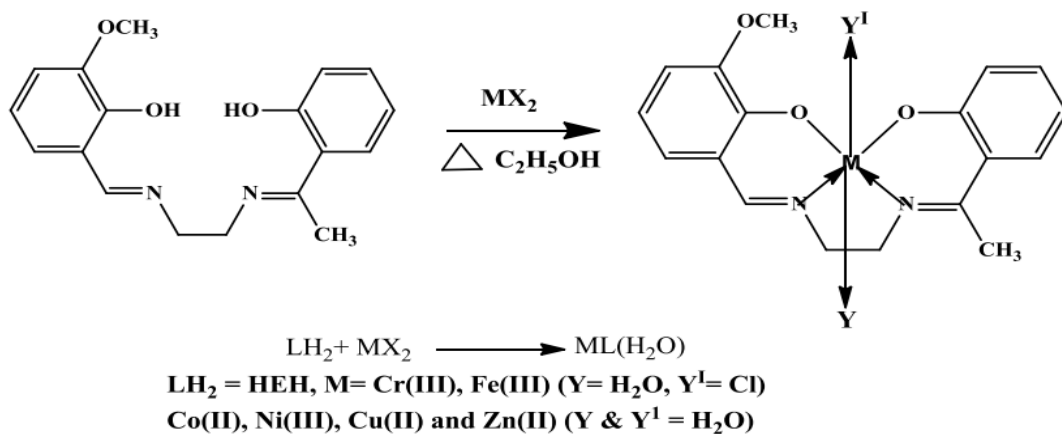
2.3 Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari ion logam sebagai atom pusat yang terikat dengan ligan sebagai pendonor pasangan elektron bebas. Ketika ion logam berinteraksi dengan ligan maka akan menghasilkan kelat atau kompleks. Pembentukan senyawa kompleks terjadi akibat adanya ikatan kovalen koordinasi. Ikatan kovalen koordinasi merupakan ikatan yang terjadi karena adanya pemakaian bersama pasangan elektron bebas yang didonorkan oleh atom donor dari ligan menuju orbital kosong ion pusat. Sehingga, senyawa kompleks dapat disebut sebagai senyawa koordinasi. Senyawa koordinasi merupakan kombinasi antara asam Lewis dan basa Lewis. Asam Lewis merupakan atom pusat yang mengalami kekurangan elektron, keberadaannya bertindak sebagai akseptor

(penerima) elektron dari ligan. Sedangkan basa Lewis merupakan ligan yang memiliki pasangan elektron bebas, keberadaannya bertindak sebagai pendonor (pemberi) elektron kepada atom pusat (Effendy, 2013).

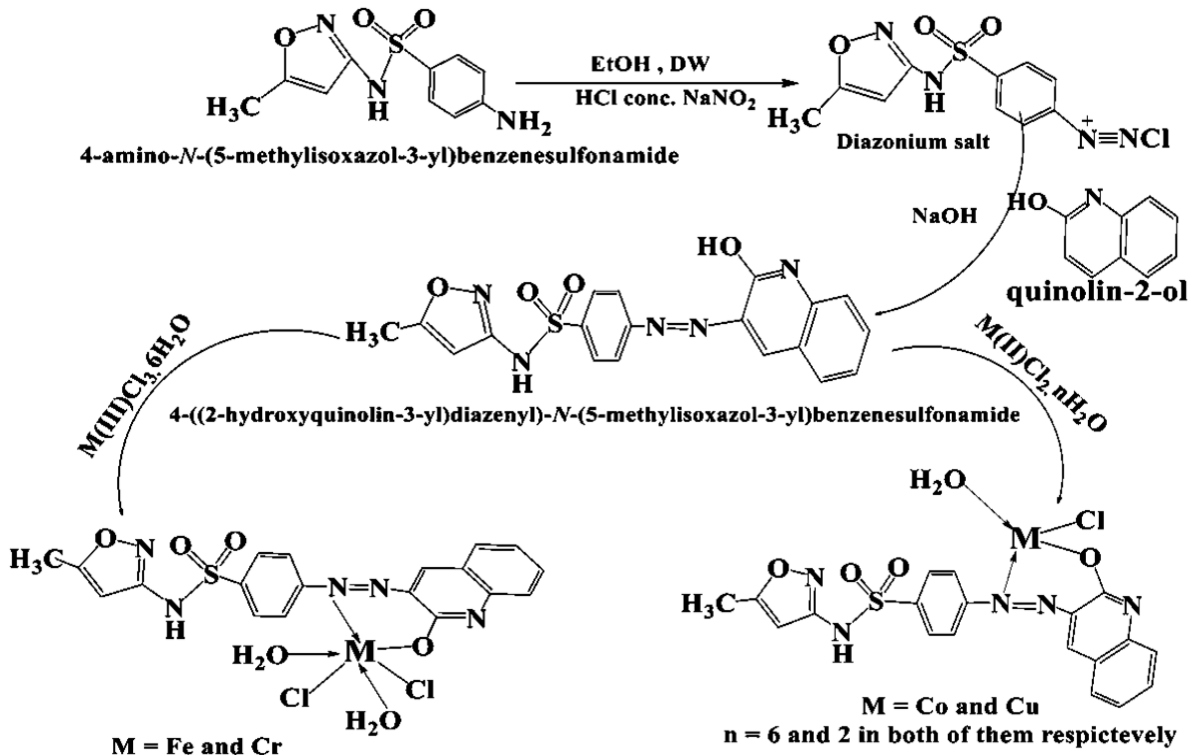
Logam transisi dapat bertindak sebagai atom pusat yang digunakan dalam pembentukan senyawa kompleks. Hal ini dikarenakan logam transisi memiliki kemudahan dalam membentuk ion kompleks akibat adanya orbital valensi yang belum terisi penuh (Effendy, 2013). Sehingga, orbital valensi yang belum terisi penuh akan dimasuki oleh ligan yang bertindak sebagai donor pasangan elektron bebas. Pemilihan jenis ligan memiliki kontribusi besar, karena dapat mempengaruhi geometri kompleks melalui banyaknya pasangan elektron bebas yang didonorkan oleh ligan kepada atom pusat. Jenis ligan yang dapat digunakan sangat bervariasi, mulai dari ligan yang paling sederhana, yaitu ligan yang terdiri dari satu atom donor sampai ligan yang sangat rumit seperti ligan-ligan makrosiklik.

Kumar dkk. (2017) berhasil mensintesis senyawa kompleks basa Schiff dengan logam Cr(III), Fe(III), Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Zn(II). Ligan yang digunakan untuk mensintesis senyawa kompleks adalah 2-((E)-((2-((E)-(1-(2-hidroksifenil)etilidena)amino)etil)imino)metil)-6-metoksifenol) o-hidroksiasetofenon yang diperoleh dari reaktan o-vanilin serta o-hidroksiasetofenon dan 1,2-etilendiamina. Hasil sintesisnya menunjukkan bahwa terbentuk kompleks basa Schiff dengan geometri masing-masing berupa oktahedral. Pembentukan senyawa kompleks basa Schiff dengan logam Cr(III), Fe(III), Co(II), Ni(II), Cu(II) dan Zn(II) dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Pembentukan senyawa kompleks basa Schiff dengan logam (Kumar dkk., 2017)

Selain itu, Abdulrazzaq dan Al-Hamdani (2023) telah berhasil mensintesis kompleks dari ligan basa Schiff 4-((2-hidroksikuinolin-7-il) diazenil)-N-(4-metilsokazol-3-il)benzena sulfonamida dengan logam Cr(III), Fe(III), Co(II) dan Cu(II). Hasil sintesisnya menghasilkan kompleks basa Schiff Cr(III) serta Fe(III) dengan geometri oktahedral dan kompleks basa Schiff Co(II) serta Cu(II) dengan geometri tetrahedral. Sintesis ligan basa Schiff dan senyawa kompleksnya dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Sintesis ligan basa Schiff dan senyawa kompleks (Abdulrazzaq dan Al-Hamdani, 2023)

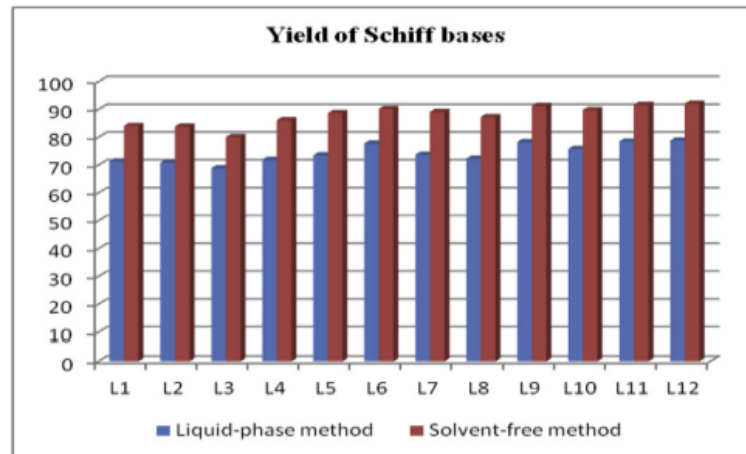
2.4 Metode Penggerusan

Sintesis ligan basa Schiff dan kompleksnya dilakukan menggunakan metode penggerusan. Metode penggerusan adalah salah satu metode *green synthesis* yang dianggap ramah lingkungan karena tanpa melibatkan pelarut organik. Berbeda dengan metode konvensional yang umumnya menggunakan pelarut organik. Sehingga dianggap kurang ramah lingkungan karena dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Beberapa kelebihan metode *green synthesis* diantaranya adalah (Liu Y. dkk., 2019):

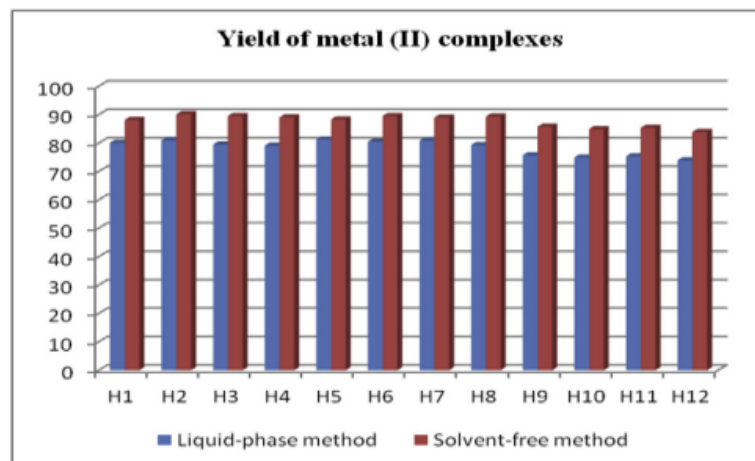
1. Ramah lingkungan, hal ini karena tanpa melibatkan pelarut dan katalis anorganik yang dapat menyebabkan kerusakan lingkungan atau dapat menggunakan pelarut dan katalis alami.
2. Mengurangi biaya, karena tidak membutuhkan tambahan pelarut dan katalis anorganik.
3. Mudah dilakukan.
4. Efisien.
5. Menghasilkan rendemen produk yang banyak.

Metode penggerusan melibatkan transfer energi panas melalui adanya gesekan. Energi inilah yang digunakan untuk memulai suatu reaksi kimia secara langsung berkaitan dengan jumlah energi dalam sistem, atau disebut energi aktivasi. Liu Y. dkk. (2019) telah berhasil mensintesis kompleks dengan logam Zn(II), Pb(II), Cd(II), dan Ni(II). Ligan yang digunakan berupa basa Schiff ferosenil kalkon yang diperoleh dari reaktan ferosenil kalkon, S-

benzil ditiokarbamat dan asam p-toluenasulfonat. Salah satu metode yang digunakan untuk sintesis ligan dan senyawa kompleks berupa metode penggerusan (bebas pelarut) dengan menggunakan mortar dan alu pada suhu ruang. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa metode penggerusan menghasilkan rendemen tinggi, waktu singkat dan mudah dilakukan dibandingkan metode dengan menggunakan pelarut. Perbandingan rendemen antara metode bebas pelarut dan menggunakan pelarut dalam mensintesis ligan dapat dilihat pada Gambar 2.7 dan kompleksnya dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 7 Rendemen ligan (Liu Y. dkk., 2019)



Gambar 2. 8 Rendemen kompleks (Liu Y. dkk., 2019)

2.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

2.5.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Fourier Transform Infra-Red (FTIR) merupakan instrumen yang digunakan untuk menentukan gugus fungsi dari senyawa basa Schiff dan kompleksnya. Ligan basa Schiff memiliki serapan khas berupa gugus imina ($-C=N-$). Prinsip FTIR didasarkan pada interaksi antara materi yang dikenai radiasi elektromagnetik berupa sinar infra merah yang menyebabkan molekul mengalami vibrasi. Jika sinar infra merah dilewatkan pada suatu

sampel, maka ada sejumlah frekuensi yang diserap dan diteruskan. Penyerapan cahaya oleh suatu molekul bergantung pada struktur elektronik molekul tersebut. Dimana, molekul yang menyerap energi akan mengalami kenaikan tingkat energi dari keadaan dasar menuju keadaan tereksitasi. Sehingga setiap senyawa akan memiliki serapan pada bilangan gelombang yang berbeda-beda antara satu dengan lainnya serta dapat di bedakan dan dikuantifikasikan (Harwood dan Claridge, 1996).

Naureen dkk. (2021) telah berhasil menganalisis ligan basa Schiff serta kompleksnya dengan logam Fe(III) dan Zn(II) menggunakan instrumen FTIR. Hasil analisisnya menunjukkan bahwa ligan basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 1660 cm^{-1} yang merupakan serapan khas dari gugus imina (-C=N-). Sedangkan serapan gugus imina pada senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) muncul pada bilangan gelombang 1642 cm^{-1} dan senyawa kompleks basa Schiff-Zn(II) muncul pada bilangan gelombang 1650 cm^{-1} . Serapan senyawa kompleks mengalami pergeseran ke bilangan gelombang yang lebih rendah dibandingkan dengan ligan basa Schiff, hal ini dikarenakan adanya koordinasi antara ligan dengan logam, yaitu terjadinya donor elektron dari N pada gugus imina ke orbital kosong ion logam.

2.5.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS

GC-MS merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi ligan basa Schiff, di mana instrumen ini terbagi menjadi dua bagian yaitu GC dan MS. Kromatografi gas (GC) merupakan alat yang digunakan untuk memisahkan senyawa yang mudah menguap. Prinsipnya didasarkan atas distribusi sampel pada fase diam dan fase gerak. Dalam praktiknya, sampel yang sudah berbentuk cair diinjeksikan dengan *syringe*, kemudian diuapkan. Hasil penguapan akan terbawa oleh gas *carrier* (gas pembawa) berupa gas helium (He) sebagai fasa gerak yang bersifat *inert* menuju kolom pemisahan (kolom silika) sebagai fasa diam. Komponen yang terdistribusi pada fase gerak akan keluar terlebih dahulu sedangkan komponen yang terdistribusi pada fase diam akan tertinggal di dalam kolom dan akan keluar berdasarkan atas perbedaan retensi serta afinitas terhadap fasa diam. Selanjutnya, komponen yang telah terpisah diteruskan ke detektor dan hasilnya berupa data puncak yang direkam melalui layar komputer. Hasil tersebut akan diteruskan ke spektrometer massa untuk menentukan massa molekul relatif (M_r) dan pola fragmentasinya (Lafferty, 1988; Willian dan Pardi, 2022).

Spektroskopi massa merupakan alat yang digunakan untuk menentukan massa molekul suatu senyawa melalui ion molekuler. Dalam tekniknya molekul dibombardir dengan seberkas elektron berenergi tinggi, sehingga terjadinya proses ionisasi dan fragmentasi. Hasil dari fragmen tersebut salah satunya adalah ion positif yang akan masuk ke dalam detektor dan selebihnya akan dibelokkan, dimana setiap jenis ion memiliki rasio khusus antara massa terhadap muatan (m/z). Informasi yang diperoleh dari spektroskopi massa berupa ion molekuler (m/z) yang setara dengan massa molekul relatif (M_r) dan prediksi struktur molekul

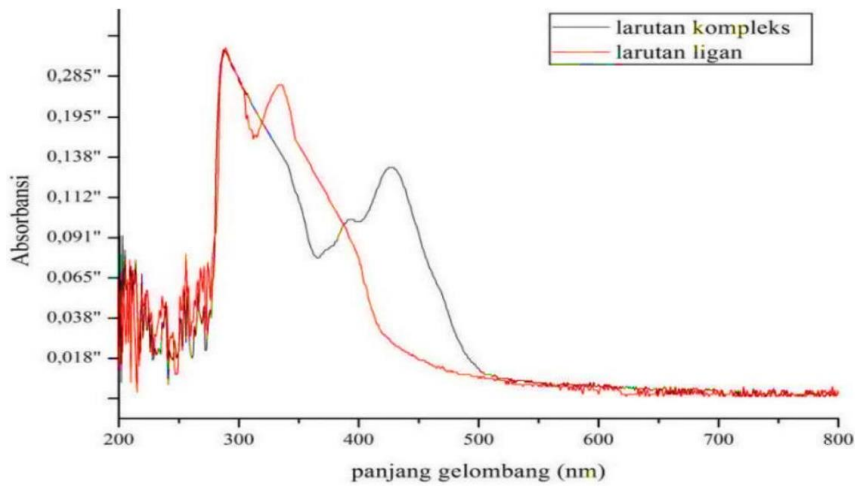
berdasarkan pola fragmentasi (Lafferty, 1988).

Nadhifah (2020) telah berhasil menganalisis ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dari reaktan o-vanilin dan p-anisidina menggunakan kromatografi gas dan spektroskopi massa. Hasil penelitian menggunakan kromatografi gas menunjukkan satu puncak pada waktu retensi sebesar 44,186 menit dengan persen luas area 100%. Sehingga, hal tersebut menandakan kemurnian senyawa target sebesar 100%. Selanjutnya hasil analisis GC di analisa menggunakan spektroskopi massa untuk memperkuat dugaan produk sintesis. Hasil analisisnya menunjukkan harga ion molekuler m/z 257. Harga ion molekuler senyawa target setara dengan berat molekul ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yaitu 257,28 g/mol. Sehingga, hasil analisa spektra massa diduga merupakan senyawa target ligan basa Schiff.

2.5.3 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan instrumen yang bersumber dari sinar *ultraviolet* dengan rentang panjang gelombang 200 – 400 nm dan sinar tampak atau *visible* dengan rentang panjang gelombang 400 – 800 nm. Prinsipnya melibatkan interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik berupa sinar *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis). Ketika suatu materi berinteraksi dengan cahaya UV-Vis maka akan ada sinar yang dipantulkan dan diserap sehingga menyebabkan terjadinya transisi elektronik, yaitu elektron pada keadaan dasar (tingkat energi rendah) menuju keadaan tereksitasi (tingkat energi tinggi). Data yang diperoleh dari UV-Vis dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis UV-Vis secara kualitatif dilakukan dengan data sekunder atau data pendukung, yaitu dapat ditentukan dari panjang gelombang maksimum. Sedangkan analisis UV-Vis secara kuantitatif salah satunya untuk menghitung perbandingan mol ligan dan logam dalam senyawa kompleks melalui metode Jobs (Fahriyah, 2021). Sampel yang dianalisis dalam spektroskopi dapat berupa senyawa organik yang memiliki gugus kromofor (adanya ikatan rangkap terkonjugasi) dan gugus auxokrom (gugus yang terikat dengan gugus kromofor), senyawa kompleks maupun senyawa anorganik yang berada pada orbital d dan f (Suhartati, 2017).

Sofiana Agustin dkk. (2017) telah melakukan analisis ligan [N,N'-bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamin dan kompleksnya dengan logam Cu(II) menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil analisisnya menunjukkan bahwa ligan basa Schiff memiliki panjang gelombang 288 nm dengan transisi $\pi-\pi^*$ dan panjang gelombang 335 nm dengan transisi $n-\pi^*$, sedangkan senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) memiliki panjang gelombang 289 nm dengan transisi $\pi-\pi^*$ dan transisi $n-\pi^*$ tidak terdeteksi. Gambar 2.9 menunjukkan adanya perbedaan puncak kompleks dengan ligan.

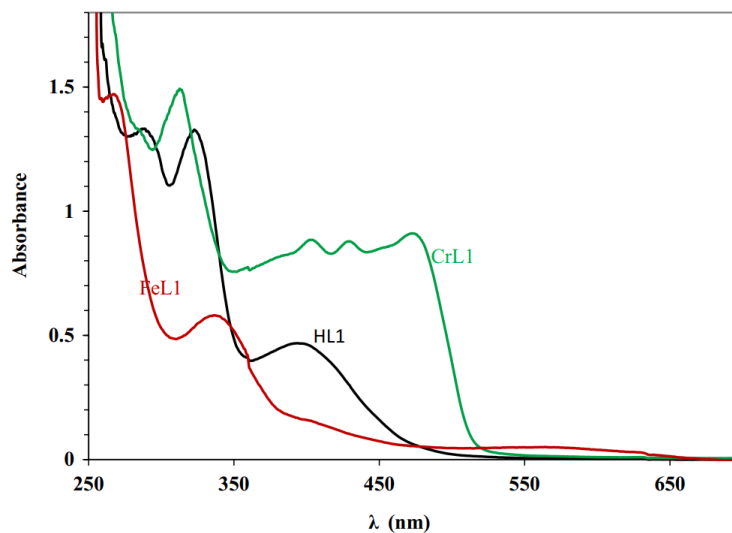


Gambar 2.9 Spektra UV-Vis (Sofiana Agustin dkk., 2017)

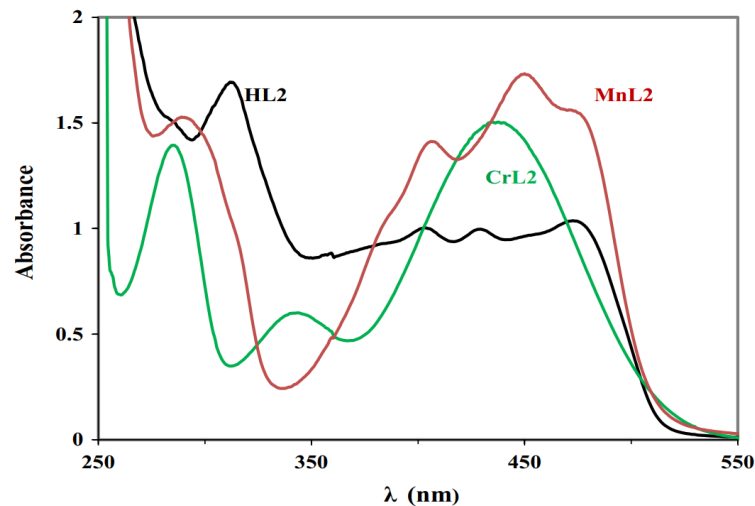
Abdel-Rahman dkk. (2023) telah menganalisis ligan basa Schiff dan kompleksnya dengan logam Mn(II), Fe(III), dan Cr(III) menggunakan spektrofotometer *Ultraviolet-visible*. Hasil analisisnya menunjukkan panjang gelombang ligan basa Schiff serta kompleksnya yang dapat dilihat pada Tabel 2.1. Spektra UV-Vis ligan basa Schiff serta kompleksnya dapat dilihat pada Gambar 2.10 dan Gambar 2.11.

Tabel 2.1 Hasil spektra UV-Vis ligan basa Schiff serta kompleksnya

Senyawa	Ligan 1	Ligan 2	CrL1	FeL1	CrL2	MnL2
λ_{maks}	286	331	315	286	288	288
(nm)	387	327	406	346	348	408
		381	431	414	435	452
			475			477



Gambar 2.10 Spektra UV-Vis kompleks basa Schiff (L_1) (Abdel-Rahman dkk., 2023)



Gambar 2.11 Spektra UV-Vis kompleks basa Schiff (L_2) (Abdel-Rahman dkk., 2023)

2.5.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan AAS

Atomic Absorption Spectrofotometry (AAS) atau Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merupakan instrumen yang digunakan untuk analisis atom/unsur dalam suatu sampel. Prinsipnya melibatkan interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sehingga terjadinya penyerapan energi oleh atom yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*) menuju tingkat energi lebih tinggi (*excitation state*). Teknik analisis instrumen ini didasarkan pada proses atomisasi, yaitu penguraian molekul menjadi atom dengan bantuan energi yang dihasilkan dari *flame* (nyala). Mula-mula sampel masuk ke dalam AAS melalui pipa kapiler sehingga akan diteruskan ke *spray chamber* untuk proses nebulisasi. Selanjutnya sampel yang berbentuk *spray* diteruskan ke dalam *burner* dan masuk ke dalam *flame* sehingga terjadinya proses atomisasi lalu diteruskan ke monokromator dan ke detektor. Selain itu, pada proses atomisasi terdapat lampu katoda yang menjadi ciri khas dari instrumen AAS. Lampu katoda merupakan sumber radiasi yang digunakan untuk pengukuran AAS yang bersifat spesifik pada setiap unsurnya, biasanya berbentuk lampu katoda cekung (Nasir, 2019).

Dharmayanti dan Martak (2015) telah mensintesis senyawa kompleks dari ligan 2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol dengan logam mangan(II). Hasil sintesis kompleks dilakukan analisa kadar logam Mn dalam senyawa kompleks. Pada tahapannya, mula-mula larutan sampel dan larutan standar dilakukan preparasi. Larutan sampel dibuat sebesar 100 ppm sedangkan larutan standar juga dibuat 100 ppm. Setelah keduanya siap maka dilanjutkan analisis menggunakan instrumen AAS. Hasil analisisnya menunjukkan bahwa sampel mengandung kadar logam Mn sebesar 5,10 % dengan konsentrasi sebesar 0,198 ppm. Sehingga, diperoleh prediksi rumus molekul yang paling mendekati dan sesuai yaitu $[Mn(2(4-nitrofenil)-4,5-difenil-1H-imidazol)_3]$.

2.5.5 Karakterisasi Atom Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl

Nitrogen (N) merupakan salah satu unsur yang terdapat dalam struktur kompleks basa

Schiff, letaknya yaitu pada gugus khas basa Schiff berupa imina ($-C=N-$). Mengingat keberadaannya unsur nitrogen dapat dianalisis menggunakan metode Kjeldahl. Metode Kjeldahl merupakan metode sederhana yang digunakan untuk penetapan kadar nitrogen dalam sampel. Prosesnya melibatkan tiga proses utama, yaitu destruksi, destilasi, dan titrasi. Tahap pertama adalah destruksi, yaitu proses perubahan suatu senyawa dalam sampel menjadi unsur-unsurnya dengan bantuan asam. Selanjutnya adalah tahap destilasi yang melibatkan penambahan basa ke dalam larutan digesi untuk mengubah NH_4^+ menjadi NH_3 . Tahap terakhir adalah titrasi, pada tahap ini digunakan HCl sebagai larutan baku standar dan indikator metil merah untuk melihat perubahan warna biru menjadi merah muda. Akhir tirasi ditandai dengan terbentuknya warna merah muda yang tidak hilang selama 30 detik, selanjutnya kadar nitrogen dihitung menggunakan Persamaan 3.2 (Amalia dan Fajri, 2020).

Amalia dan Fajri (2020) telah menganalisa atom nitrogen pada sampel pupuk urea jenis prill dan granul. Tahap analisisnya mula-mula destruksi menggunakan asam sulfat. Selanjutnya di destilasi menggunakan NaOH untuk memperoleh NH_3 . Terakhir adalah titrasi menggunakan larutan standar HCl dan indikator metil merah. Pengujian sampel dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Hasil pengujiannya diperoleh kadar nitrogen yang sesuai dengan standar mutu pupuk urea menurut SNI No. 02-2801-2010 yang ditunjukkan pada Gambar 2.12.

Kadar Nitrogen (%)					
6 Januari 2020		14 Januari 2020		20 Januari 2020	
<i>Prill</i>	<i>Granul</i>	<i>Prill</i>	<i>Granul</i>	<i>Prill</i>	<i>Granul</i>
46,4 3	46,49	46,3 7	46,26	46,3 5	46,60

Gambar 2.12 Hasil analisis nitrogen dengan metode Kjeldahl (Amalia dan Fajri, 2020)

2.6 Sintesis Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan dalam Perspektif Islam

Metode penggerusan merupakan salah satu metode sintesis hijau yang ramah lingkungan karena tanpa melibatkan penggunaan pelarut maupun katalis anorganik. Beberapa peneliti sebelumnya telah mensintesis senyawa menggunakan metode penggerusan, diantaranya Jovianto (2020) telah mensintesis senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan waktu penggerusan 20 menit, hasil sintesisnya menunjukkan rendemen sebesar 99,7% dengan kemurnian 100%. Selain itu, Jovianto (2020) telah mensintesis 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan metode sintesis hijau lainnya, diantaranya adalah metode refluks dengan hasil rendemen 94,3% dan

kemurnian 100%, metode pelarut air (*stirrer*) dengan hasil rendemen 98,0% dan kemurnian 100%, serta metode sonikasi dengan hasil rendemen 99,1% dan kemurnian 100%. Peneliti lain seperti Nadhifah (2020) telah mensintesis senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan variasi waktu penggerusan 30; 45; dan 60 menit. Hasil sintesisnya menunjukkan masing-masing rendemen pada variasi waktu penggerusan 30; 45; dan 60 menit adalah 95,2%; 96,4%; dan 96,8% dengan kemurnian 100%. Hal ini menunjukkan bahwa metode penggerusan memiliki potensi untuk mensintesis senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan hasil rendemen terbanyak. Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya sesuai dengan firman Allah Swt. dalam al-Quran surat Fatir ayat 39 yang berbunyi:

هُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ فِي الْأَرْضِ فَمَنْ كَفَرَ فَعَلَيْهِ كُفْرُهُ ۖ وَلَا يُزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا مُتَمَتًّا ۖ وَلَا يُزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا خَسَارًا

“Dialah yang menjadikan kamu khalifah-khalifah di muka bumi. Barang siapa yang kafir, maka (akibat) kekafirannya menimpa dirinya sendiri. Dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kemurkaan pada sisi Tuhannya dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kerugian mereka belaka” (Q.S Fatir: 39).

Berdasarkan tafsir Al-Wajiz oleh Syaikh Wahbah az-Zuhaili (1993 M), pakar fiqih dan tafsir negeri Suriah, ayat di atas menjelaskan bahwa Allah Swt. menjadikan manusia sebagai khalifah untuk mengambil manfaat dari kebaikan-kebaikan bumi. Sehingga, sebagai manusia sudah sepantasnya untuk mensyukuri dan tidak kufur atas nikmat yang Allah berikan. Menjaga bumi dari kerusakan akibat tangan manusia merupakan salah satu bentuk rasa syukur atas nikmat-Nya. Seperti penggunaan metode ramah lingkungan, salah satunya yaitu metode penggerusan untuk mensintesis ligan basa Schiff serta kompleksnya dengan logam Fe(III). Sehingga adanya metode ini sebagai salah satu bentuk ikhtiar untuk menjaga bumi dari kerusakan akibat tangan manusia sebagaimana ditegaskan Allah Swt. dalam al-Quran surat al-A'raf ayat 56 yang berbunyi:

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

“Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka 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” (Q.S al-A'raf: 56).

Menurut tafsir Jalalayn yang ditulis oleh Jalaluddin al-Mahalli pada tahun 1459 dan dilanjutkan oleh muridnya Jalaluddin as-Suyuthi pada tahun 1505, ayat di atas menjelaskan dengan tegas bahwa Allah Swt. melarang manusia melakukan perbuatan yang dapat merusak bumi. Manusia sebagai khalifah bumi berperan untuk menjaga, memakmurkan serta melestarikan agar terbentuk kemaslahatan sebagaimana mestinya. Prinsip kemaslahatan dalam Islam telah

di tulis oleh Imam An-Nawawi “Tidak ada kemudharatan dan memudharatkan dalam Islam” dalam Hadis al-Arba’in al-Nawawi. Oleh karena itu, sebagai umat Islam kita diperintahkan agar senantiasa melaksanakan sesuatu yang membawa manfaat dan menjauhi sesuatu yang membawa bahaya/kemudharatan. Pada dasarnya menjaga, memakmurkan serta melestarikan bumi sama halnya dengan menjaga ilmu. Apabila dipelajari dan dimanfaatkan maka akan menambah pengetahuan serta memberikan rahmat bagi alam dan sekitarnya. Hal ini dijelaskan oleh firman Allah Swt. dalam al-Quran surat al-Imran ayat 191 yang berbunyi:

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا

عَذَابَ النَّارِ

“(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka” (Q.S al-Imran: 191).

Menurut tafsir Jalalayn yang ditulis oleh Jalaluddin al-Mahalli pada tahun 1459 dan dilanjutkan oleh muridnya Jalaluddin as-Suyuthi pada tahun 1505 dalam al-Quran surat al-Imran ayat 191 menjelaskan bahwa sebagai manusia yang beriman dan berpikir akan menyadari bahwa segala sesuatu yang Allah Swt. ciptakan di bumi maupun di langit tidak ada yang sia-sia dan tanpa hikmah, seperti metode penggerusan. Metode penggerusan melibatkan transfer energi panas melalui adanya gesekan, sehingga terjadinya proses tumbukan antar molekul dan membentuk suatu senyawa.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2023 – Januari 2024 di Laboratorium organik, Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi UV-Vis dan AAS dilakukan di Laboratorium Instrumen, Program Studi Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR dan GC-MS dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta. Analisis metode Kjeldahl dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca arloji, *beaker glass* 50 mL, tabung reaksi, labu ukur 50 mL dan 100 mL, pipet volume 1; 2; 3; 4 dan 5 mL, pipet ukur 10 mL, pipet tetes, pipa kapiler, spatula, batang pengaduk, mortar dan alu, cawan porselen, mortar agate, bola hisap, botol semprot, desikator, neraca analitik, termometer 200 °C, vortex, *Melting Point Apparatus* (MPA) STUART tipe SMP 11, FTIR VARIAN tipe FT 1000, GC-MS QP2010S-SHIMADZU, UV-Vis Varian Carry 50, Spektrofotometer Absorpsi Atom (AAS-240), dan seperangkat alat metode Kjeldahl.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah o-vanilin, p-anisidina, garam logam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NaOH 2M, KBr, kloroform, etanol pro analisis (PA), HNO_3 pekat, H_3BO_3 4%, NaOH 35%, K_2SO_4 , $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, H_2SO_4 , HCl 0,2 N, dan akuades.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan diantaranya adalah sintesis ligan basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dari reaktan o-vanilin dan p-anisidina menggunakan metode penggerusan. Selanjutnya, hasil sintesis dilakukan uji sifat fisik berupa pengamatan bentuk, warna dan uji titik leleh menggunakan MPA. Selain itu, dilakukan uji sifat kimia berupa kelarutan menggunakan akuades dan NaOH 2M. Karakterisasi senyawa produk menggunakan FTIR dan GC-MS.

Ligan basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yang telah terbentuk direaksikan dengan garam logam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ menggunakan metode penggerusan dengan variasi lama penggerusan 10; 20; dan 30 menit untuk mensintesis senyawa kompleks. Selanjutnya, hasil sintesis dilakukan uji sifat fisik yaitu pengamatan bentuk, warna serta uji titik

leleh menggunakan MPA. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, metode Jobs, AAS, dan metode Kjeldahl.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dari reaktan o-vanilin dan p-anisidina menggunakan metode penggerusan.
2. Uji sifat fisik senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol berupa pengamatan bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan MPA.
3. Uji sifat kimia senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol berupa kelarutan dengan akuades dan NaOH 2M.
4. Karakterisasi senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan FTIR dan GC-MS.
5. Sintesis senyawa kompleks dari logam Fe(III) dengan ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan metode penggerusan dengan variasi lama penggerusan 10; 20; dan 30 menit.
6. Uji sifat fisik senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) berupa pengamatan bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan MPA.
7. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) menggunakan UV-Vis, FTIR, metode Jobs, AAS, dan metode Kjeldahl.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan

o-Vanilin sebanyak 1,1526 g (7,5 mmol) dan p-anisidina sebanyak 0,9424 g (7,5 mmol) dimasukkan dalam mortar. Kemudian digerus menggunakan alu pada suhu ruang selama 30 menit. Produk yang terbentuk dikeringkan dalam desikator sampai massanya konstan dan dihitung rendemen produk menggunakan Persamaan 3.1. Selanjutnya, produk hasil sintesis diamati sifat fisiknya berupa bentuk dan warna.

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\% \dots \dots \dots (3.1)$$

3.5.2 Uji Titik Leleh Produk menggunakan MPA (Nadhifah, 2020)

Titik leleh senyawa hasil sintesis berupa ligan basa Schiff dan kompleksnya ditentukan menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA). Masing-masing produk sintesis diambil secukupnya dan dimasukkan ke dalam pipa kapiler. Selanjutnya pipa kapiler dan termometer dimasukkan ke alat MPA. MPA dinyalakan dan diatur kenaikan suhunya sebesar 20 °C/menit. Selanjutnya, suhu diturunkan menjadi 10 °C/menit jika suhu mencapai 60% dari titik leleh teori.

Kemudian, jika suhu yang teramati kurang 15 °C dari titik leleh teori maka suhu diatur menjadi 1 °C/menit. Terakhir, amati proses pelelehan produk sintesis hingga mencair.

3.5.3 Uji Sifat Kimia Produk dengan Larutan Akuades dan NaOH 2M (Nadhifah, 2020)

Uji sifat kimia ligan basa Schiff menggunakan larutan akuades dan NaOH 2M. Masing-masing produk sintesis sebanyak 0,005 g dimasukkan ke dalam dua tabung reaksi yang berbeda. Selanjutnya, tabung reaksi pertama ditambahkan 2 mL akuades dan tabung reaksi kedua ditambahkan 2 mL NaOH 2M. Campuran dalam masing-masing tabung reaksi dikocok dan amati perubahan yang terjadi.

3.5.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR (Rahayu, 2021)

Analisis gugus fungsi ligan basa Schiff menggunakan spektrofotometer FT-IR VARIAN tipe FT 1000. Produk hasil sintesis dicampur KBr dengan perbandingan 2:98 dan digerus dalam mortar agate. Kemudian, campuran ditekan dan dibentuk pelet. Pelet diletakkan dalam *cell holder* dan dianalisis pada rentang bilangan gelombang 4000 – 400 cm⁻¹.

3.5.5 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS (Nadhifah, 2020)

Analisis kemurnian dan ion molekuler ligan basa Schiff menggunakan Kromatografi Gas-Spektra Massa QP2010S-SHIMADZU. Produk hasil sintesis sebanyak 0,1 g dilarutkan dengan kloroform dengan konsentrasi 20.000 ppm dan diinjeksikan dengan *syringe* ke dalam tempat GC-MS pada kondisi operasional berikut:

Jenis kolom	: Rtx 5
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: Gain Mode
Oven	: Terprogram 70 °C (5 menit)-300 °C (19 menit)
Temperatur injektor	: 300 °C
Tekanan gas	: 30 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,5 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium
Pengionan	: <i>Electron Impact</i> (EI) 70 eV

3.5.6 Sintesis Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan

Sintesis senyawa kompleks dari ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan logam Fe(III) dilakukan pada perbandingan 2:1. Ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol sebanyak 0,5146 g (2 mmol) dan garam FeCl₃.6H₂O sebanyak 0,2703 g (1 mmol) dimasukkan dalam mortar. Kemudian digerus menggunakan alu pada suhu ruang dengan variasi lama penggerusan 10; 20; dan 30 menit. Masing-masing produk hasil sintesis diamati sifat fisiknya berupa bentuk, warna, serta titik leleh menggunakan MPA.

3.5.7 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis

3.5.7.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis (Rahayu, 2021)

Uji kualitatif dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang kompleks basa Schiff-Fe(III) dan ligan basa Schiff menggunakan spektrofotometer UV-Vis Varian Carry 50. Masing-masing produk hasil sintesis variasi 10; 20; dan 30 menit serta ligan basa Schiff dilarutkan dalam etanol. Kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dianalisis pada rentang panjang gelombang 200 – 800 nm.

3.5.7.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR (Rahayu, 2021)

Analisis gugus fungsi kompleks basa Schiff-Fe(III) menggunakan spektrofotometer FT-IR VARIAN tipe FT 1000. Masing-masing produk hasil sintesis variasi 10; 20; dan 30 menit dicampur KBr dengan perbandingan 2:98 dan digerus dalam mortar agate. Kemudian, campuran ditekan dan dibentuk pelet. Pelet diletakkan dalam *cell holder* dan dianalisis pada rentang bilangan gelombang 4000 – 400 cm^{-1} .

3.5.7.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam menggunakan Metode Jobs (Fahriyah, 2021)

Uji kuantitatif dilakukan untuk menentukan perbandingan mol ligan dan logam dalam senyawa kompleks menggunakan metode Jobs dengan memvariasikan volume logam dan ligan pada konsentrasi yang sama. Larutan induk logam 0,01 M dibuat dengan menimbang 0,1351 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dalam etanol hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 50 mL. Selanjutnya larutan induk ligan 0,01 M dibuat dengan menimbang 0,1286 g 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan dilarutkan dalam etanol hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 50 mL. Masing-masing larutan induk dimasukkan dalam tabung reaksi sesuai variasi volume pada Tabel 3.1. Tabung 2-6 divortex selama 2 menit. Kemudian, masing-masing larutan dalam tabung reaksi diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis Varian Carry 50 pada λ_{maks} 326. Hasil analisa dibuat kurva dan garis singgung antara fraksi mol ligan terhadap absorbansi terkoreksi.

Tabel 3.1 Variasi volume logam dan ligan

Tabung reaksi	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (mL) 0,01 M	$\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N}$ (mL) 0,01 M
1	10	0
2	5	5
3	4	6
4	3	7
5	2	8
6	1	9
7	0	10

3.5.7.4 Karakterisasi Senyawa Menggunakan AAS (Zulfiah, 2017)

Analisis kadar logam Fe dalam senyawa kompleks menggunakan *Atomic Absorption Spectrofotometry* (AAS). Mula-mula larutan standar Fe 1000 ppm diambil 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditanda bataskan dengan akuades sehingga diperoleh larutan induk 50 ppm. Selanjutnya dibuat larutan standar 1, 2, 3, dan 4 ppm dengan mengambil masing-masing 1 mL, 2 mL, 3 mL, dan 4 mL dari larutan induk 50 ppm, kemudian ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 50 mL.

Larutan sampel dibuat sebesar 2 ppm dengan menimbang 0,0022 g produk hasil sintesis variasi 10 menit dan ditambah dengan 2 mL HNO₃ pekat. Selanjutnya ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 100 mL. Larutan standar dan larutan sampel siap dilakukan uji AAS.

3.5.7.5 Karakterisasi Atom Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl

Analisis kadar nitrogen menggunakan metode Kjeldahl. Tahapannya meliputi destruksi, produk hasil sintesis variasi 10 menit sebanyak 0,4420 g ditimbang dan dimasukkan ke dalam tabung Kjeldahl. Selanjutnya tambahkan K₂SO₄ 3,5 g; CuSO₄.5H₂O 0,1 g; dan H₂SO₄ 12 mL. Panaskan campuran dalam almari asam pada instrumen *Automatic Digestion Unit*. Tahap selanjutnya adalah destilasi dan titrasi, hasil destruksi dipindahkan ke dalam *Automatic Distillation and Titration System*. Pastikan semua reagen H₃BO₃ 4%; NaOH 35%; HCl 0,2 N; dan akuades telah tersedia. Lakukan analisis destilasi dan titrasi pada alat. Terakhir, hitung kadar nitrogen (N) dengan Persamaan 3.2.

$$\%N = \frac{(V2 - V1) \times N \times 14,007}{1000 \times W} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{Persamaan 3.2})$$

Keterangan:

- V2 : Volume titran (mL)
 V1 : Volume blanko (mL)
 N : Normalitas (N)
 14,007 : Berat atom nitrogen
 W : Berat sampel (gram)

3.6 Analisis Data

1. Hasil uji titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA) yaitu dalam bentuk *range* yang diperoleh dari rerata hasil percobaan produk sintesis sebanyak tiga kali pengulangan.
2. Hasil uji sifat kimia berupa kelarutan dengan akuades dan NaOH 2M. Produk sintesis sedikit larut dalam akuades yang ditandai adanya endapan dan larut sempurna dalam NaOH 2M dengan larutan berwarna kuning.

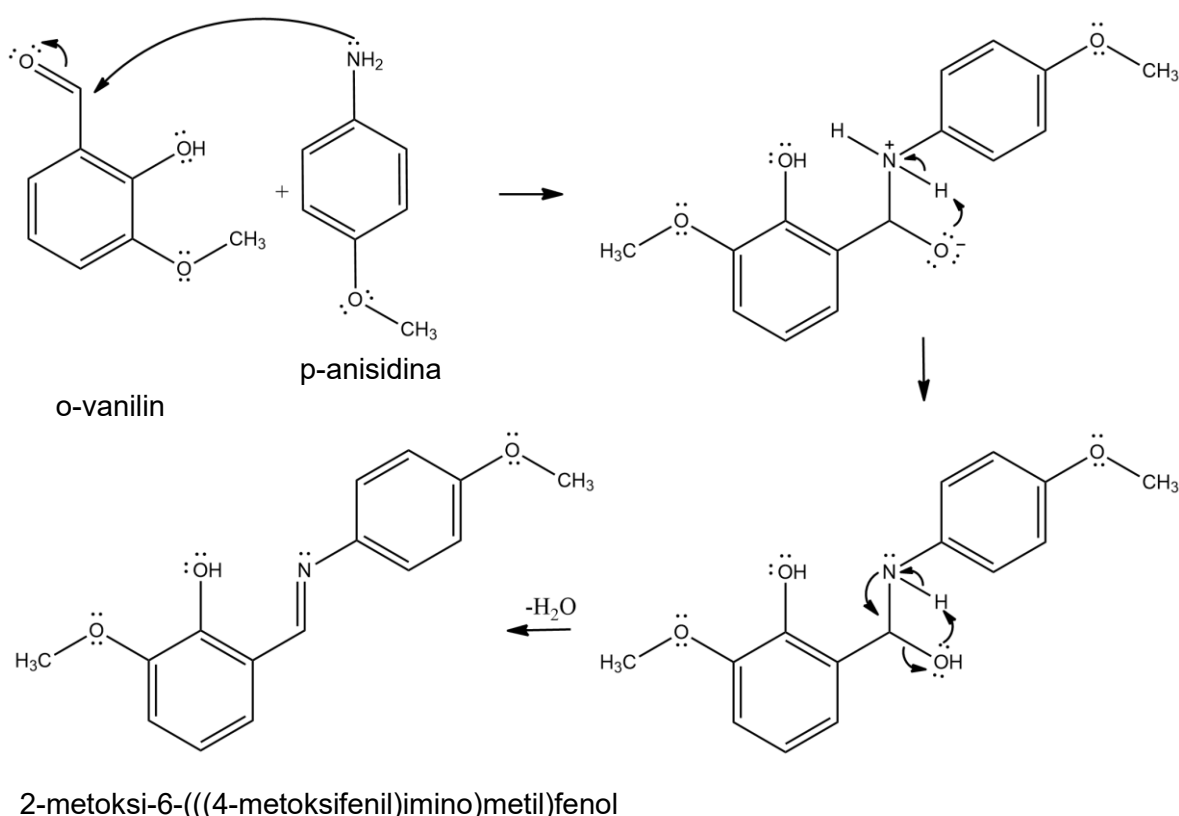
3. Hasil karakterisasi FTIR berupa gugus fungsi produk sintesis pada bilangan gelombang tertentu. Ligan basa Schiff memiliki serapan khas gugus imina pada bilangan gelombang $1690 - 1590 \text{ cm}^{-1}$. Sedangkan kompleks basa Schiff memiliki serapan khas gugus imina dan serapan khas dengan ion logam Fe-O serta Fe-N pada bilangan gelombang sekitar $600 - 400 \text{ cm}^{-1}$.
4. Hasil karakterisasi dengan GC berupa kemurnian produk sintesis yang diperoleh dari persen intensitas puncak. Sedangkan hasil karakterisasi dengan MS berupa ion molekuler yang m/z-nya setara dengan berat molekul. Senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol memiliki berat molekul sebesar 257,28 g/mol.
5. Hasil uji kualitatif UV-Vis berupa panjang gelombang produk sintesis. Senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) dan ligan basa Schiff memiliki serapan pada panjang gelombang daerah ultraviolet dengan transisi $\pi - \pi^*$ dan $n - \pi^*$, sedangkan daerah *visible* menunjukkan adanya interaksi antara logam dan ligan dengan transisi $d - d$ pada senyawa kompleks.
6. Hasil uji kuantitatif menggunakan metode Jobs berupa perbandingan mol logam dan ligan pada senyawa kompleks.
7. Hasil karakterisasi AAS berupa kadar logam Fe dalam senyawa kompleks basa Schiff. Kadar logam hasil eksperimen dibandingkan dengan hasil teoritis.
8. Hasil uji menggunakan metode Kjeldahl berupa kadar nitrogen dalam senyawa kompleks. Kadar nitrogen hasil eksperimen dibandingkan dengan hasil teoritis.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol disintesis menggunakan metode penggerusan yang termasuk kedalam aspek sintesis hijau, beberapa diantaranya ramah lingkungan, efisiensi energi, ekonomi atom, mudah dilakukan, dan penggunaan bahan kimia yang aman untuk mencegah kecelakaan (Liu Y. dkk., 2019; Jovianto, 2020). Metode penggerusan melibatkan proses terjadinya konversi energi mekanik menjadi energi panas akibat adanya gesekan sehingga menyebabkan terjadinya proses tumbukan antar molekul. Molekul o-vanilin dan p-anisidina yang bertumbukan akan bereaksi membentuk ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. Gugus fungsi C=O pada o-vanilin yang bersifat elektrofilik pada atom C akan diserang oleh gugus fungsi NH₂ pada p-anisidina yang bersifat nukleofilik, sehingga keduanya akan bereaksi dan membentuk ikatan C=N yang merupakan gugus fungsi khas pada basa Schiff (Zamrotin, 2022). Mekanisme pembentukan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Mekanisme reaksi ligan basa Schiff

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada Tabel 4.1, uji sifat fisik meliputi warna dan titik leleh. Pengamatan warna produk sintesis berupa kuning kecoklatan, hal ini berbeda dengan warna reaktan o-vanilin dan reaktan p-anisidina. Reaktan o-vanilin berwarna kuning

sedangkan p-anisidina berwarna hitam. Hasil uji titik leleh produk sintesis menunjukkan *range* 87 – 89 °C, hal ini berbeda dengan titik leleh reaktan o-vanilin dan reaktan p-anisidina. Reaktan o-vanilin memiliki *range* titik leleh 40 – 42 °C sedangkan p-anisidina memiliki *range* titik leleh 56 – 59 °C. Adanya perbedaan warna dan titik leleh antara reaktan dengan produk sintesis, mengindikasikan bahwa produk sintesis telah terbentuk. Selain itu, % rendemen yang diperoleh sebesar 98,39%. Zamrotin (2022) telah mensintesis senyawa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol, hasil sintesisnya menunjukkan bahwa produk sintesis berwarna kuning kecoklatan, titik leleh dengan *range* 87 – 88 °C, dan rendemen sebesar 98,42%. Sehingga, adanya kesamaan antara hasil yang diperoleh dengan literatur mengindikasikan bahwa produk sintesis 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol telah terbentuk.

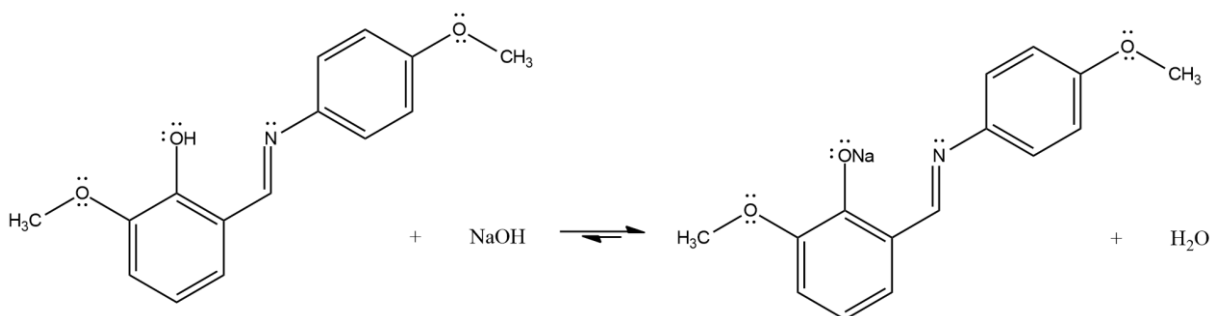
Tabel 4.1 Sifat fisik produk sintesis

Pengamatan	o-Vanilin	p-Anisidina	Produk Sintesis
Wujud	Kristal (padatan)	Kristal (padatan)	Serbuk (Padatan)
Warna	Kuning	Hitam	Kuning kecoklatan
Massa (gram)	1,1526	0,9424	1,8986
% Rendemen	-	-	98,39%
Titik leleh (°C)	40 – 42 ^a	56 – 59 ^a	87 – 89

Keterangan: a = Zamrotin, 2022

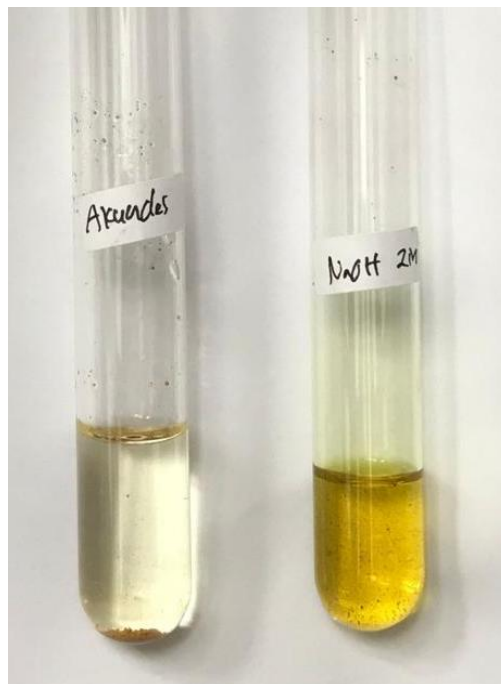
4.2 Uji Sifat Kimia Produk dengan Larutan Akuades dan NaOH 2M

Uji sifat kimia produk sintesis bertujuan untuk mengetahui terbentuknya ligan basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yang didasarkan pada teori asam basa *Bronsted-Lowry*. Ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol termasuk ke dalam golongan senyawa fenolat sehingga gugus -OH-nya yang cenderung bersifat asam. Ketika direaksikan dengan basa NaOH, ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol bertindak sebagai pendonor proton sedangkan NaOH bertindak sebagai penerima proton. Hal ini menyebabkan ion H⁺ pada ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol akan digantikan oleh ion Na⁺ dan membentuk garam yang terlarut dalam air (Zamrotin, 2022). Persamaan reaksi ligan basa Schiff dengan NaOH ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Reaksi produk sintesis dengan NaOH

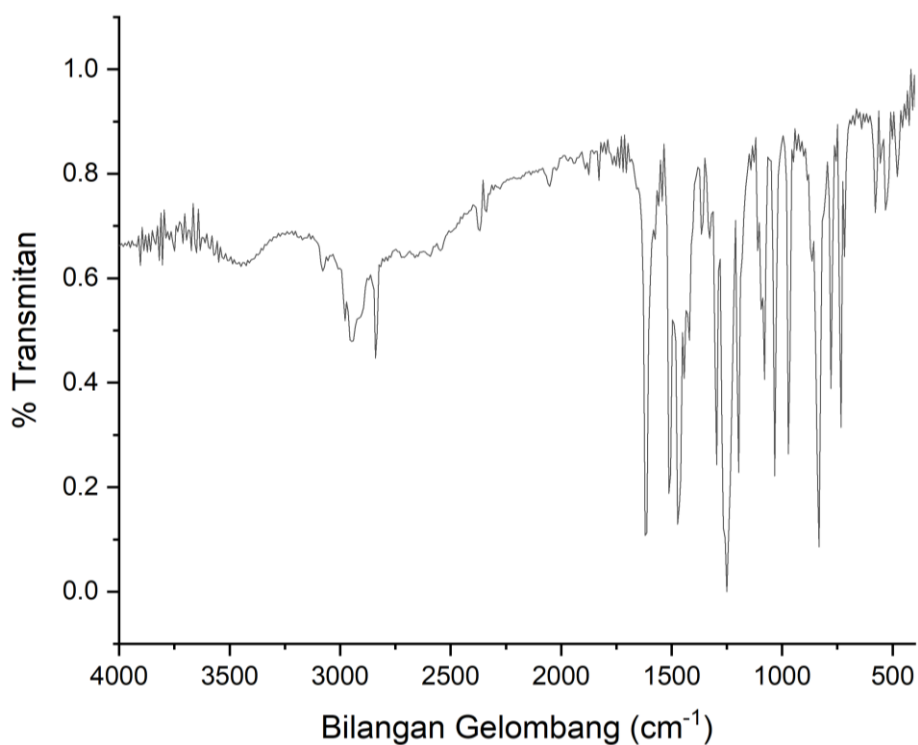
Berdasarkan hasil uji sifat kimia yang ditunjukkan pada Gambar 4.3, produk sintesis sedikit larut dalam akuades dan larut sempurna dalam NaOH 2M. Produk sintesis sedikit larut dalam akuades ditunjukkan dengan hasil larutan berwarna sedikit kekuningan dan terdapat endapan. Sedangkan produk sintesis larut sempurna dalam NaOH dengan hasil larutan berwarna kuning yang mengindikasikan terbentuknya garam dari basa Schiff dan tidak terdapat endapan. Hal ini membuktikan bahwa terdapat gugus fenolat pada produk sintesis, sehingga mengindikasikan ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol telah terbentuk.



Gambar 4.3 Hasil uji sifat kimia produk sintesis

4.3 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi produk sintesis. Pembacaan spektra dilakukan pada bilangan gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$, karena pada daerah tersebut merupakan daerah yang sering kali terjadi serapan vibrasi gugus fungsi. Hasil spektra produk sintesis pada Gambar 4.4 menunjukkan adanya serapan spesifik dengan intensitas yang bervariasi. Gugus fungsi khas imina ($\text{C}=\text{N}$) senyawa basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} dengan serapan yang tajam dan kuat. Selain itu, spektra FTIR menunjukkan hilangnya serapan gugus fungsi $\text{C}=\text{O}$ pada bilangan gelombang 1642 cm^{-1} dari o-vanilin dan gugus fungsi NH_2 pada bilangan gelombang $3422 - 3348 \text{ cm}^{-1}$ dari p-anisidina (Zamrotin, 2022). Sehingga, kedua hal tersebut mengindikasikan bahwa produk sintesis 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol telah terbentuk. Hasil interpretasi gugus fungsi produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.2.



Gambar 4.4 Spektra FTIR produk sintesis ligan basa Schiff

Tabel 4.2 Hasil interpretasi spektra FTIR produk sintesis

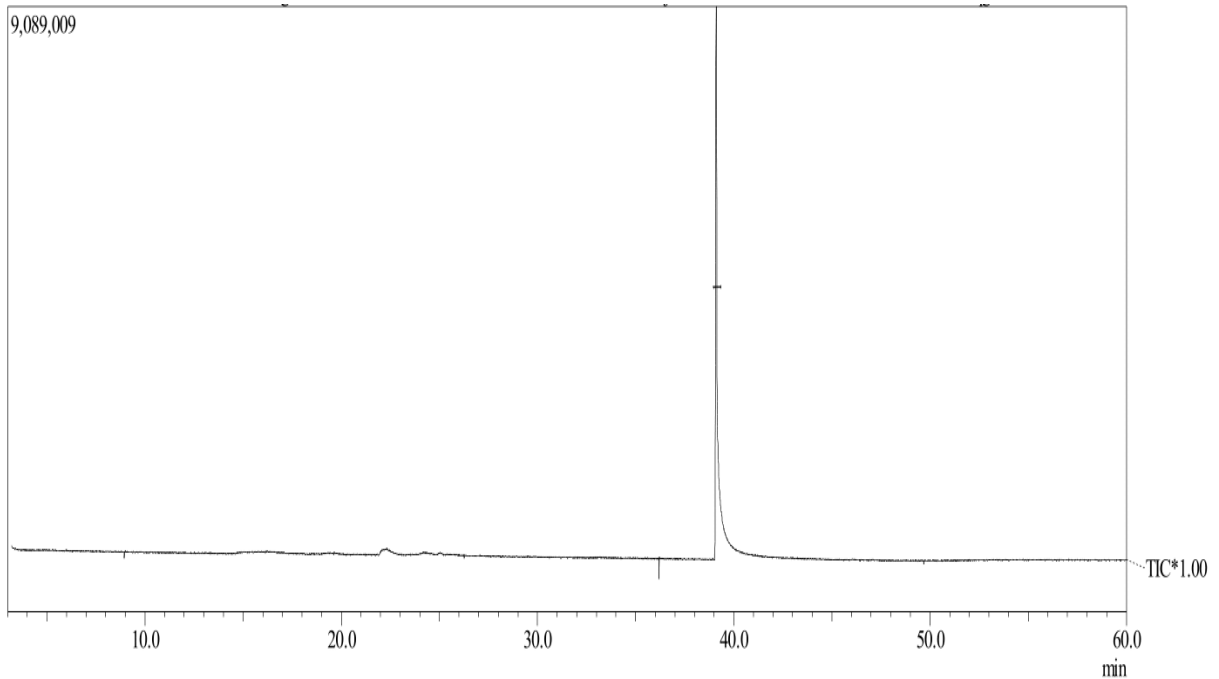
Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Intensitas
	Produk Sintesis	Referensi	
O-H <i>stretch</i>	3410	3600 – 3200 ^b	M
Csp ² -H <i>stretch</i>	3080	3105 – 3000 ^b	w
Csp ³ -H <i>stretch asymmetry</i>	2947	2970 – 2800 ^b	m
Csp ³ -H <i>stretch symmetry</i>	2839	2970 – 2800 ^b	M
Overtone aromatik	1998-1705	2000 – 1667 ^a	W
C=N <i>stretch</i>	1620	1690 – 1590 ^a	S
C=C aromatik	1512	1675 – 1500 ^b	s
Csp ³ -H <i>bend scissoring</i>	1442	1465 – 1440 ^a	m
Csp ³ -H <i>bend rocking</i>	1365	1470 – 1340 ^b	W
C-O-C <i>stretch</i>	1296	1300 – 1000 ^a	S
C-O <i>stretch</i> fenol	1249	1260 – 1180 ^c	S
Csp ² -H <i>bend scissoring</i> aromatik	1080-1033	1100 – 1000 ^d	S
Csp ² -H <i>bend rocking</i> alifatik	972-833	1000 – 650 ^b	S
Csp ² -H <i>bend wagging</i> aromatik	779-732	900 – 690 ^b	S

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

a = Pavia, dkk., 1979 b = Skoog, dkk., 1998 c = Socrates, 2001 d = Silverstein dkk., 1991

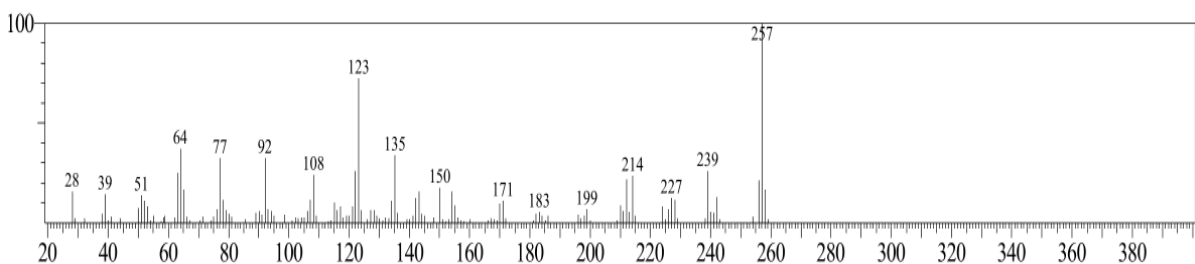
4.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS

Karakterisasi menggunakan GC bertujuan untuk memisahkan senyawa yang terdapat dalam produk sintesis, sehingga dapat diketahui jumlah komponen senyawa yang terkandung di dalamnya. Sedangkan karakterisasi menggunakan MS bertujuan untuk mengetahui berat molekul produk sintesis berdasarkan m/z dari ion molekuler serta untuk menentukan struktur molekul produk sintesis berdasarkan pola fragmentasi (Azizah dkk., 2015). Hasil analisis GC berupa kromatogram yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.

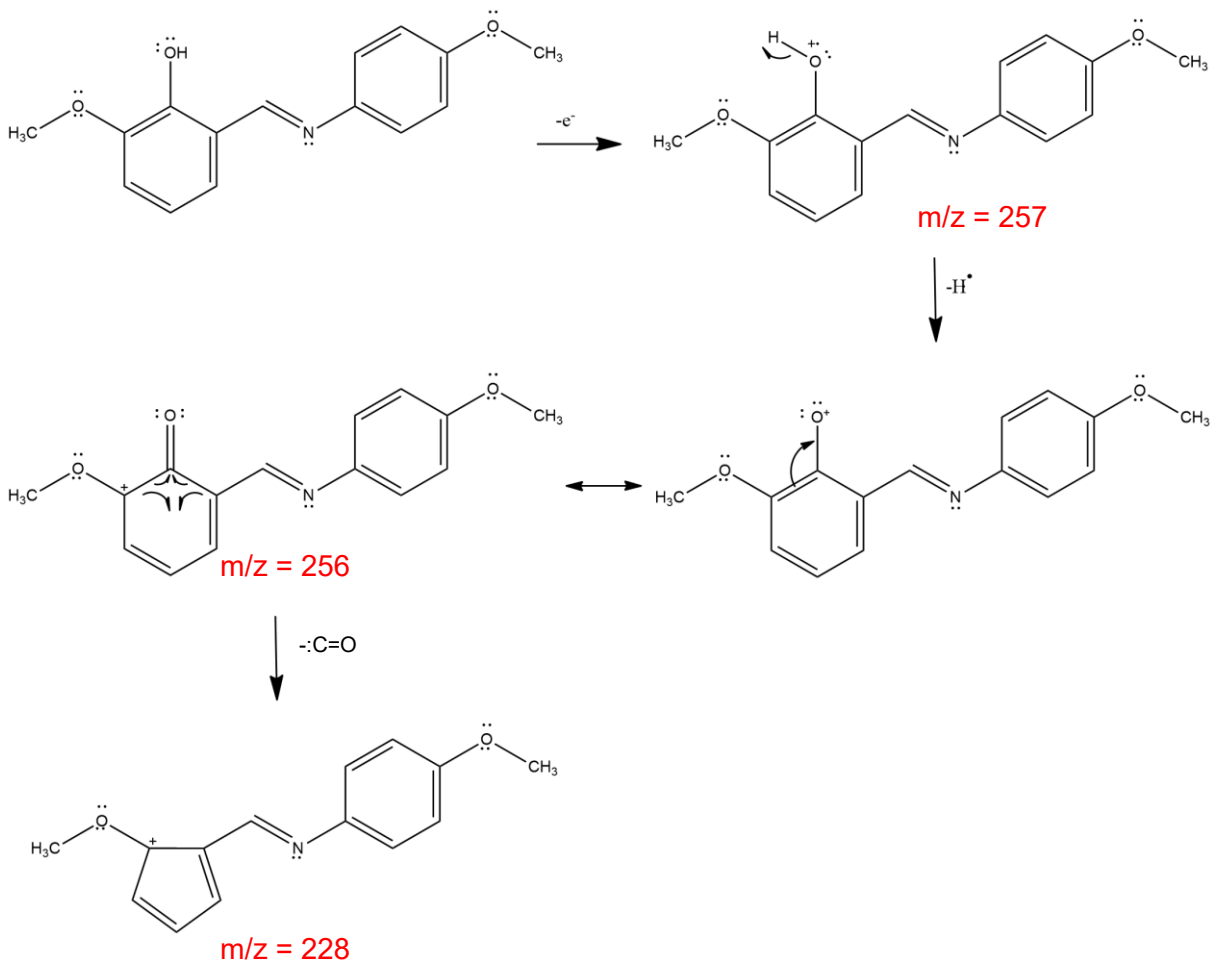
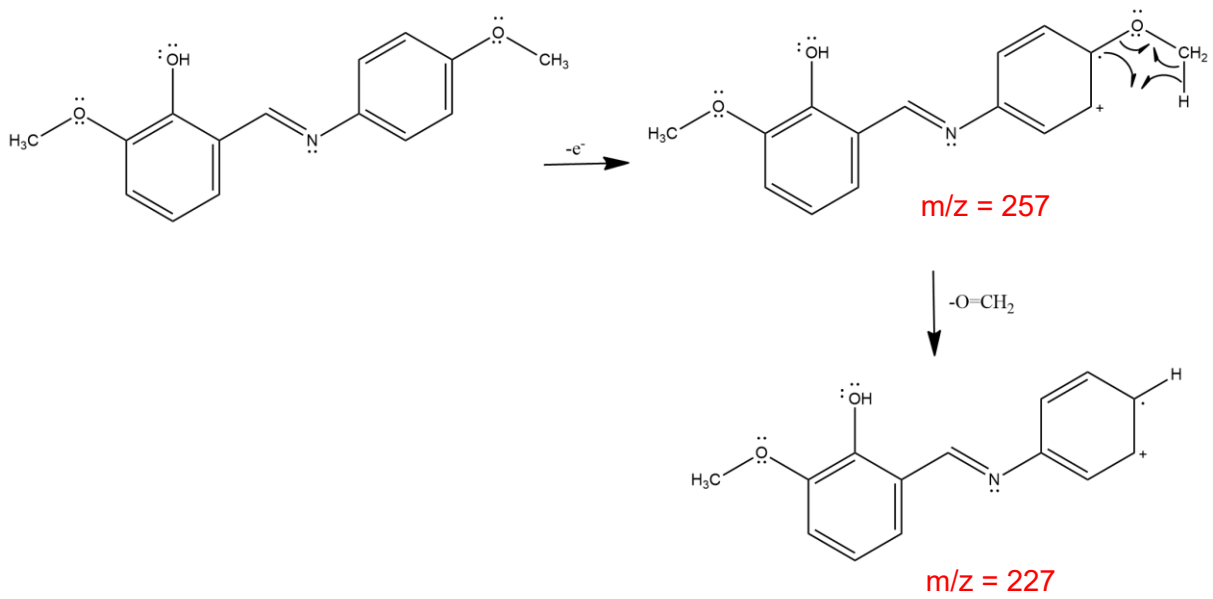


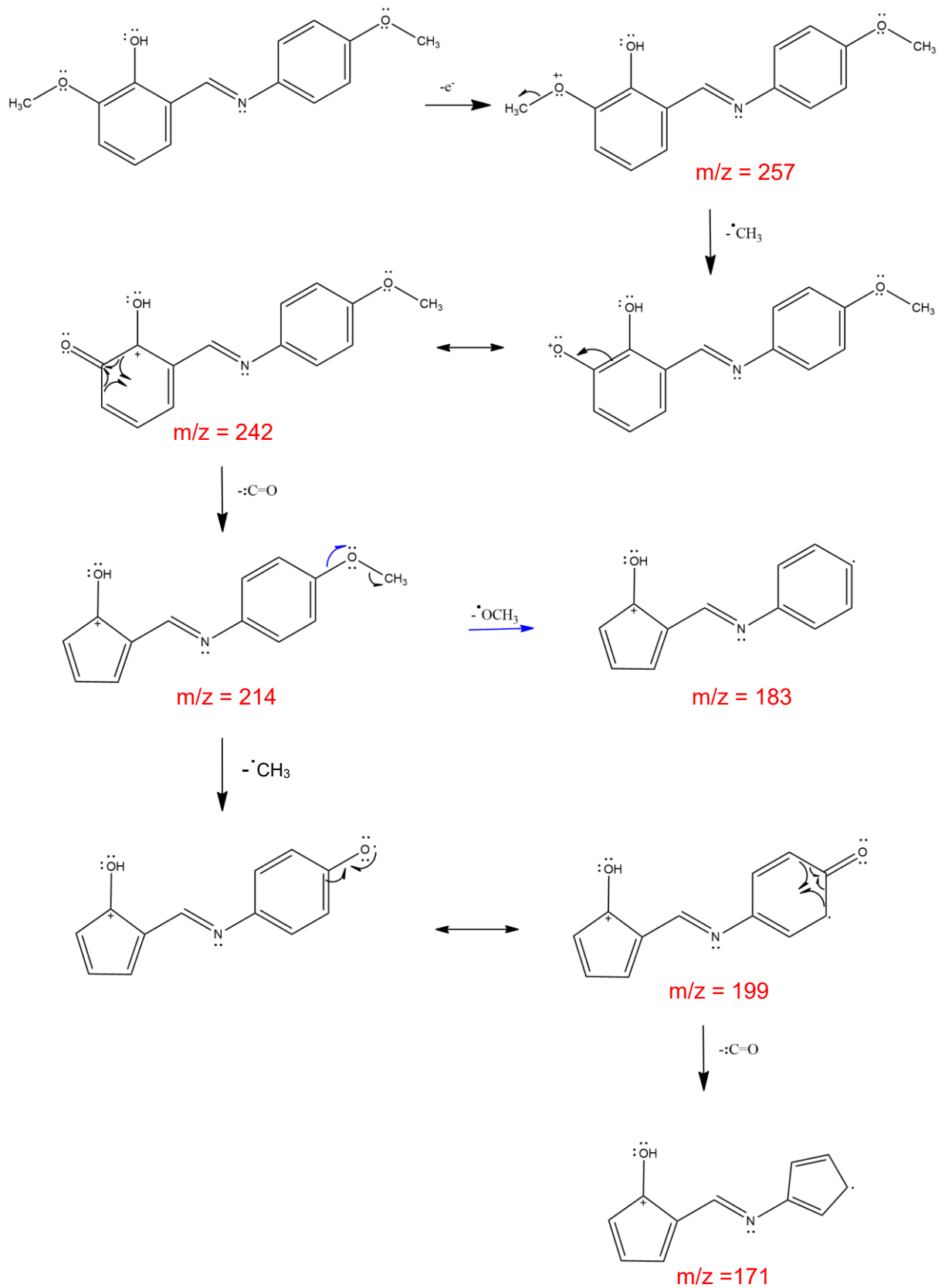
Gambar 4.5 Kromatogram produk sintesis

Berdasarkan Gambar 4.5 dihasilkan satu puncak kromatogram dengan waktu retensi 39,134 menit yang menunjukkan dalam produk sintesis terdapat satu senyawa. Kemudian Gambar 4.6 menunjukkan spektra massa produk sintesis dengan ion molekuler (m/z) sebesar 257 yang setara dengan berat molekul ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. Sehingga, hasil analisis GC-MS menunjukkan bahwa produk sintesis murni dengan persen kemurnian sebesar 100% yang mengindikasikan bahwa produk sintesis telah terbentuk (Al Hakimi dkk., 2017).

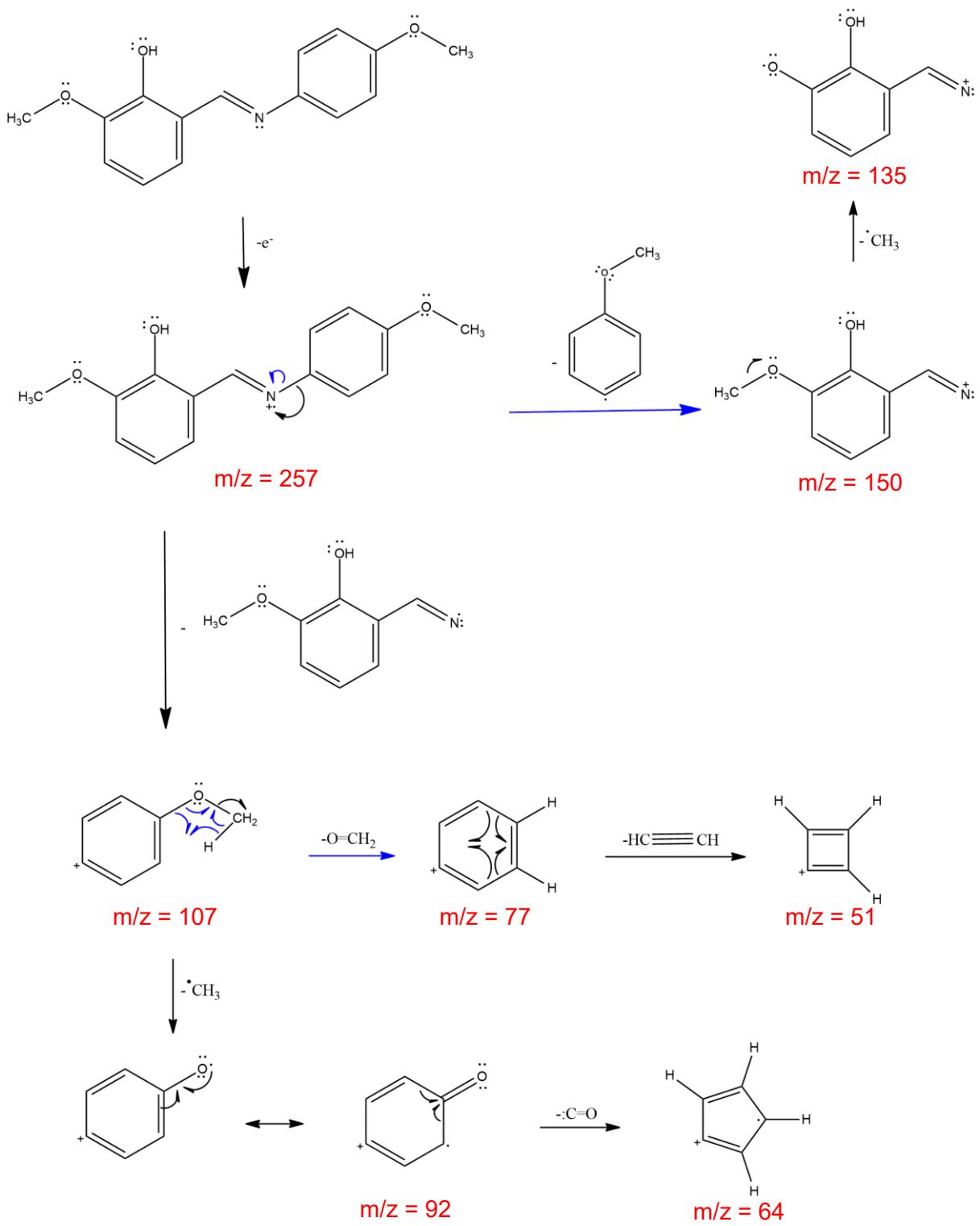


Gambar 4.6 Spektra massa produk sintesis

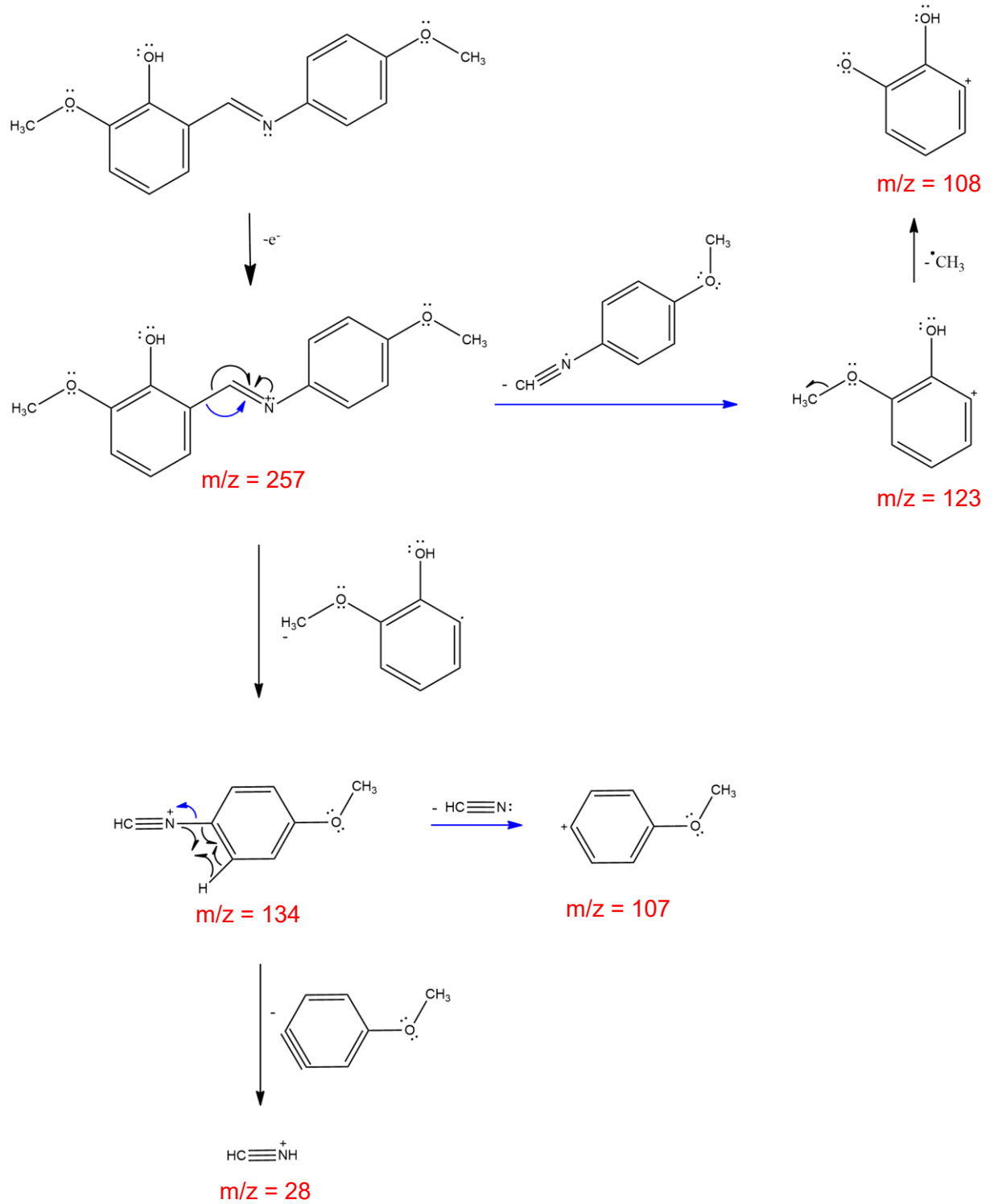
Gambar 4.6.1 Pola fragmentasi produk m/z 257, 256, dan 228Gambar 4.6.2 Pola fragmentasi produk m/z 257, 227



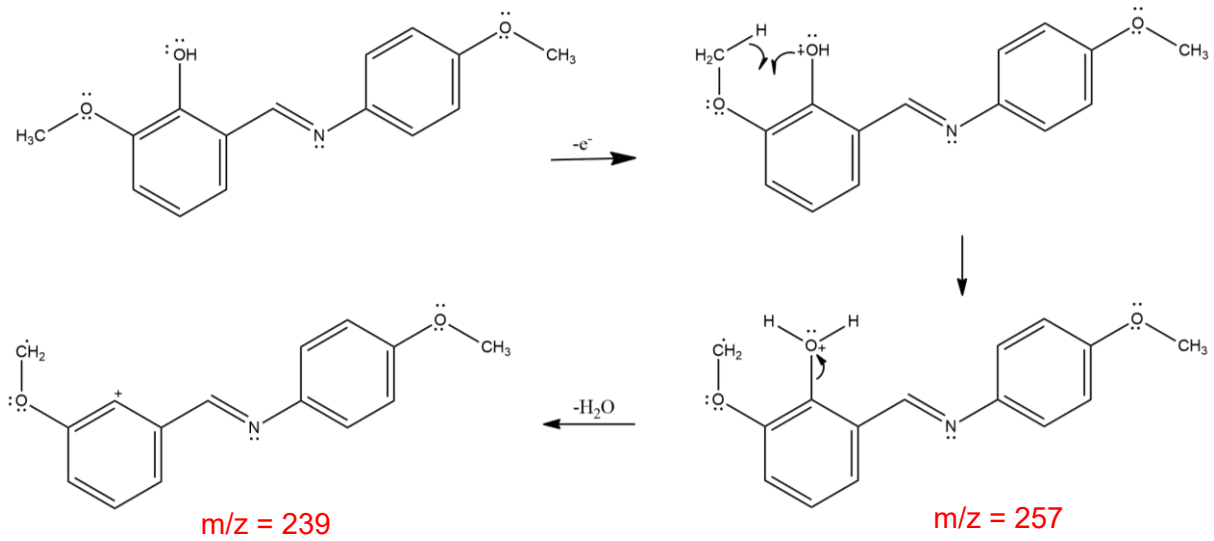
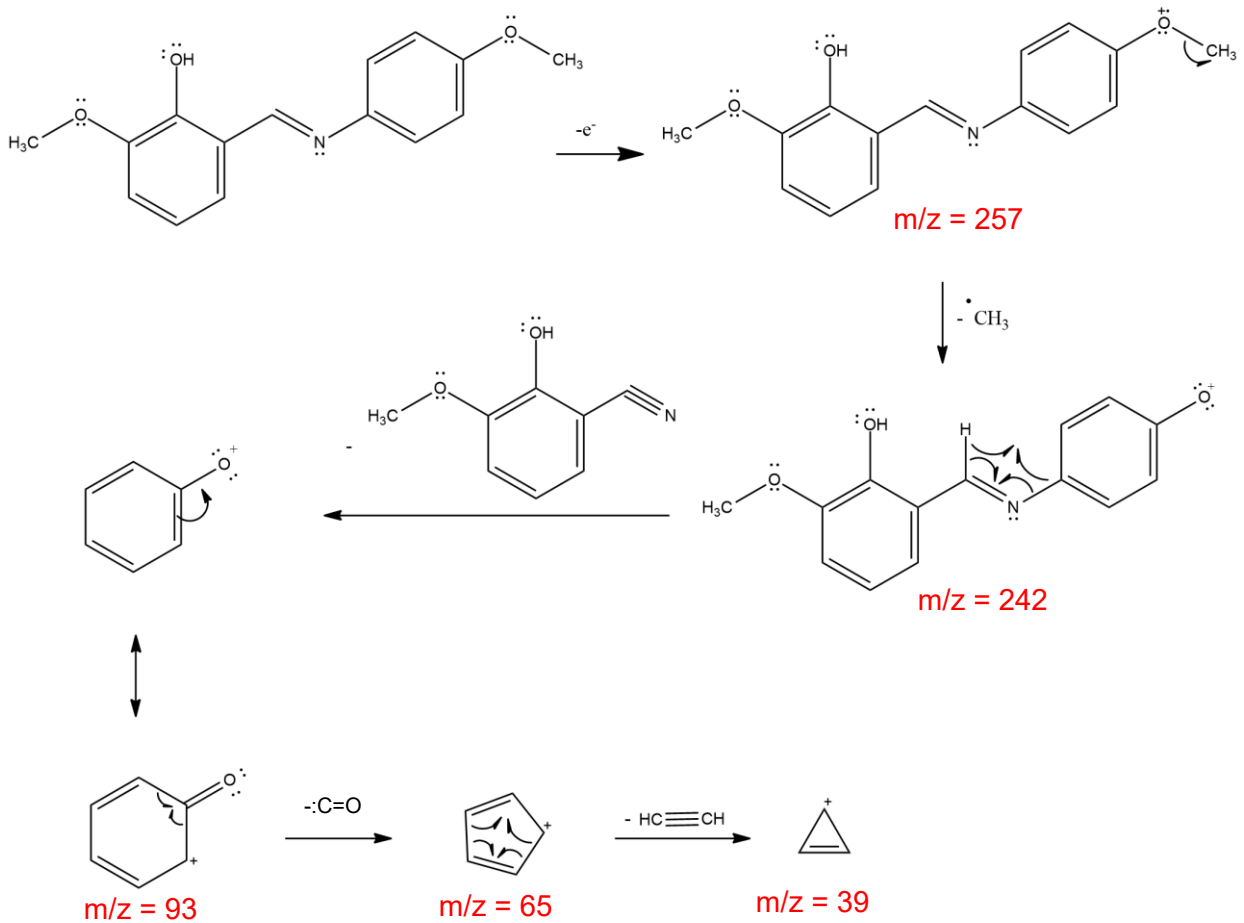
Gambar 4.6.3 Pola fragmentasi produk m/z 257, 242, 214, 199, 183 dan 171



Gambar 4.6.4 Pola fragmentasi produk m/z 257, 150, 135, 107, 92, 77, 64 dan 51



Gambar 4.6.5 Pola fragmentasi produk m/z 257, 134, 123, 108, 107, 28

Gambar 4.6.6 Pola fragmentasi produk m/z 257, 239Gambar 4.6.7 Pola fragmentasi produk m/z 257, 242, 93, 65, dan 39

4.5 Sintesis Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari logam Fe(III) dengan ligan basa schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dilakukan menggunakan metode penggerusan yang termasuk kedalam aspek sintesis hijau, beberapa di antaranya ramah lingkungan, efisiensi energi, ekonomi atom, mudah dilakukan, dan penggunaan bahan kimia yang aman pada variasi lama penggerusan 10; 20; dan 30 menit (Liu Y. dkk., 2019; Jovianto, 2020). Metode penggerusan melibatkan proses terjadinya konversi energi mekanik menjadi energi panas akibat adanya tumbukan antar molekul ligan dengan logam. Sehingga keduanya akan bereaksi dan membentuk senyawa kompleks. Adapun sifat fisik produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Sifat fisik produk sintesis

Pengamatan	R ₁	R ₂	P ₁	P ₂	P ₃
Wujud	Serbuk (padatan)	Serbuk (padatan)	Serbuk (padatan)	Serbuk (padatan)	Serbuk (padatan)
Warna	Kuning kecoklatan	Kuning	Coklat kehitaman	Coklat kehitaman	Coklat kehitaman
Massa (gram)	0,5146	0,2703	0,6637	0,6557	0,6345
Titik leleh (°C)	87– 89	37 ^a	178 – 181	179 – 181	178 – 182

Keterangan:

R₁ : Ligan basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

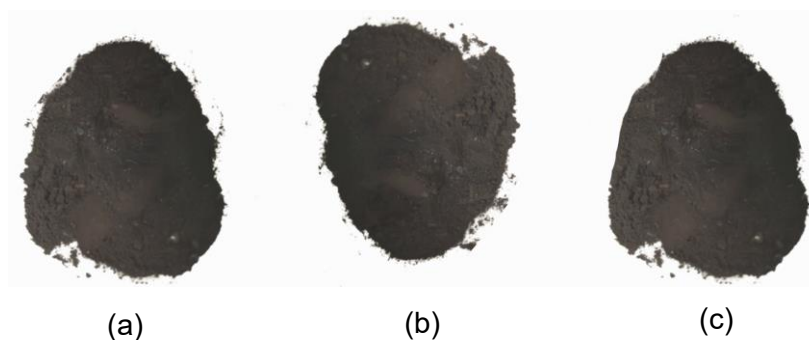
R₂ : FeCl₃.6H₂O

P₁ : Produk sintesis variasi lama penggerusan 10 menit

P₂ : Produk sintesis variasi lama penggerusan 20 menit

P₃ : Produk sintesis variasi lama penggerusan 30 menit

a : Supelco *merck*



Gambar 4.7 Hasil penggerusan pada variasi (a) 10 menit (b) 20 menit (c) 30 menit

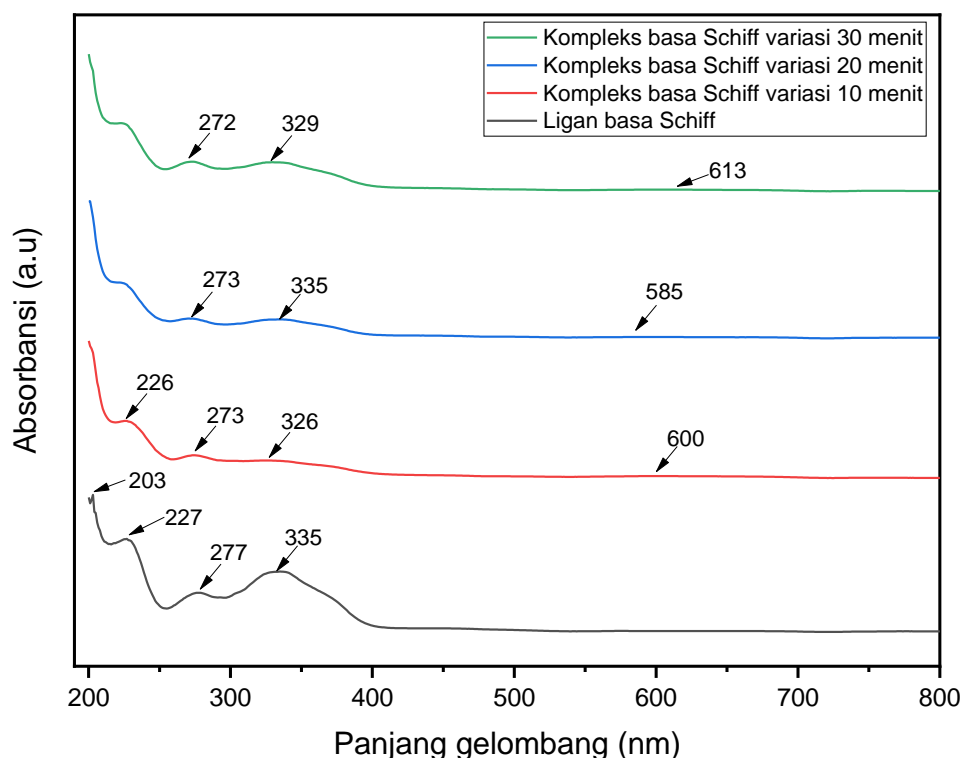
Berdasarkan hasil yang diperoleh pada Tabel 4.3, uji sifat fisik meliputi warna dan titik leleh. Pengamatan warna produk sintesis pada variasi penggerusan 10; 20; dan 30 menit

masing-masing berwarna coklat kehitaman, hal ini berbeda dengan warna ligan basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yaitu kuning kecoklatan serta garam logam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yaitu kuning. Selanjutnya pengamatan titik leleh produk sintesis pada variasi penggerusan 10; 20; dan 30 menit masing-masing menunjukkan *range* 178 – 181 °C; 179 – 181 °C; dan 178 – 182 °C, hal ini berbeda dengan titik leleh ligan dan garam logam. Ligan basa schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol memiliki *range* titik leleh 87 – 89 °C sedangkan garam logam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ memiliki titik leleh pada 37 °C. Adanya perbedaan warna dan titik leleh antara produk sintesis dengan ligan dan logam, mengindikasikan bahwa senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) telah terbentuk.

4.6 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis

4.6.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

Karakterisasi produk sintesis menggunakan UV-Vis secara kualitatif bertujuan untuk mengetahui perbedaan panjang gelombang antara ligan dan senyawa kompleks. Masing-masing produk sintesis variasi 10; 20; dan 30 menit serta ligan basa Schiff dilarutkan ke dalam etanol dan di analisa menggunakan UV-Vis pada panjang gelombang 200 – 800 nm. Hasil karakterisasi UV-Vis ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Spektra UV-Vis produk sintesis

Berdasarkan spektra produk sintesis, senyawa kompleks basa Schiff variasi 10; 20; dan 30 menit menunjukkan puncak serapan yang mirip dengan ligan basa Schiff, akan tetapi mengalami pergeseran hipsokromik (pergeseran daerah menuju panjang gelombang yang

lebih pendek) dan munculnya transisi d – d. Junghare dkk. (2022) telah menganalisis kompleks basa Schiff-Fe(III) dari hasil sintesis ligan S-benzil-β-N-(p-dimetilaminofenil)metilen ditiokarbamat dengan Fe(SO₄).7H₂O menggunakan UV-Vis. Hasil analisisnya menunjukkan bahwa spektra UV-Vis senyawa kompleks mengalami pergeseran hipsokromik dari ligan basa Schiff.

Tabel 4.4 Hasil interpretasi spektra UV-Vis produk sintesis

Senyawa	λ _{maks} (nm)			Transisi Senyawa Kompleks
	π – π*	n – π*	d – d	
Ligan basa Schiff	203 227 277	335	-	-
Kompleks basa Schiff-Fe(III) variasi 10 menit	226 273	326	600	⁶ A _{1g} (S)→ ⁴ T _{1g} (G)
Kompleks basa Schiff-Fe(III) variasi 20 menit	273	335	585	⁶ A _{1g} (S)→ ⁴ T _{1g} (G)
Kompleks basa Schiff-Fe(III) variasi 30 menit	272	329	613	⁶ A _{1g} (S)→ ⁴ T _{1g} (G)

Berdasarkan Tabel 4.4 ligan basa Schiff menunjukkan serapan pada panjang gelombang 203 nm, 227 nm, dan 277 nm yang merupakan transisi π – π* serta panjang gelombang 335 nm yang merupakan transisi n – π*. Abdulrazzaq dan Al-Hamdani (2023) telah menganalisis ligan basa Schiff 4-((2-hidroksikuinolin-7-il) diazenil)-N-(4-metilsoxazol-il) benzena sulfonamida menggunakan UV-Vis. Hasil analisisnya menunjukkan bahwa ligan basa Schiff memiliki serapan pada panjang gelombang 296 nm dan 298 nm yang merupakan transisi π – π* serta panjang gelombang 328 nm dan 377 nm yang merupakan transisi n – π*.

Selanjutnya, senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) variasi 10 menit menunjukkan serapan pada panjang gelombang 226 nm dan 273 nm merupakan transisi π – π*, panjang gelombang 326 nm merupakan transisi n – π*, dan panjang gelombang 600 nm merupakan transisi d – d dengan transisi senyawa kompleks ⁶A_{1g}(S)→⁴T_{1g}(G). Kompleks basa Schiff-Fe(III) variasi 20 menit menunjukkan serapan pada panjang gelombang 273 nm merupakan transisi π – π*, panjang gelombang 335 nm merupakan transisi n – π*, dan panjang gelombang 585 nm merupakan transisi d – d dengan transisi senyawa kompleks ⁶A_{1g}(S)→⁴T_{1g}(G). Kompleks basa Schiff-Fe(III) variasi 30 menit menunjukkan serapan pada panjang gelombang 272 nm merupakan transisi π – π*, panjang gelombang 329 nm merupakan transisi

$n - \pi^*$, dan panjang gelombang 613 nm merupakan transisi $d - d$ dengan transisi senyawa kompleks ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{1g}(G)$ (Effendy, 2013).

Ljubijankić dan Galijašević (2020) telah menganalisis panjang gelombang senyawa kompleks dari ligan basa Schiff tiosemikarbazon salisilaldehida dengan logam Fe(III) menggunakan UV-Vis. Hasil analisisnya menunjukkan bahwa ligan basa Schiff memiliki spektra pada panjang gelombang 241 nm dan 291 nm yang merupakan transisi $\pi - \pi^*$ dan panjang gelombang 345 nm merupakan transisi $n - \pi^*$. Selain itu, senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) menunjukkan transisi $d - d$ pada panjang gelombang 500 nm. Transisi $d - d$ muncul karena adanya koordinasi antara ligan dengan logam, sehingga mengindikasikan bahwa senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) pada variasi 10; 20; dan 30 menit telah terbentuk.

Ion Fe^{3+} memiliki konfigurasi d^5 yang melanggar dua aturan seleksi, yaitu aturan seleksi laporte dan aturan seleksi spin. Hal ini disebabkan karena adanya transisi yang diperbolehkan (*allowed transition*) dan transisi yang dilarang (*forbiden transition*). Aturan seleksi laporte menjelaskan bahwa transisi elektronik dengan $\Delta l \neq 1$ dan tidak terjadinya perubahan paritas adalah terlarang. Ion Fe^{3+}

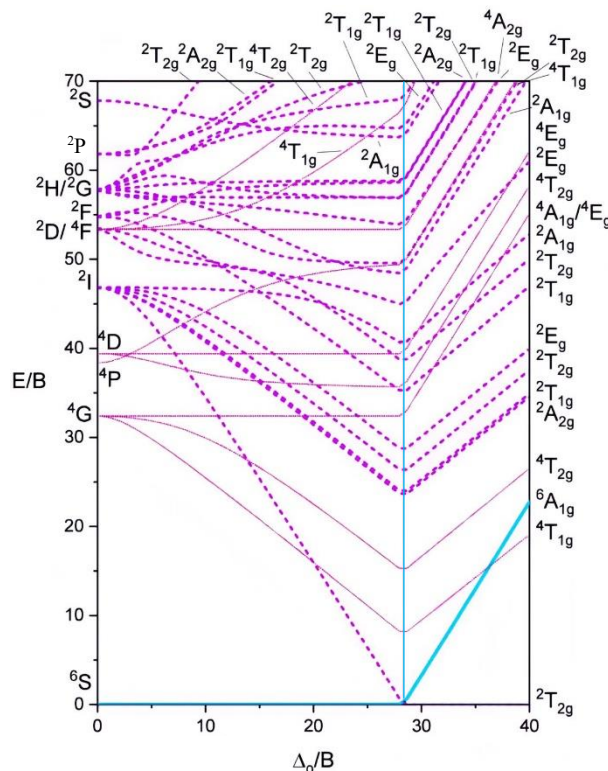
$$\begin{aligned} {}_{26}Fe^{3+} &= [{}_{18}Ar] 3d^5 4s^0 \\ \Delta l &= 2 \rightarrow 0 \\ \text{paritas} &= g \rightarrow g \end{aligned}$$

menunjukkan transisi elektronik terlarang yang melanggar aturan seleksi laporte dengan $\Delta l \neq 1$ dan tidak terjadinya perubahan paritas.

Selanjutnya konfigurasi d^5 memiliki term pemisahan 6S , 4G , 4F , 4D , 4P , 2I , 2H , 2G , 2F , 2D , 2P , dan 2S dengan term keadaan dasar yaitu 6S . Menurut aturan seleksi spin transisi elektronik terlarang apabila terjadinya perubahan multiplisitas. Konfigurasi d^5 melanggar aturan seleksi spin sebanyak dua kali, dikarenakan adanya perubahan multiplisitas dari *sextet* menjadi *quartet* menyebabkan transisi-transisi elektronik tersebut melanggar aturan seleksi spin sekali dan perubahan multiplisitas dari *sextet* menjadi *doublet* menyebabkan transisi-transisi elektronik tersebut melanggar aturan seleksi spin dua kali. Transisi elektronik dari multiplisitas *sextet* menjadi *quartet* dengan term keadaan dasar ${}^6A_{1g}$ terdapat 10 kemungkinan yaitu ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{1g}(G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{2g}(G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4E_g(G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4A_{1g}(G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4A_{2g}(F)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{1g}(F)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{2g}(F)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{2g}(D)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4E_g(D)$; dan ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{1g}(P)$. Sedangkan, transisi elektronik dari multiplisitas *sextet* menjadi *doublet* dengan term keadaan dasar ${}^6A_{1g}$ terdapat 27 kemungkinan yaitu ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{2g}(I)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2A_{2g}(I)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{1g}(I)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{2g}(I)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2E_g(I)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2A_{1g}(I)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2E_g(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{1g}(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{2g}(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2A_{1g}(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{1g}(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2A_{2g}(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{1g}(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{2g}(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{1g}(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{2g}(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2E_g(H/G)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{1g}(F)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{2g}(F)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2A_{2g}(F)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{1g}(F)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{2g}(D)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2E_g(D)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{1g}(P)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2T_{2g}(P)$; ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2A_{2g}(P)$; dan ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^2A_{1g}(S)$ (Effendy, 2013). Transisi elektronik tersebut dapat diamati pada diagram

transisi kompleks oktahedral dengan konfigurasi d^5 yang ditunjukkan pada Gambar 4.9.

Adanya transisi elektronik terlarang pada aturan seleksi laporte dan aturan seleksi spin menyebabkan tidak semua transisi $d - d$ yang mungkin terjadi secara teoritis tersebut dapat diamati. Akan tetapi, transisi elektronik terlarang juga dapat diamati dengan intensitas yang lebih rendah dibandingkan transisi yang diperbolehkan. Kemudian, transisi elektronik dengan multiplisitas *sextet* menuju *quartet* memiliki intensitas lebih tinggi yang memungkinkan dapat diamati dibandingkan dengan transisi elektronik dengan multiplisitas *sextet* menuju *doublet* (Effendy, 2013). Sehingga, transisi $d - d$ yang mungkin terjadi pada produk sintesis senyawa kompleks variasi 10; 20; dan 30 menit adalah transisi ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{1g}(G)$ dengan intensitas rendah. Anupama dkk. (2014) telah menganalisis kompleks basa Schiff hasil sintesis ligan basa Schiff [2,3-dimetil-1-fenil-4-(2-hidroksi-3-metoksibenzilideneamino)-pirazol-5-one] dengan garam logam Fe(III) menggunakan UV-Vis. Hasil analisisnya menunjukkan dua transisi $d - d$ yang dapat diamati yaitu ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{1g}(G)$ dan ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{2g}(G)$. Selain itu, Abdulrazzaq dan Al-Hamdani (2023) telah menganalisis UV-Vis kompleks basa Schiff-Fe(III) dari ligan basa Schiff 4-((2-hidroksikuinolin-7-il) diazenil)-N-(4-metilsokazol-3-il)benzena sulfonamida dengan logam Fe(III). Hasil analisisnya menunjukkan satu transisi $d - d$ yang dapat diamati yaitu ${}^6A_{1g}(S) \rightarrow {}^4T_{1g}(G)$.



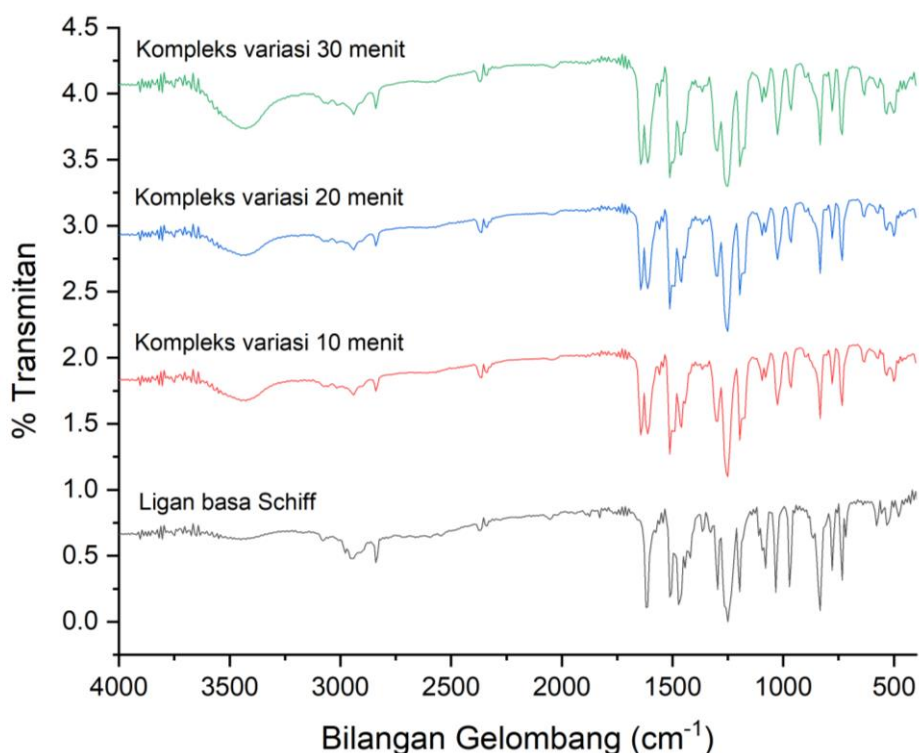
Gambar 4.9 Diagram transisi kompleks oktahedral d^5

4.6.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi produk sintesis (Azizah dkk., 2015). Produk sintesis variasi 10; 20; dan 30 menit masing-masing diuji

pada bilangan gelombang 4000 – 400 cm^{-1} , karena pada daerah tersebut merupakan daerah yang sering kali terjadi serapan vibrasi gugus fungsi. Hasil spektra produk sintesis pada Gambar 4.10 menunjukkan pola spektra yang sama antar variasi produk sintesis.

Gugus fungsi imina ($\text{C}=\text{N}$) masing-masing produk sintesis senyawa kompleks menunjukkan adanya dua serapan pada bilangan gelombang 1643 cm^{-1} dan 1612 cm^{-1} dengan serapan yang tajam dan kuat. Knittl dkk. (2018) telah menganalisis ligan basa Schiff asam etanadioat 1,2-bis[(4-hidroksi-3-metilen-2H-1-benzopiran)hidrazida] dan kompleksnya dengan logam Fe(III) menggunakan FTIR. Hasil analisisnya menunjukkan bahwa gugus fungsi imina ($\text{C}=\text{N}$) ligan basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 1635 cm^{-1} sedangkan senyawa kompleksnya muncul dua serapan pada bilangan gelombang 1632 cm^{-1} dan 1623 cm^{-1} .



Gambar 4.10 Spektra FTIR produk sintesis senyawa kompleks

Berdasarkan Tabel 4.5 serapan $\text{C}=\text{N}$ ligan basa Schiff pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} dengan senyawa kompleks pada bilangan gelombang 1643 cm^{-1} menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih panjang. Sedangkan serapan $\text{C}=\text{N}$ ligan basa Schiff pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} dengan senyawa kompleks pada bilangan gelombang 1612 cm^{-1} menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih pendek. Selain itu, serapan $\text{O}-\text{H}$ ligan basa Schiff pada bilangan gelombang 3410 cm^{-1} dengan senyawa kompleks pada bilangan gelombang 3425 cm^{-1} menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih panjang. Adanya pergeseran serapan antara senyawa kompleks dengan ligan mengindikasikan bahwa senyawa kompleks pada masing-masing variasi telah terbentuk.

Abdel-Rahman dkk. (2023) telah menganalisis FTIR ligan basa Schiff 4-bromo-2-[(E)-{4-(2-hidroksietil)fenil}imino}metil]fenol dan kompleksnya dengan logam Fe(III). Hasil analisisnya menunjukkan bahwa gugus fungsi C=N ligan basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 1612 cm^{-1} sedangkan senyawa kompleksnya muncul pada bilangan gelombang 1604 cm^{-1} , hal ini menunjukkan adanya pergeseran serapan menuju bilangan gelombang lebih pendek. Kemudian serapan O-H ligan basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 3378 cm^{-1} sedangkan senyawa kompleksnya muncul pada bilangan gelombang 3389 cm^{-1} , hal ini menunjukkan adanya pergeseran serapan menuju bilangan gelombang lebih panjang.

Tabel 4.5 Hasil interpretasi spektra FTIR produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})				
	Ligan	P1	P2	P3	Referensi
O-H <i>stretch</i>	3410	3425	3425	3425	3600-3200 ^b
Csp ² -H <i>stretch</i>	3080	3055	3055	3055	3100-3000 ^b
Csp ³ -H <i>stretch asymmetry</i>	2947	2939	2939	2939	2970-2800 ^b
Csp ³ -H <i>stretch symmetry</i>	2839	2831	2831	2831	2970-2800 ^b
Overtone aromatik	1998-1705	1998-1705	1998-1705	1998-1705	2000-1667 ^a
C=N <i>stretch</i>	1620	1643 dan 1612	1643 dan 1612	1643 dan 1612	1690-1590 ^a
C=C aromatik	1512	1512	1512	1512	1675-1500 ^b
Csp ³ -H <i>bend scissoring</i>	1442	1458	1465	1465	1465-1440 ^a
Csp ³ -H <i>bend rocking</i>	1365	1365	1365	1365	1470-1340 ^b
C-O-C <i>stretch</i>	1296	1296	1296	1296	1300-1000 ^a
C-O <i>stretch</i> fenol	1249	1249	1249	1249	1260-1180 ^c
Csp ² -H <i>bend scissoring</i> aromatik	1080-1033	1080-1026	1080-1026	1080-1026	1100-1000 ^e
Csp ² -H <i>bend rocking</i> alifatik	972-833	964-833	964-833	964-833	1000-650 ^b
Csp ² -H <i>bend wagging</i> aromatik	779-732	779-732	779-732	779-732	900-690 ^b
Fe-O	-	532	532	532	565 ^d
Fe-N	-	447	447	447	452 ^d

Keterangan: a = Pavia, dkk., 1979 b = Skoog, dkk., 1998 c = Socrates, 2001 d = Abdel-Rahman, dkk., 2023 e = Silverstein dkk., 1991

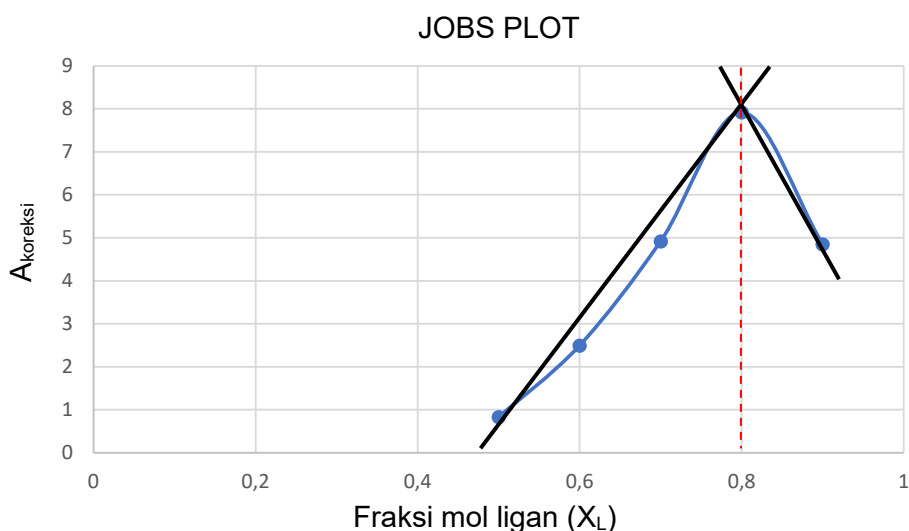
Selain itu, Çapan dkk. (2017) telah menganalisis FTIR senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) dengan ligan 2(2((2((4-nitrofenilimino)metil)fenoksi)metil)benziloxi)benzilidena)-4-nitrobenzenamina. Hasil analisisnya menunjukkan bahwa gugus fungsi imina (C=N) ligan basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} sedangkan senyawa kompleksnya muncul

pada bilangan gelombang 1645 cm^{-1} yang menunjukkan adanya pergeseran serapan menuju bilangan gelombang lebih panjang.

Serapan FTIR lain pada Tabel 4.5 muncul pada bilangan gelombang 532 cm^{-1} dan 447 cm^{-1} yaitu dari gugus fungsi Fe-O dan Fe-N yang menunjukkan adanya koordinasi antara ligan dengan logam. Abdel-Rahman dkk. (2023) yang telah menganalisis FTIR kompleks basa Schiff yang disintesis dari ligan 4-bromo-2-[(E)-{4-(2-hidroksietil)fenil}imino}metil]fenol dengan logam Fe(III). Hasil analisisnya menunjukkan serapan antara ligan dengan logam muncul pada bilangan gelombang 565 cm^{-1} dan 452 cm^{-1} yaitu dari gugus fungsi Fe-O dan Fe-N. Sehingga, hal tersebut mengindikasikan bahwa kompleks basa Schiff-Fe(III) pada variasi 10; 20; dan 30 menit telah terbentuk.

4.6.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam menggunakan Metode Jobs

Metode Jobs merupakan uji kuantitatif yang digunakan untuk menentukan perbandingan mol logam dan ligan pada produk sintesis (Fahriyah, 2021). Produk sintesis variasi 10; 20; dan 30 menit menunjukkan kemiripan hasil uji, sehingga pengujian metode Jobs dilakukan pada produk sintesis variasi 10 menit dengan waktu penggerusan paling singkat. Pengujian dilakukan dengan memvariasikan volume ligan dan logam pada konsentrasi yang sama. Hasil yang diperoleh kemudian diplotkan ke dalam excel dengan sumbu X berupa fraksi mol ligan (X_L) dan sumbu Y berupa absorbansi terkoreksi (A_{koreksi}).



Gambar 4.11 Hasil analisis dengan metode Jobs

Gambar 4.11 menunjukkan grafik antara fraksi mol ligan dengan absorbansi terkoreksi senyawa kompleks. Garis singgung dibuat di sebelah kiri dan kanan untuk memperoleh titik potong yang menunjukkan nilai fraksi mol ketika senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) terbentuk. Nilai titik potong fraksi mol ligan yaitu 0,8. Nilai ini digunakan untuk menentukan fraksi mol logam yang ditunjukkan pada Lampiran 2. Hasil perhitungan mendapatkan perbandingan logam Fe(III) dengan ligan basa Schiff yaitu 1:4, yang menunjukkan bahwa 1

logam Fe dapat berkoordinasi dengan 4 ligan basa Schiff. Sehingga, diperoleh dugaan struktur senyawa kompleks yang ditunjukkan pada Gambar 4.12.

4.6.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan AAS

Karakterisasi menggunakan AAS bertujuan untuk mengetahui kadar logam Fe pada produk sintesis. Pengujian AAS dimulai dari pengukuran larutan standar 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; dan 4 ppm. Selanjutnya pengujian sampel produk sintesis variasi lama penggerusan 10 menit yang telah dilarutkan dengan HNO₃ pekat untuk mendestruksi sampel (Rahmawati dkk., 2015). Hasil analisis AAS berupa absorbansi sampel dan standar yang kemudian diplotkan menjadi kurva standar dengan sumbu X berupa konsentrasi standar dan sumbu Y berupa absorbansi standar.

Kurva standar menunjukkan persamaan garis $y = 0,10547x + 0,00854$, dimana y berupa absorbansi sampel sebesar 0,1888 dan x berupa konsentrasi Fe dalam sampel. Sehingga diperoleh konsentrasi Fe dalam sampel sebesar 1,7091. Selanjutnya, hasil perhitungan persentase kadar Fe secara teoritis serta eksperimen pada Lampiran 2. menunjukkan bahwa rumus molekul [Fe(III)(C₁₅H₁₅O₃N)₄] dengan hasil kemiripan tertinggi. Hal ini mengindikasikan bahwa rumus molekul produk sintesis adalah [Fe(III)(C₁₅H₁₅O₃N)₄]. Selain itu, persentase kadar Fe secara teoritis serta eksperimen pada beberapa rumus molekul lain ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Hasil perhitungan kadar Fe

Rumus Molekul	% Teoritis Fe	% Eksperimen Fe
[Fe(III)(C ₁₅ H ₁₄ O ₃ N) ₂ Cl ₂]	8,7636	8,7637
[Fe(III)(C ₁₅ H ₁₄ O ₃ N) ₂ (H ₂ O)Cl]	9,0112	9,0113
[Fe(III)(C ₁₅ H ₁₄ O ₃ N) ₂ (H ₂ O) ₂]	9,2715	9,2714
[Fe(III)(C ₁₅ H ₁₄ O ₃ N) ₂]	9,8591	9,8592
[Fe(III)(C ₁₅ H ₁₄ O ₃ N) ₄ (H ₂ O)]	5,0817	5,0816
[Fe(III)(C ₁₅ H ₁₅ O ₃ N) ₄]	5,1661	5,1661

4.6.5 Karakterisasi Atom Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl

Analisis senyawa kompleks variasi 10 menit menggunakan metode Kjeldahl bertujuan untuk mengetahui kadar atom nitrogen dalam senyawa kompleks. Metode Kjeldahl merupakan metode yang melibatkan tiga proses utama, yaitu destruksi, destilasi, dan titrasi. Hasil persentase nitrogen yang diperoleh dari hasil eksperimen dibandingkan dengan persentase teoritis pada beberapa rumus molekul yang ditunjukkan pada Lampiran 2.

Berdasarkan Tabel 4.7 diketahui bahwa persentase produk sintesis secara eksperimen yang paling mendekati dengan persentase teoritis yaitu pada rumus molekul [Fe(III)(C₁₅H₁₅O₃N)₄]. Produk sintesis menghasilkan persentase eksperimen atom N sebesar 5,4630% sedangkan persentase teoritis atom N pada rumus molekul [Fe(III)(C₁₅H₁₅O₃N)₄]

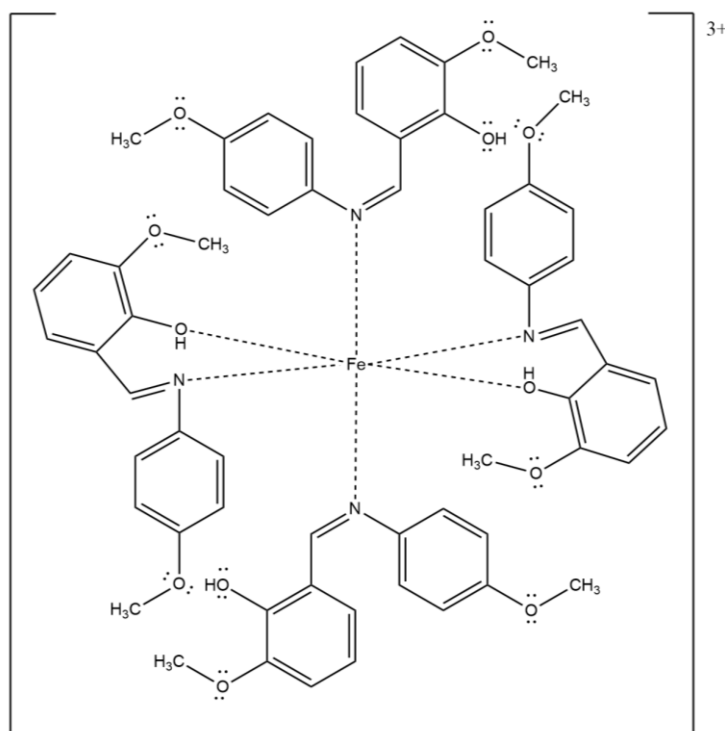
sebesar 5,1661%. Hal ini mengindikasikan bahwa rumus molekul produk sintesis adalah $[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N})_4]$.

Tabel 4.7 Hasil perhitungan kadar N

Rumus Molekul	% Teoritis N	% Eksperimen N
$[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{N})_2\text{Cl}_2]$	4,3818	5,4630
$[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{N})_2(\text{H}_2\text{O})\text{Cl}]$	4,5056	5,4630
$[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{N})_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	4,6358	5,4630
$[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{N})_2]$	4,9296	5,4630
$[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{N})_4(\text{H}_2\text{O})]$	5,0817	5,4630
$[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N})_4]$	5,1661	5,4630

4.6.6 Prediksi Rumus Molekul Senyawa Kompleks

Berdasarkan hasil karakterisasi senyawa kompleks, diperoleh prediksi rumus molekul senyawa kompleks yaitu $[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N})_4]$ dengan prediksi struktur senyawa kompleks yang dapat dilihat pada Gambar 4.12. Pembentukan senyawa kompleks terjadi antara asam Lewis dengan basa Lewis sebagaimana yang dijelaskan oleh Effendy (2007). Ligan basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol disebut sebagai ligan monodentat (Naureen dkk., 2021) dan bidentat (Bengi dkk., 2022) yang bertindak sebagai basa Lewis melalui atom donor O pada gugus fenol atau atom donor N pada gugus imina kepada ion logam Fe(III). Sedangkan ion logam Fe(III) bertindak sebagai asam Lewis yang menerima pasangan elektron bebas dari ligan basa Schiff.



Gambar 4.12 Dugaan struktur senyawa kompleks $[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N})_4]$

Logam Fe(III) memiliki konfigurasi elektron $[_{18}\text{Ar}] 3d^5 4s^0$ dengan adanya orbital kosong yang dapat diisi oleh PEB dari ligan sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2.2. Ketika berinteraksi dengan ligan kuat maupun lemah hibridisasi senyawa kompleks Fe(III) berturut-turut yaitu d^2sp^3 serta sp^3d^2 dengan geometri berupa oktahedral. Hal ini sesuai dengan penelitian Çapan dkk. (2017) yang telah mensintesis kompleks basa Schiff-Fe(III) dengan hasil geometri senyawa kompleks berupa oktahedral. Selain itu, Bengi dkk. (2022) telah mensintesis senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) dari ligan 2-((4-hidroksifenilimino)metil)-6-metoksifenol dengan garam logam $\text{FeCl}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Hasil sintesisnya menunjukkan bahwa kompleks basa Schiff-Fe(III) memiliki geometri oktahedral.

4.7 Sintesis Ligan 2-Metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan Senyawa Kompleks Basa Schiff-Fe(III) Menggunakan Metode Penggerusan dalam Perspektif Islam

Metode penggerusan merupakan salah satu metode ramah lingkungan yang digunakan untuk mensintesis ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dari reaktan o-vanilin dan p-anisidina dan senyawa kompleksnya dengan logam Fe(III). Pada tekniknya kedua reaktan dicampurkan dan digerus pada suhu ruang. Waktu penggerusan ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol adalah 30 menit sedangkan senyawa kompleksnya dibuat variasi 10; 20; dan 30 menit. Hasil sintesis ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menghasilkan rendemen sebesar 98,39% dengan kemurnian 100%, sedangkan produk senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) pada semua variasi menunjukkan kemiripan baik dari sifat fisik dan hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis dan FTIR, sehingga karakterisasi lebih lanjut mencakup metode Jobs, AAS, dan metode Kjeldahl digunakan produk sintesis variasi 10 menit dengan waktu penggerusan paling singkat dan hasil rendemennya sebesar 97,53%. Hasil ini mengindikasikan bahwa metode penggerusan yang ramah lingkungan dapat membentuk produk sintesis ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan senyawa kompleksnya, sebagaimana Allah Swt. telah berfirman dalam surat al-A'raf ayat 56 yang telah disebutkan sebelumnya dalam subbab 2.6. yang berbunyi:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ حَوْفًا وَقَطْمًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِنَ الْمُحْسِنِينَ

“Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka 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” (Q.S al-A'raf: 56).

Menurut tafsir Jalalayn yang ditulis oleh Jalaluddin al-Mahalli pada tahun 1459 dan dilanjutkan oleh muridnya Jalaluddin as-Suyuthi pada tahun 1505, ayat di atas menjelaskan dengan tegas bahwa Allah Swt. melarang manusia melakukan perbuatan yang dapat merusak bumi. Larangan bertujuan agar manusia dapat menjaga keseimbangan bumi guna kemakmuran

dirinya dan sesama. Ikhtiar dalam menjaga keseimbangan bumi salah satunya dapat melalui metode penggerusan.

Metode penggerusan menerapkan aspek *green synthesis* diantaranya adalah meminimalisasi zat berbahaya, optimalisasi penggunaan katalis, penggunaan reagen yang tidak beracun, penggunaan pelarut yang ramah lingkungan, dan penggunaan sumber daya yang dapat diperbaharui (Nadhifah, 2020). Dalam praktiknya, metode ini melibatkan proses terjadinya konversi energi mekanik menjadi energi panas akibat adanya tumbukan antar molekul reaktan (Zamrotin, 2022). Sehingga, dalam sintesisnya tidak memerlukan penggunaan pelarut maupun katalis anorganik yang dapat mencemari lingkungan untuk menjaga bumi. Hal ini diperintahkan Allah Swt. dalam firmannya pada surat al-A'raf ayat 85 yang berbunyi:

وَالِىٰ مَدْيَنَ اٰحَاہُمْ شُعَيْبًا ؕ قَالَ يَا قَوْمِ اعْبُدُوا اللّٰهَ مَا لَكُمْ مِنْ اِلٰهٍ غَيْرُهُ ؕ قَدْ جَاءَتْكُمْ بَيِّنَةٌ مِّنْ رَّبِّكُمْ ؕ فَاقْوُوا الْكَيْلَ وَالْمِيزَانَ وَلَا تَبْخَسُوا
النَّاسَ اَشْيَاءَهُمْ وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْاَرْضِ بَعْدَ اِصْلَاحِهَا ذٰلِكُمْ خَيْرٌ لَّكُمْ اِنْ كُنْتُمْ مُّؤْمِنِيْنَ

"Dan (Kami telah mengutus) kepada penduduk Mad-yan saudara mereka, Syu'aib. Ia berkata: Hai kaumku, sembahlah Allah, sekali-kali tidak ada Tuhan bagimu selain-Nya. Sesungguhnya telah datang kepadamu bukti yang nyata dari Tuhanmu. Maka sempurnakanlah takaran dan timbangan dan janganlah kamu kurangkan bagi manusia barang-barang takaran dan timbangannya, dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi sesudah Tuhan memperbaikinya. Yang demikian itu lebih baik bagimu jika betul-betul kamu orang-orang yang beriman" (Q.S al-A'raf: 85).

Menurut tafsir Al Mishbah yang ditulis oleh Prof. Dr. H. M. Quraish Shihab, M.A pada 1999, ayat di atas menjelaskan bahwa Allah Swt. memerintahkan manusia agar tidak membuat kerusakan di muka bumi, baik dengan merusak tanaman atau lainnya. Bumi dan segala isinya diciptakan Allah tanpa adanya sia-sia, sehingga sebagai manusia sudah sepantasnya kita dapat memanfaatkan dengan sebaik-baiknya, sebagaimana ligan basa Schiff dan kompleksnya dengan logam Fe(III) yang dapat dimanfaatkan sebagai anti bakteri dan anti jamur (Dinesh Karthik dkk., 2020).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh pada penelitian ini diantaranya adalah:

1. Ligan basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol memiliki karakter fisik berbentuk serbuk, berwarna kuning kecoklatan, titik leleh 87 – 89 °C dan menghasilkan rendemen sebesar 98,39%. Uji sifat kimia menghasilkan produk basa Schiff larut sempurna dalam NaOH 2M dengan hasil larutan berwarna kuning dan sedikit larut dalam akuades yang ditunjukkan adanya endapan serta larutan berwarna sedikit kekuningan.
2. Karakterisasi ligan basa Schiff menggunakan FTIR memperoleh serapan khas basa Schiff berupa gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} dengan serapan yang tajam dan kuat. Hasil karakterisasi menggunakan GCMS memperoleh 1 puncak dengan ion molekuler (m/z) 257 dengan kemurnian 100%.
3. Senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) pada variasi 10; 20; dan 30 menit masing-masing memiliki karakter fisik berbentuk serbuk, berwarna coklat kehitaman, serta titik leleh 178 – 181 °C; 179 – 181 °C; dan 178 – 182 °C.
4. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) secara kualitatif pada variasi 10; 20; dan 30 menit menggunakan UV-Vis masing-masing menunjukkan adanya pergeseran hipsokromik dan munculnya transisi d – d pada panjang gelombang 600 nm; 585 nm; serta 613 nm.
5. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) pada variasi 10; 20; dan 30 menit menggunakan FTIR masing-masing menunjukkan adanya pergeseran serapan gugus fungsi imina (C=N) dari bilangan gelombang 1620 cm^{-1} menjadi 1643 cm^{-1} serta bilangan gelombang 1620 cm^{-1} menjadi 1612 cm^{-1} dengan serapan yang tajam dan kuat. Serapan lain muncul pada bilangan gelombang 532 cm^{-1} dan 447 cm^{-1} yaitu dari gugus fungsi Fe-O dan Fe-N yang menunjukkan adanya koordinasi antara ligan dengan logam.
6. Uji kuantitatif metode Jobs variasi 10 menit menghasilkan perbandingan mol logam dan ligan pada senyawa kompleks yaitu 1:4.
7. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) pada variasi 10 menit menggunakan AAS menghasilkan kadar Fe sebesar 5,1661% dengan prediksi rumus molekul $[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N})_4]$.
8. Karakterisasi atom nitrogen senyawa kompleks basa Schiff-Fe(III) variasi 10 menit menggunakan metode Kjeldahl menghasilkan kadar N sebesar 5,4630% dengan prediksi rumus molekul $[\text{Fe(III)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N})_4]$.

5.2 Saran

Sintesis ligan basa Schiff dan kompleksnya dengan logam Fe(III) menggunakan mortar agate. Karakterisasi senyawa kompleks menggunakan XRD kristal tunggal untuk mengetahui struktur kompleks yang terbentuk, TGA-DTA untuk mengetahui dekomposisi massa sampel, dan SEM-EDX untuk mengetahui persebaran unsur penyusun kompleks Fe(III) dengan ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol serta perbandingan jumlah unsur guna memperkuat penentuan struktur senyawa kompleks.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdel-Rahman, L. H., Abdelghani, A. A., Alobaid, A. A., El-Ezz, D. A., Warad, I., Shehata, M. R., Dan Abdalla, E. M. 2023. Novel Bromo And Methoxy Substituted Schiff Base Complexes Of Mn(II), Fe(III), And Cr(III) For Anticancer, Antimicrobial, Docking, And Admet Studies. *Scientific Reports*, 13(1).
- Abdulrazzaq, A. G., Dan Al-Hamdani, A. A. S. 2023. Cr(III), Fe(III), Co(II) And Cu(II) Metal Ions Complexes With Azo Compound Derived From 2-Hydroxyquinolin Synthesis, Characterization, Thermal Study And Antioxidant Activity. *Ibn Al-Haitham Journal For Pure And Applied Sciences*, 36(3), 214–230.
- Al Hakimi, N. S., Hanapi, A., Dan Fasya, A. G. 2017. Green Synthesis Senyawa Imina dari Vanillin And Anilina Dengan Katalis Alami Air Jeruk Nipis (Citrus aurantifolia). *ALCHEMY: Journal of Chemistry*, 5(4), 120-124.
- Al-Qaisi, F. M., Nieger, M., Kemell, M. L., Dan Repo, T. J. 2016. Catalysis Of Cycloaddition Of Carbon Dioxide And Epoxides Using A Bifunctional Schiff Base Iron(III) Catalyzt. *Chemistry Select*, 1(3), 545–548.
- Al-Riyahee, A. A. A., H. Hadadd, H., Dan H. Jaaz, B. 2018. Novel Nickel(II), Copper(II) And Cobalt(II) Complexes Of Schiff Bases A, D And E: Preparation, Identification, Analytical And Electrochemical Survey. *Oriental Journal Of Chemistry*, 34(6), 2927–2941.
- Amalia, D., Dan Fajri, D. R. 2020. Analisis Kadar Nitrogen Dalam Pupuk Urea Prill Dan Granule Menggunakan Metode Kjeldahl Di PT Pupuk Iskandar Muda. *Jurnal Kimia Sains Dan Terapan*, 2(1), 28-32.
- Anupama, B., Sunita, M., Shiva Leela, D., Ushaiah, B. C., Dan Kumari, C. G. 2014. Synthesis, Spectral Characterization, DNA Binding Studies And Antimicrobial Activity Of Co(II), Ni(II), Zn(II), Fe(III) And VO(IV) Complexes with 4-Aminoantipyrine Schiff Base of Ortho-Vanillin. *J Fluoresc*, 24.
- Azizah, Y., Hanapi, A., Dan Adi, T. K. 2015. Synthesis Of 3-(4-Hydroxy-3-Metoxyphehyl)-1-Phenyl-2-Propen-1-On And Its Antioxidant Activity Assay Using DPPH. *ALCHEMY: Journal of Chemistry*, 4(1), 67-72.
- Bengi, K., Maddikayala, S., Dan Pulimamidi, S. R. 2022. DNA Binding, Cleavage, Docking, Biological And Kinetic Studies Of Cr (III), Fe (III), Co (II) And Cu (II) Complexes With Ortho-Vanillin Schiff Base Derivative. *Applied Organometallic Chemistry*, 36(1).
- Çapan, A., Ceyhan, G., Dan Sönmez, M. 2017. Synthesis, Characterization And Catalytic Properties Of Some Transition Metal Complexes Of New Phenoxy-Imine Ligand. *International Journal of Chemistry and Technology*, 1(1), 37-45.
- Dharmayanti Dan Martak. 2015. Sintesis Senyawa Aktif Kompleks Mangan(II) Dengan Ligan 2(4-Nitrofenil)-4,5-Difenil-1h-Imidazol. *Jurnal Sains Dan Seni Its*, 4(2), 2337-3520.
- Dinesh Karthik, A., Shakila, D., Geetha, K., Dan Muthuvel, I. 2020. Green Approach To Synthesize, Spectral Investigation And Biological Applications Of Potentially Active Ternary Schiff Base Copper(II) Complexes. *Materials Today: Proceedings*, 43, 2389–2396.
- Effendy. 2007. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Effendy. 2013. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1 Edisi 2*. Malang: Indonesian Academic Publishing.
- Fahriyah, Lumatut Durrotil. 2021. Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu (II) Dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. *Skripsi*. Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Feng, X., Chen, J. L., Luo, G. Y., Wang, L. Y., Dan Guo, J. Z. 2015. A Binuclear Iron(III) Schiff Base Complex Doubly Bridged By Hydroxyl Groups: Synthesis, Structure, And Characterization. *Russian Journal Of Coordination Chemistry*, 41(2), 101–107.
- Fessenden, R.J Dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Gautam, C., Srivastava, D., Kociok-Köhn, G., Gosavi, S. W., Sharma, V. K., Chauhan, R., Late, D. J., Kumar, A., Dan Muddassir, M. 2023. Copper(II) And Cobalt(III) Schiff Base Complexes With Hydroxy Anchors As Sensitizers In Dye-Sensitized Solar Cells (DSSCs). *Rsc Advances*, 13(13), 9046–9054.
- Harsojo, Nur Aji Wibowo, Dan Edi Suharyadi. 2023. *Giant Magnetoresistance Sebagai Bio Sensor*. Yogyakarta: Nas Media Pustaka.
- Harwood Dan Claridge. 1996. *Introduction To Organic Spectroscopy*. USA: Oxford Press.
- Jovianto, A. 2020. Perbandingan Metode Sintesis Refluks, Penggerusan, Pelarut Air (Stirrer) Dan Sonikasi Pada Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari O-Vanilin Dan P-Anisidina *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Junghare, N. V., Jagtap, B. S., Jadhav, R. R., Dan Jadhav, J. P. 2022. Synthesis, Spectral Characterization and Bioactivity of Co(II), Mn(II), Fe(II) and Fe(III) Complexes of Bidentate N,S Schiff Base of S-Benzyl Dithiocarbazate with p-(Dimethylamino)benzaldehyde. *Journal of Chemistry*, 34(3).
- Kilinc, D., Sahin, O., Dan Horoz, S. 2019. A Study On The Structural, Optical And Photovoltaic Properties Of Fe(II) Schiff Base Complex With 5 Amino-2,4-Dichlorophenol-3,5-Ditertbutylsalsylaldimine Ligand. *Journal Of Nanomaterials And Biostructures*, 14(2).
- Knittl, E. T., Abou-Hussein, A. A., Dan Linert, W. 2018. Syntheses, Characterization, And Biological Activity Of Novel Mono-And Binuclear Transition Metal Complexes With A Hydrazone Schiff Base Derived From A Coumarin Derivative And Oxalyldihydrazine. *Monatshefte für Chemie-Chemical Monthly*, 149.
- Kumar, S. K., K, A. K., Dan Author, C. 2017. Antitumor, Cytotoxic And Antimicrobial Studies Of A Novel Schiff Base, Ortho-Vanillin-(1,2-Ethylenediimine) Ortho-Hydroxyacetophenone And Its Transition Metal Complexes. *Journal Of Pharmaceutical, Chemical And Biological Sciences*, 5(3).
- Lafferty, F.W. 1988. *Interpretasi Spektra Massa, Edisi Ketiga, Ab Hardjono Sastrohamidjojo*. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada Press.
- Liu, X., Dan Hamon, J. R. 2019. Recent Developments In Penta-, Hexa- And Heptadentate Schiff Base Ligands And Their Metal Complexes. *Coordination Chemistry Reviews*, 389, 94–118.
- Liu, Y., Yang, L., Yin, D., Dang, Y., Yang, L., Zou, Q., Li, J., Dan Sun, J. 2019. Solvent-Free Synthesis, Characterization, Biological Activity Of Schiff Bases And Their Metal(II) Complexes Derived From Ferrocenyl Chalcone. *Journal Of Organometallic Chemistry*, 899.
- Ljubijankić N. Dan Galijašević S. 2020. Synthesis And Characterization Of Fe(III) Complex With Thiosemicarbazide-Based Ligand. *Bulletin Of The Chemists and Technologists Of Bosnia And Herzegovina*, 55.
- Nadhifah, H. 2020. Green Synthesis Senyawa Basa Schiff 2-Metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol Dari o-Vanilin Dan p-Anisidina Dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan Pada Variasi Waktu 30, 45, Dan 60 Menit. *Skripsi*. Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Nasir, M. 2019. *Spektrofotometri Serapan Atom*. Aceh: Syiah Kuala University Press.
- Naureen, B., Miana, G. A., Shahid, K., Asghar, M., Tanveer, S., Dan Sarwar, A. 2021. Iron (III) And Zinc(II) Monodentate Schiff Base Metal Complexes: Synthesis, Characterization And Biological Activities. *Journal Of Molecular Structure*, 1231.

- Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S. 1979. *Introduction To Spectroscopy: A Guide For Students Of Organic Chemistry*. United states: W. B. Saunders Co.
- Radha, V. P., Jone Kirubavathy, S., Dan Chitra, S. 2018. Synthesis, Characterization And Biological Investigations Of Novel Schiff Base Ligands Containing Imidazoline Moiety And Their Co(II) And Cu(II) Complexes. *Journal Of Molecular Structure*, 1165, 246–258.
- Rahayu, N. R. 2021. Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II) Dengan Ligan Basa Schiff 2-[(4-Metilfenilimino)Metil]-6-Metoksifenol. *Skripsi*. Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Rahmawati, E., Dewi, D. C., Fasya, A. G., Dan Fauziyah, B. 2015. Analysis of Metal Copper Concentration At Candy Using Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS). *ALCHEMY: Journal of Chemistry*, 4(1), 39-43.
- Sangeetha, M., Dan Gandhimathi, R. 2023. Synthesis, Characterization, Molecular Docking Of Sulphadiazine Schiff Base Metal Complexes And Its Antibacterial, Anti-Inflammatory And Anti Depressant Activity. *J. Pharm*, 42(3).
- Saranya, J., Jone Kirubavathy, S., Chitra, S., Zarrouk, A., Kalpana, K., Lavanya, K., Dan Ravikiran, B. 2020. Tetradentate Schiff Base Complexes Of Transition Metals For Antimicrobial Activity. *Arabian Journal For Science And Engineering*, 45(6), 4683–4695.
- Sen, P., Akagunduz, D., Aghdam, A. S., Cebeci, F. Ç., Nyokong, T., Dan Catal, T. 2020. Synthesis Of Novel Schiff Base Cobalt(II) And Iron(III) Complexes As Cathode Catalysts For Microbial Fuel Cell Applications. *Journal Of Inorganic And Organometallic Polymers And Materials*, 30(4), 1110–1120.
- Silverstein, Robert M., G. Clayton Bassler, Terence C. Morrill. 1991. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Universitas Michigan: Wiley.
- Sirumapea, L., Dan Khoirunisa, A. 2015. Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Antibakteri Kompleks Fe(III) Dengan Derivat Kompleks Basa Schiff. *IJPST*, 2(2).
- Skoog, A. D., F. James Holler, Stanley R. Crouch. 1998. *Principles Of Instrumental Analysis Seventh Edition*. USA: Cengage Learning.
- Socrates, G. 2001. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies, Table and Charts, Third Edition*. Singapore: John Wiley & Sons, Ltd.
- Sofiana Agustin, I. 2017. Synthesis And Toxicity Test Of Copper(II) Complex With [N,N'-Bis(Salicylidene)-1,2-Phenylenediamine] Ligand. *Skripsi*. Jurusan Kimia, ITS.
- Solihah Khaidir, S., Bahron, H., Tajuddin, A. M., Ramasamy, K., Dan Lim, S. M. 2018. High Nuclearity Cu(II) And Co(II) Complexes Of Schiff Base Derived From O-Vanillin With Substituted M-Phenylenediamine. *International Journal Of Engineering & Technology*, 7(3).
- Suhartati, Tati. 2017. *Dasar-Dasar Spektrofotometri Uv-Vis Dan Spektrometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Bandar Lampung: AURA.
- Willian, Nancy Dan Pardi, Hilfi. 2022. *Pemisahan Kimia*. Kepulauan Riau: Umrah Press.
- Xavier, A., Dan Srividhya, N. 2014. Synthesis And Study Of Schiff Base Ligands. *Journal Of Applied Chemistry*, 7(11).
- Zamrotin. 2022. Karakterisasi Dan Uji Aktivitas Antibakteri Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis Dari O-Vanilin Dan P-Anisidina Menggunakan Metode Sonikasi Dalam Media Air. *Skripsi*. Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Zulfiah, V. 2017. Synthesis And Toxicity Test Of Nickel(II) Complex With (N,N'-Bis(Salicylidene)-1,2-Phenylenediamine (Salophen) Ligand. *Skripsi*. Kimia, ITS.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

L.1.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan

o-Vanilin dan p-anisidina

- ditimbang o-vanilin sebanyak 1,1526 g dan p-anisidina sebanyak 0,9424 g
- dimasukkan dalam mortar
- digerus menggunakan alu pada suhu ruang selama 30 menit
- dikeringkan dalam desikator sampai massanya konstan
- dihitung rendemen produk sintesis
- diamati sifat fisiknya berupa bentuk dan warna

Hasil

L.1.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA)

Produk hasil sintesis

- diambil secukupnya produk hasil sintesis
- dimasukkan ke dalam pipa kapiler
- dimasukkan pipa kapiler dan termometer ke alat MPA
- dinyalakan MPA serta diatur suhu kenaikannya hingga 20 °C/menit
- diturunkan suhu menjadi 10 °C/menit, jika suhu yang teramati mencapai 60% dari titik leleh teori
- diatur suhu menjadi 1 °C/menit, jika suhu yang teramati kurang 15 °C dari titik leleh teori
- diamati proses pelelehan produk sintesis hingga produk sintesis mencair

Hasil

L.1.3 Uji Sifat Kimia Produk dengan Larutan Akuades dan NaOH 2M

Ligan basa Schiff

- dimasukkan 0,005 g ligan basa Schiff ke dalam dua tabung reaksi yang berbeda
- ditambahkan 2 mL akuades pada tabung reaksi pertama
- ditambahkan 2 mL NaOH 2M pada tabung reaksi kedua
- dikocok campuran dalam masing-masing tabung reaksi
- diamati perubahan yang terjadi

Hasil

L.1.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Produk hasil sintesis

- dicampur produk hasil sintesis dengan KBr pada perbandingan 2:98
- digerus dalam mortar agate
- ditekan campuran dan dibentuk pelet
- diletakkan pelet dalam *cell holder* pada instrumen FTIR
- dianalisis pada rentang bilangan gelombang 4000 – 400 cm^{-1}

Hasil

L.1.5 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS

Produk hasil sintesis

- dilarutkan 0,1 g produk hasil sintesis dengan kloroform dengan konsentrasi 20.000 ppm
- diinjeksikan dengan *syringe* ke dalam tempat GC-MS pada kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: Rtx 5
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: Gain Mode
Oven	: Terprogram 70 °C (5 menit)-300 °C (19 menit)
Temperatur injektor	: 300 °C
Tekanan gas	: 30 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,5 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium
Pengionan	: <i>Electron Impact</i> (EI) 70 eV

Hasil

L.1.6 Sintesis Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan

Ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan garam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

- ditimbang ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol sebanyak 0,5146 g dan garam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,2703 g
- dimasukkan dalam mortar
- digerus menggunakan alu pada suhu ruang dengan variasi lama penggerusan 10; 20; dan 30 menit
- dihitung rendemen produk sintesis
- diamati sifat fisiknya berupa bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan MPA

Hasil

L.1.7 Karakterisasi Senyawa Kompleks

L.1.7.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

Produk hasil sintesis variasi 10; 20; dan 30 menit dan ligan basa Schiff

- dilarutkan masing-masing produk hasil sintesis variasi 10; 20; dan 30 menit serta ligan basa Schiff dalam etanol
- dimasukkan ke dalam kuvet
- dianalisis pada rentang panjang gelombang 200 – 800 nm

Hasil

L.1.7.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Produk hasil sintesis variasi 10; 20; dan 30 menit

- dicampur masing-masing produk hasil sintesis variasi 10; 20; dan 30 menit dengan KBr pada perbandingan 2:98
- digerus dalam mortar agate
- ditekan campuran dan dibentuk pelet
- diletakkan pelet dalam *cell holder* pada instrumen FTIR
- dianalisis pada rentang bilangan gelombang 4000 – 400 cm^{-1}

Hasil

L.1.7.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam Menggunakan Metode Jobs

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan ligan basa Schiff

- ditimbang 0,1351 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 0,1286 g ligan basa Schiff
- dilarutkan masing-masing kedalam etanol hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 50 mL
- dimasukkan larutan induk dalam tabung reaksi sesuai variasi volume pada Tabel 3.1
- divortex tabung 2-6 selama 2 menit
- diuji larutan dalam tabung reaksi menggunakan UV-Vis pada λ_{maks} 326

Hasil

L.1.7.4 Karakterisasi Senyawa Menggunakan AAS

L.1.7.4.1 Pembuatan Larutan Standar Fe 1; 2; 3; 4 ppm

Larutan standar Fe 1000 ppm

- dipipet 5 mL larutan standar Fe 1000 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- ditanda bataskan dengan akuades sehingga diperoleh larutan induk 50 ppm
- dipipet masing-masing 1 mL, 2 mL, 3 mL, dan 4 mL dari larutan induk 50 ppm
- ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 50 mL

Hasil

L.1.7.4.2 Pembuatan Larutan Sampel

Produk hasil sintesis variasi 10 menit

- ditimbang 0,0022 g produk hasil sintesis variasi 10 menit
- ditambah 2 mL HNO₃ pekat
- ditambahkan akuades hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 100 mL
- di uji larutan standar dan larutan sampel pada AAS

Hasil

L.1.7.5 Karakterisasi Atom Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl

L.1.7.5.1 Destruksi

Produk hasil sintesis variasi 10 menit

- ditimbang 0,4420 g produk hasil sintesis variasi 10 menit
- dimasukkan ke dalam tabung Kjeldahl
- ditambahkan K₂SO₄ 3,5g; CuSO₄.5H₂O 0,1g; dan H₂SO₄ 12 mL
- dipanaskan campuran dalam almari asam pada instrumen *Automatic Digestion Unit*

Hasil

L.1.7.5.2 Destilasi Dan Titrasi Otomatis

Sampel hasil destruksi

- dipindahkan sampel hasil destruksi ke dalam *Automatic Distillation and Titration System*
- dipastikan semua reagen H₃BO₃ 4%; NaOH 35%; HCl 0,2 N; dan akuades telah tersedia
- dilakukan analisis destilasi dan titrasi pada alat
- dihitung kadar nitrogen (N) dengan Persamaan 3.2

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Penentuan Massa o-Vanilin (99%) 0,0075 Mol yang Digunakan

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\ \text{BM senyawa} &= 152,15 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa yang digunakan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 152,15 \text{ g/mol} \\ &= 1,1411 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned} \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{1,1411 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 1,1411 \text{ g}}{99 \text{ g}} \\ &= 1,1526 \text{ g} \end{aligned}$$

L.2.2 Penentuan Massa p-Anisidina (98%) 0,0075 Mol yang Digunakan

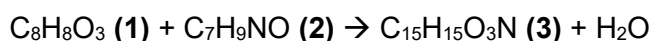
$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \\ \text{BM senyawa} &= 123,15 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa yang digunakan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 123,15 \text{ g/mol} \\ &= 0,9236 \text{ g} \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned} \frac{98 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \frac{98 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{0,9236 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 0,9236 \text{ g}}{98 \text{ g}} \\ &= 0,9424 \text{ g} \end{aligned}$$

L.2.3 Perhitungan Stoikiometri Massa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Reaksi:



Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	→	Senyawa (3)
Mula-mula	0,0075 mol		0,0075 mol		-
Bereaksi	0,0075 mol		0,0075 mol		0,0075 mol
Sisa	-		-		0,0075 mol
Rumus molekul senyawa	= $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N}$				

$$\begin{aligned}
 \text{BM senyawa} &= 257,28 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,0075 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0075 \text{ mol} \times 257,28 \text{ g/mol} \\
 &= 1,9296 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.2.4 Penentuan % Rendemen 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

$$\begin{aligned}
 \text{Massa produk eksperimen} &= 1,8986 \text{ g} \\
 \text{Massa produk teoritis} &= 1,9296 \text{ g} \\
 \% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{massa produk eksperimen}}{\text{massa produk teoritis}} \times 100\% \\
 &= \frac{1,8986 \text{ g}}{1,9296 \text{ g}} \times 100\% \\
 &= 98,39\%
 \end{aligned}$$

L.2.5 Pengamatan Titik Leleh 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Ulangan	Titik leleh produk sintesis (°C)
1	87 – 90
2	88 – 90
3	87 – 89
Rata-rata	87 – 89

L.2.6 Pembuatan Larutan NaOH 2 M

$$\text{Berat molekul} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Molaritas} = 2 \text{ M}$$

$$\text{Volume} = 20 \text{ mL}$$

$$M = \frac{\text{massa}}{M_r} \times \frac{1000}{\text{volume}}$$

$$2 \text{ M} = \frac{\text{massa}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{20 \text{ mL}}$$

$$2 \text{ M} = \frac{\text{massa}}{40 \text{ g/mol}} \times 50$$

$$\text{Massa} = \frac{2 \text{ M} \times 40 \text{ g/mol}}{50}$$

$$\text{Massa} = 1,6 \text{ gram}$$

L.2.7 Penentuan Massa FeCl₃.6H₂O yang Digunakan

$$\text{Rumus molekul senyawa} = \text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{BM senyawa} = 270,30 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol senyawa} = 0,001 \text{ mol}$$

$$\text{Massa yang digunakan} = \text{mol} \times \text{BM}$$

$$= 0,001 \text{ mol} \times 270,30 \text{ g/mol}$$

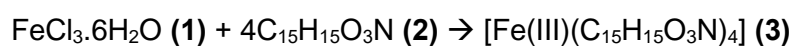
$$= 0,2703 \text{ g}$$

L.2.8 Penentuan Massa Ligan 2-Metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yang Digunakan

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N} \\ \text{BM senyawa} &= 257,28 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,002 \text{ mol} \\ \text{Massa yang digunakan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,002 \text{ mol} \times 257,28 \text{ g/mol} \\ &= 0,5146 \text{ g} \end{aligned}$$

L.2.9 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Kompleks

Reaksi:



Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	→	Senyawa (3)
Mula-mula	0,001 mol		0,002 mol		-
Bereaksi	0,0005 mol		0,002 mol		0,0005 mol
Sisa	0,0005 mol		-		0,0005 mol

- **Massa produk teoritis**

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa} &= [\text{Fe(III)(C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N)}_4] \\ \text{BM senyawa} &= 1084 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,0005 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0005 \text{ mol} \times 1084 \text{ g/mol} \\ &= 0,5420 \text{ g} \end{aligned}$$

- **Massa reaktan (sisa)**

$$\begin{aligned} \text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0005 \text{ mol} \times 270,30 \text{ g/mol} \\ &= 0,1351 \text{ g} \end{aligned}$$

- **Massa produk eksperimen**

$$\begin{aligned} \text{Massa senyawa} &= \text{Massa produk eksperimen 10 menit} - \text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,6637 \text{ g} - 0,1351 \text{ g} \\ &= 0,5286 \text{ g} \end{aligned}$$

- **% Rendemen produk sintesis variasi 10 menit**

$$\begin{aligned} \text{Massa produk eksperimen} &= 0,5286 \text{ g} \\ \text{Massa produk teoritis} &= 0,5420 \text{ g} \\ \% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{massa produk eksperimen}}{\text{massa produk teoritis}} \times 100\% \end{aligned}$$

$$= \frac{0.5286 \text{ g}}{0.5420 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 97,53\%$$

L.2.10 Pengamatan Titik Leleh Produk Sintesis

Ulangan	Kompleks variasi 10 menit	Kompleks variasi 20 menit	Kompleks variasi 30 menit
1	178 – 180	180 – 182	178 – 183
2	179 – 182	180 – 182	178 – 183
3	179 – 181	178 – 181	178 – 181
Rata-rata	178 – 181	179 – 181	178 – 182

L.2.11 Metode Jobs

L.2.11.1 Pembuatan Larutan Induk

- **Konsentrasi 0,01 M**

$$M = \frac{n}{V} \longrightarrow n = M \times V$$

$$= 0,01 \text{ M} \times 50 \text{ mL}$$

$$= 0,5 \text{ mmol}$$

$$= 0,0005 \text{ mol}$$

- **Penentuan massa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan**

Rumus molekul senyawa = $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

BM senyawa = 270,30 g/mol

Mol senyawa = 0,0005 mol

Massa yang digunakan = mol x BM

$$= 0,0005 \text{ mol} \times 270,30 \text{ g/mol}$$

$$= 0,1351 \text{ g}$$

- **Penentuan massa ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yang digunakan**

Rumus molekul senyawa = $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N}$

BM senyawa = 257,28 g/mol

Mol senyawa = 0,0005 mol

Massa yang digunakan = mol x BM

$$= 0,0005 \text{ mol} \times 257,28 \text{ g/mol}$$

$$= 0,1286 \text{ g}$$

L.2.11.2 Perhitungan Fraksi Mol Ligan (X_L)

$$X_L = \frac{V \text{ ligan} \times M \text{ ligan}}{(V \text{ ligan} \times M \text{ ligan}) + (V \text{ logam} \times M \text{ logam})}$$

Tabung reaksi 1

$$X_L = \frac{0 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}}{(0 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}) + (10 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M})}$$

$$= 0$$

Tabung reaksi 2

$$X_L = \frac{5 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}}{(5 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}) + (5 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M})}$$

$$= 0,5$$

Tabung reaksi 3

$$X_L = \frac{6 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}}{(6 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}) + (4 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M})}$$

$$= 0,6$$

Tabung reaksi 4

$$X_L = \frac{7 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}}{(7 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}) + (3 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M})}$$

$$= 0,7$$

Tabung reaksi 5

$$X_L = \frac{8 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}}{(8 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}) + (2 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M})}$$

$$= 0,8$$

Tabung reaksi 6

$$X_L = \frac{9 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}}{(9 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}) + (1 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M})}$$

$$= 0,9$$

Tabung reaksi 7

$$X_L = \frac{10 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}}{(10 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M}) + (0 \text{ mL} \times 0.01 \text{ M})}$$

$$= 1$$

L.2.11.3 Perhitungan A_{koreksi}

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

Tabung reaksi 2

$$A_{\text{koreksi}} = 6,0454 - (1 - 0,5) \cdot 10,4228$$

$$= 0,8340$$

Tabung reaksi 3

$$A_{\text{koreksi}} = 6,6385 - (1 - 0,6) \cdot 10,4228$$

$$= 2,4694$$

Tabung reaksi 4

$$A_{\text{koreksi}} = 8,0418 - (1 - 0,7) \cdot 10,4228$$

$$= 4,9149$$

Tabung reaksi 5

$$A_{\text{koreksi}} = 10,0000 - (1 - 0,8) \cdot 10,4228$$

$$= 7,9154$$

Tabung reaksi 6

$$A_{\text{koreksi}} = 5,8930 - (1 - 0,9) \cdot 10,4228$$

$$= 4,8507$$

L.2.11.4 Data Hasil

Tabung reaksi	FeCl ₃ .6H ₂ O (mL) 0,01 M	C ₁₅ H ₁₅ O ₃ N (mL) 0,01 M	Mol logam (mmol)	Mol ligan (mmol)	Absorbansi (nm)	X ligan (X _L)
1	10	0	0,1	0	5,8956	0
2	5	5	0,05	0,05	6,0454	0,5
3	4	6	0,04	0,06	6,6385	0,6
4	3	7	0,03	0,07	8,0418	0,7
5	2	8	0,02	0,08	10,0000	0,8
6	1	9	0,01	0,09	5,8930	0,9
7	0	10	0	0,1	4,5272	1

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

X ligan	A logam (M)	A ligan (L)	A _{M+L}	A _{terukur}	A _{koreksi}
0,5	5,8956	4,5272	10,4228	6,0454	0,8340
0,6	5,8956	4,5272	10,4228	6,6385	2,4694
0,7	5,8956	4,5272	10,4228	8,0418	4,9149
0,8	5,8956	4,5272	10,4228	10,0000	7,9154
0,9	5,8956	4,5272	10,4228	5,8930	4,8507

L.2.11.5 Perhitungan Perbandingan Mol Logam dan Ligan Berdasarkan Titik Potong (Fraksi Mol Ligan Tertinggi) pada Senyawa Kompleks

$$\text{Fraksi mol ligan tertinggi} = 0,8$$

$$\text{Fraksi mol logam} = 1 - \text{Fraksi mol ligan tertinggi}$$

$$= 1 - 0,8$$

$$= 0,2$$

$$\text{Rasio mol logam dan ligan} = \frac{\text{Fraksi mol ligan tertinggi}}{\text{Fraksi mol logam}}$$

$$= \frac{0,8}{0,2} = \frac{4}{1}$$

Sehingga, perbandingan mol logam dan ligan pada senyawa kompleks adalah 1:4

L.2.12 Pembuatan Larutan Standar Fe 1, 2, 3, dan 4 ppm

- Pembuatan Larutan Induk Fe 50 ppm**

Diketahui : M1 = 1000 ppm

M2 = 50 ppm

V2 = 100 mL

Ditanya : V1...?

Jawab :

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$1000 \text{ ppm} \times V1 = 50 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 5 \text{ mL}$$

- **Pembuatan Larutan Standar Fe dari Larutan Induk Fe 50 ppm**

Diketahui : M1 = 50 ppm

V2 = 50 mL

Ditanya : V1...?

Jawab : M1 x V1 = M2 x V2

- **Pembuatan Larutan Standar Fe 1 ppm**

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 1 \text{ mL}$$

Di pipet 1 mL larutan induk 50 ppm ke dalam labu ukur 50 mL lalu tambahkan akuades hingga mencapai tanda batas

- **Pembuatan Larutan Standar Fe 2 ppm**

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{2 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 2 \text{ mL}$$

Di pipet 2 mL larutan induk 50 ppm ke dalam labu ukur 50 mL lalu tambahkan akuades hingga mencapai tanda batas

- **Pembuatan Larutan Standar Fe 3 ppm**

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 3 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{3 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 3 \text{ mL}$$

Di pipet 3 mL larutan induk 50 ppm ke dalam labu ukur 50 mL lalu tambahkan akuades hingga mencapai tanda batas

- **Pembuatan Larutan Standar Fe 4 ppm**

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{4 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 4 \text{ mL}$$

Di pipet 4 mL larutan induk 50 ppm ke dalam labu ukur 50 mL lalu tambahkan akuades hingga mencapai tanda batas

L.2.13 Pembuatan Larutan Cuplikan Fe

- Konsentrasi larutan cuplikan = 2 ppm
= 2 mg/1000 mL
= 0,2 mg/100 mL
= 0,0002 g/100 mL

Sehingga dibutuhkan 0,0002 g Fe dalam 100 mL

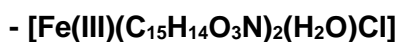
- Massa cuplikan

$$\begin{aligned} \text{Massa cuplikan} &= \frac{\text{Mr cuplikan}}{\text{Ar cuplikan}} \times \text{massa Fe} \\ &= \frac{639 \text{ g/mol}}{56 \text{ g/mol}} \times 0.0002 \text{ g} \\ &= 0,0022 \text{ g} \end{aligned}$$

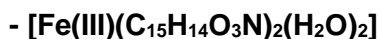
L.2.14 Penentuan Kadar (%) Fe dalam Sampel Secara Teoritis



$$\% \text{ Fe} = \frac{56 \text{ g/mol}}{639 \text{ g/mol}} \times 100\% = 8,7636 \%$$



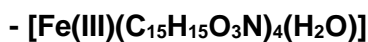
$$\% \text{ Fe} = \frac{56 \text{ g/mol}}{621.45 \text{ g/mol}} \times 100\% = 9,0112 \%$$



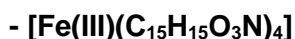
$$\% \text{ Fe} = \frac{56 \text{ g/mol}}{604 \text{ g/mol}} \times 100\% = 9,2715 \%$$



$$\% \text{ Fe} = \frac{56 \text{ g/mol}}{568 \text{ g/mol}} \times 100\% = 9,8591 \%$$



$$\% \text{ Fe} = \frac{56 \text{ g/mol}}{1102 \text{ g/mol}} \times 100\% = 5,0817 \%$$



$$\% \text{ Fe} = \frac{56 \text{ g/mol}}{1084 \text{ g/mol}} \times 100\% = 5,1661 \%$$

L.2.15 Penentuan Kadar (%) Fe dalam Sampel Secara Eksperimen

Cuplikan	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi terbaca AAS (ppm)
10 menit	2	0,1888	1,709

Persamaan regresi linier:

$$y = ax + b$$

$$y = 0,10547x + 0,00854$$

- Konsentrasi cuplikan 10 menit

$$y = 0,10547x + 0,00854$$

$$0,1888 = 0,10547x + 0,00854$$

$$x = 1,7091 \text{ mg/L}$$

- [Fe(III)(C₁₅H₁₄O₃N)₂Cl₂]

$$\text{Massa sampel terukur} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 639 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}}{56 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 1,9502 \text{ mg}$$

Kadar (%) Fe dalam sampel

$$\% \text{ Fe} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L}}{1,9502 \text{ mg}} \times 100\% = 8,7637 \%$$

- [Fe(III)(C₁₅H₁₄O₃N)₂(H₂O)Cl]

$$\text{Massa sampel terukur} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 621,45 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}}{56 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 1,8966 \text{ mg}$$

Kadar (%) Fe dalam sampel

$$\% \text{ Fe} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L}}{1,8966 \text{ mg}} \times 100\% = 9,0113 \%$$

- [Fe(III)(C₁₅H₁₄O₃N)₂(H₂O)₂]

$$\text{Massa sampel terukur} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 604 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}}{56 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 1,8434 \text{ mg}$$

Kadar (%) Fe dalam sampel

$$\% \text{ Fe} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L}}{1,8434 \text{ mg}} \times 100\% = 9,2714 \%$$

- [Fe(III)(C₁₅H₁₄O₃N)₂]

$$\text{Massa sampel terukur} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 568 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}}{56 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 1,7335 \text{ mg}$$

Kadar (%) Fe dalam sampel

$$\% \text{ Fe} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L}}{1,7335 \text{ mg}} \times 100\% = 9,8592 \%$$

- [Fe(III)(C₁₅H₁₅O₃N)₄(H₂O)]

$$\text{Massa sampel terukur} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 1102 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}}{56 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 3,3633 \text{ mg}$$

Kadar (%) Fe dalam sampel

$$\% \text{ Fe} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L}}{3,3633 \text{ mg}} \times 100\% = 5,0816 \%$$

- [Fe(III)(C₁₅H₁₅O₃N)₄]

$$\text{Massa sampel terukur} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 1084 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}}{56 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 3,3083 \text{ mg}$$

Kadar (%) Fe dalam sampel

$$\% \text{ Fe} = \frac{1,7091 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L}}{3,3083 \text{ mg}} \times 100\% = 5,1661\%$$

L.2.16 Penentuan Kadar (%) N dalam Sampel Senyawa Kompleks

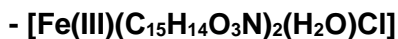
- Hasil analisis kadar (%) N dalam sampel secara eksperimen

Sampel	N (%)
Variasi 10 menit	5,463

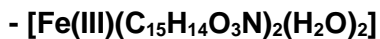
- Hasil analisis kadar (%) N dalam sampel secara teoritis



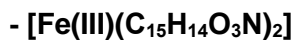
$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14 \text{ g/mol}}{639 \text{ g/mol}} \times 100\% = 4,3818 \%$$



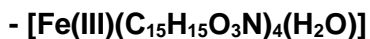
$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14 \text{ g/mol}}{621,45 \text{ g/mol}} \times 100\% = 4,5056 \%$$



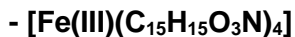
$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14 \text{ g/mol}}{604 \text{ g/mol}} \times 100\% = 4,6358 \%$$



$$\% \text{ N} = \frac{2 \times 14 \text{ g/mol}}{568 \text{ g/mol}} \times 100\% = 4,9296 \%$$



$$\% \text{ N} = \frac{4 \times 14 \text{ g/mol}}{1102 \text{ g/mol}} \times 100\% = 5,0817 \%$$



$$\% \text{ N} = \frac{4 \times 14 \text{ g/mol}}{1084 \text{ g/mol}} \times 100\% = 5,1661\%$$

Lampiran 3. Dokumentasi

L.3.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan



Penimbangan p-anisidina



Penimbangan o-vanilin



Sintesis ligan basa Schiff

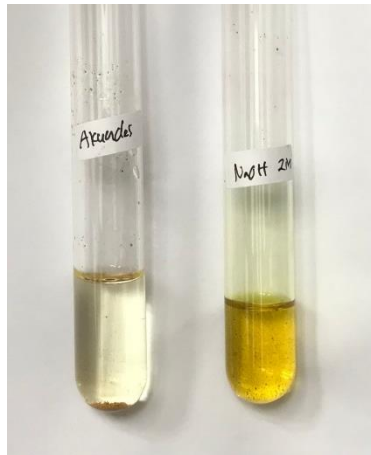


Hasil sintesis ligan basa Schiff

L.3.2 Uji Titik Leleh Produk menggunakan MPA



L.3.3 Uji Sifat Kimia Produk dengan Larutan Akuades dan NaOH 2M



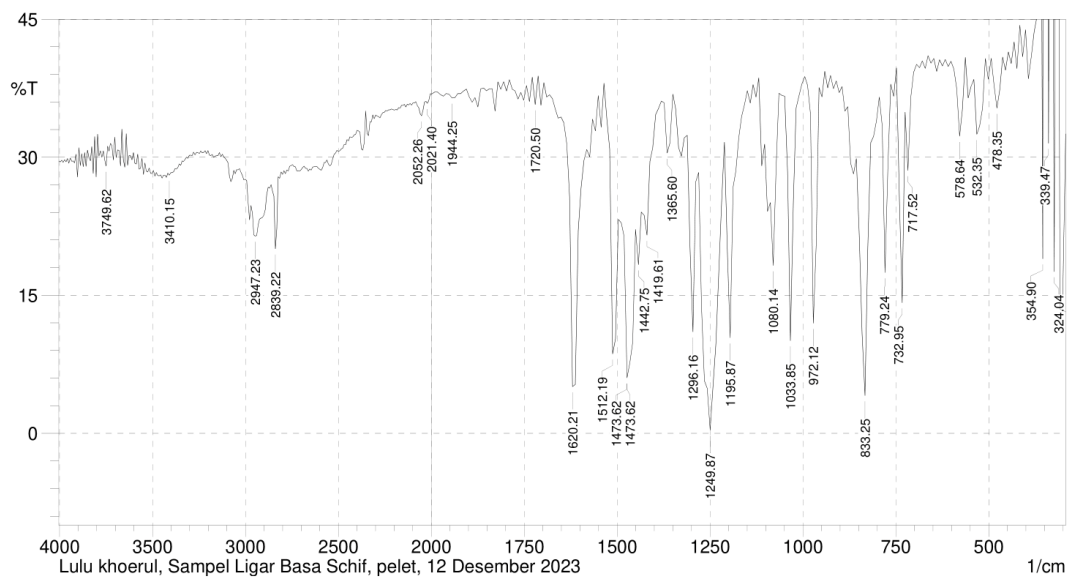
L.3.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

L.3.4.1 Produk Sintesis Basa Schiff

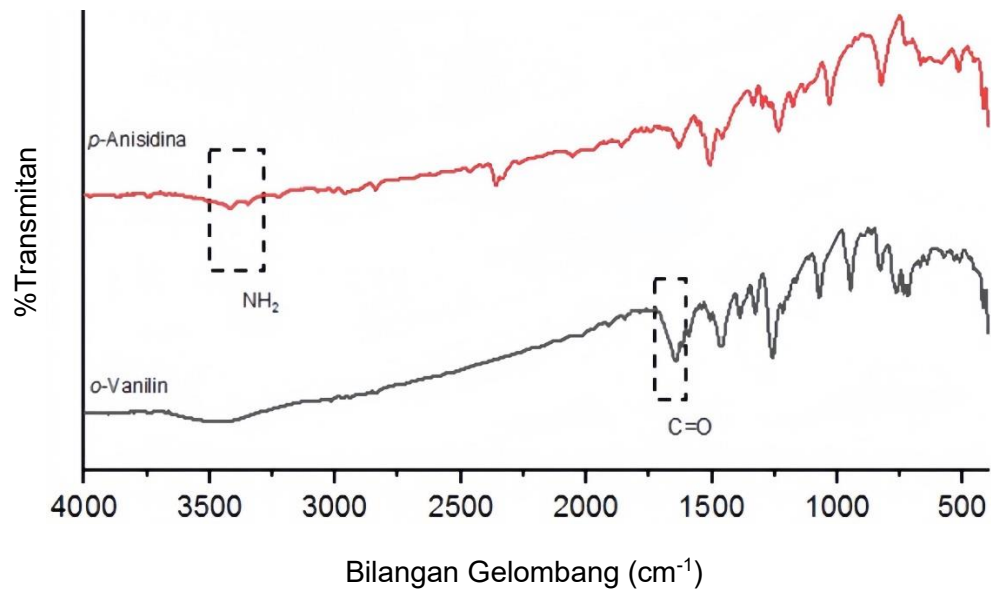
SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA UGM

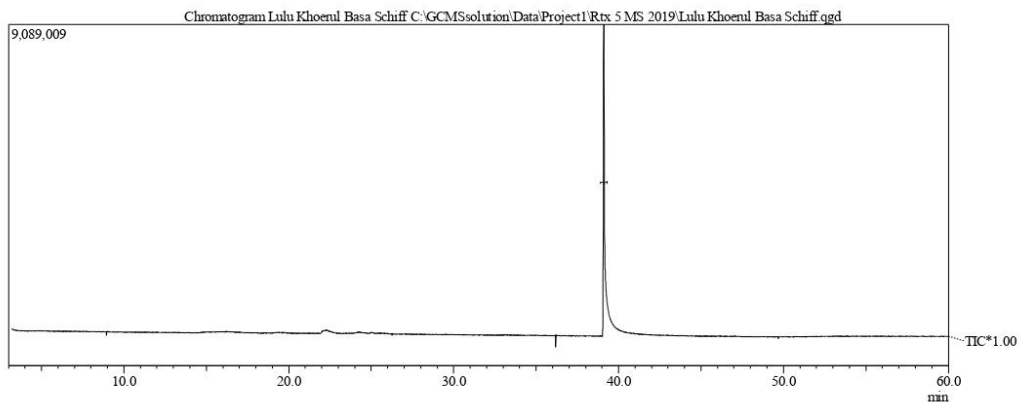
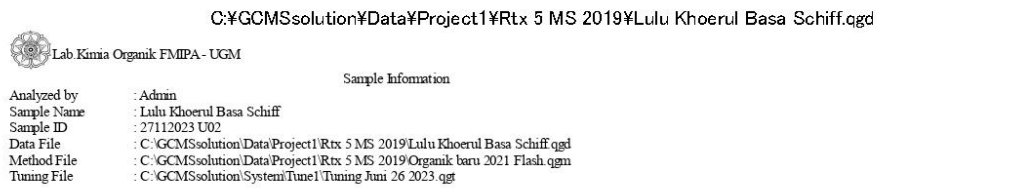


L.3.4.2 o-Vanilin dan p-Anisidina (Zamrotin, 2022)



L.3.5 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS

- Hasil analisa GC



Peak Report TIC						
Peak#	R Time	I Time	F Time	Area	Area%	Height
1	39.134	38.992	40.042	54815386	100.00	5962394
				54815386	100.00	5962394

- Hasil analisa MS

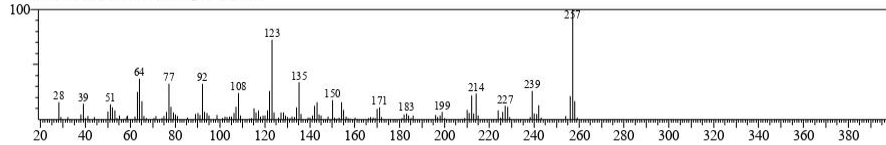
Sample Information

Lulu Khoerul Basa Schiff
 C:\GCMSolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Lulu Khoerul Basa Schiff.qgd

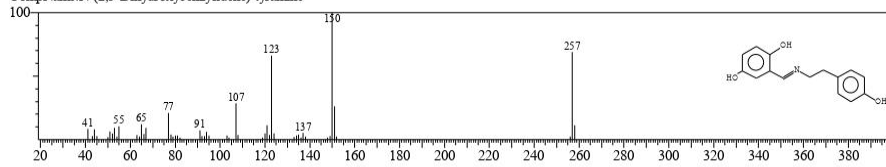
Library

<< Target >>

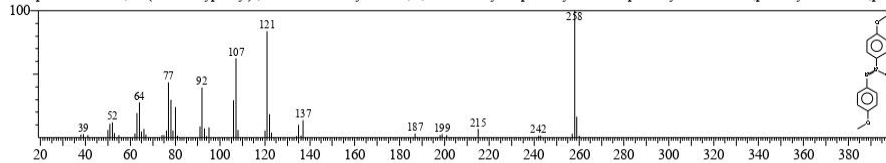
Line# 1 R Time: 39.133(Scan# 4313) MassPeaks: 134
 RawMode: Averaged 39.125-39.142(4312-4314) BasePeak: 257.10(365736)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



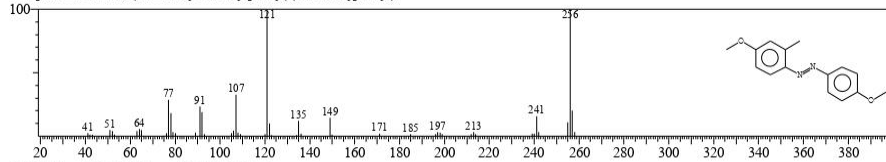
Hit# 1 Entry: 35323 Library: NIST62.LIB
 SI: 56 Formula: C15H15NO3 CAS: 0-00-0 MolWeight: 257 RetIndex: 0
 CompName: N-(2,5-Dihydroxybenzylidene)-tyramine



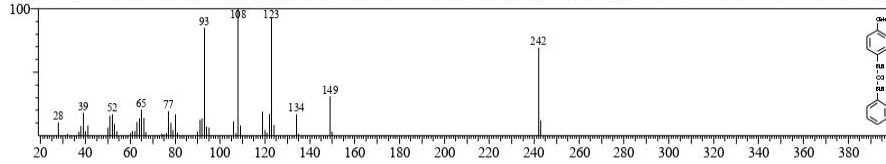
Hit# 2 Entry: 35489 Library: NIST62.LIB
 SI: 54 Formula: C14H14N2O3 CAS: 1562-94-3 MolWeight: 258 RetIndex: 0
 CompName: Diazene, bis(4-methoxyphenyl)-, 1-oxide \$S\$ p-Azoxybenzene, 4,4'-dimethoxy- \$S\$ p-Azoxyanisole \$S\$ p-Azoxidiansole \$S\$ p,p'-azoxyanisole \$S\$ p,p'-azoxidiansole \$S\$ 4,4'-Azoxyanisole \$S\$



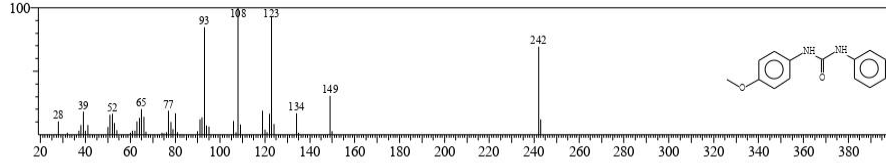
Hit# 3 Entry: 35134 Library: NIST62.LIB
 SI: 54 Formula: C15H16N2O2 CAS: 29418-53-9 MolWeight: 256 RetIndex: 0
 CompName: Diazene, (4-methoxy-2-methylphenyl)(4-methoxyphenyl)-



Hit# 4 Entry: 102911 Library: WILEY229.LIB
 SI: 53 Formula: C14H14N2O2 CAS: 3746-53-0 MolWeight: 242 RetIndex: 0
 CompName: Urea, N-(4-methoxyphenyl)-N'-phenyl- (CAS) Carbanilide, 4-methoxy- \$S\$ 1-(p-Methoxyphenyl)-3-phenylurea \$S\$ N-p-Methoxyphenyl-N'-phenylurea \$S\$ N-(4-Methoxyphenyl)-N'-phenyl-



Hit# 5 Entry: 32326 Library: NIST62.LIB
 SI: 53 Formula: C14H14N2O2 CAS: 3746-53-0 MolWeight: 242 RetIndex: 0
 CompName: Urea, N-(4-methoxyphenyl)-N'-phenyl- \$S\$ Carbanilide, 4-methoxy- \$S\$ 1-(p-Methoxyphenyl)-3-phenylurea \$S\$ N-p-Methoxyphenyl-N'-phenylurea \$S\$ N-(4-Methoxyphenyl)-N'-phenyl-



L.3.6 Sintesis Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol



Pencampuran ligan basa 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



Sintesis kompleks basa Schiff-Fe(III)



Hasil sintesis variasi 10 menit



Hasil sintesis variasi 20 menit



Hasil sintesis variasi 30 menit

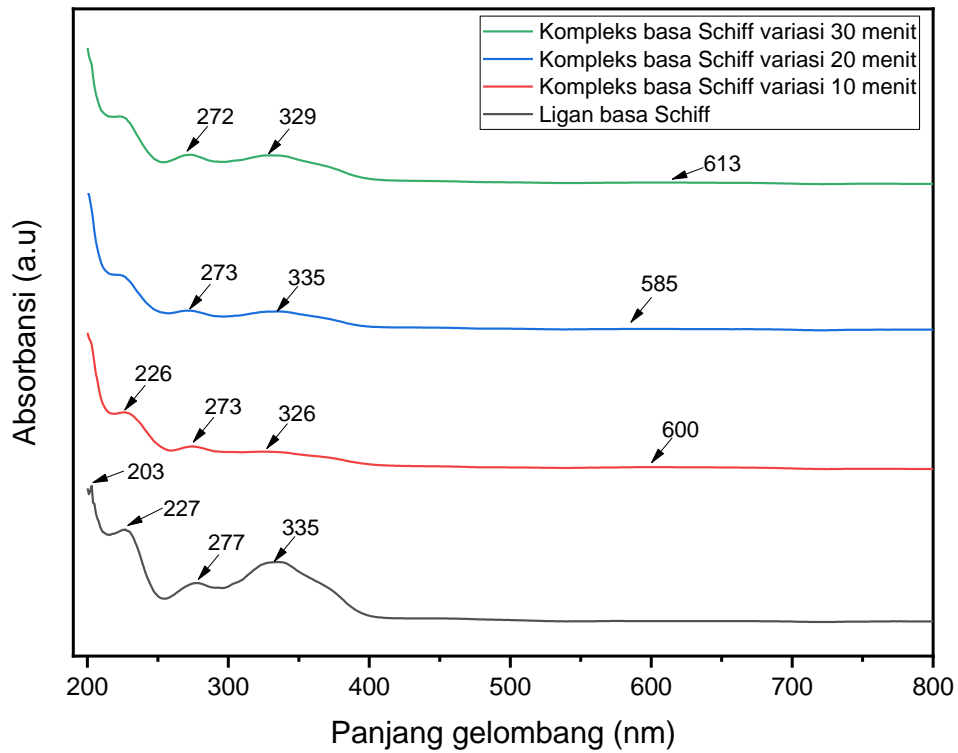


Hasil uji titik leleh

L.3.7 Karakterisasi Senyawa Kompleks

L.3.7.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

L.3.7.1.1 Uji Kualitatif



L.3.7.1.2 Uji Kuantitatif (Metode Jobs)



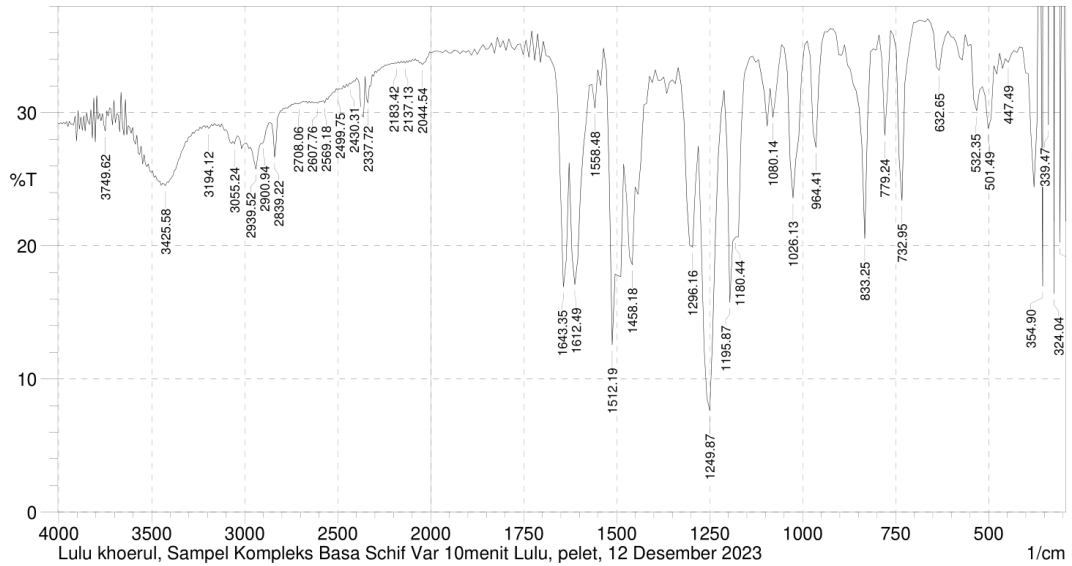
L.3.7.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

L.3.7.2.1 Variasi 10 menit

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA UGM

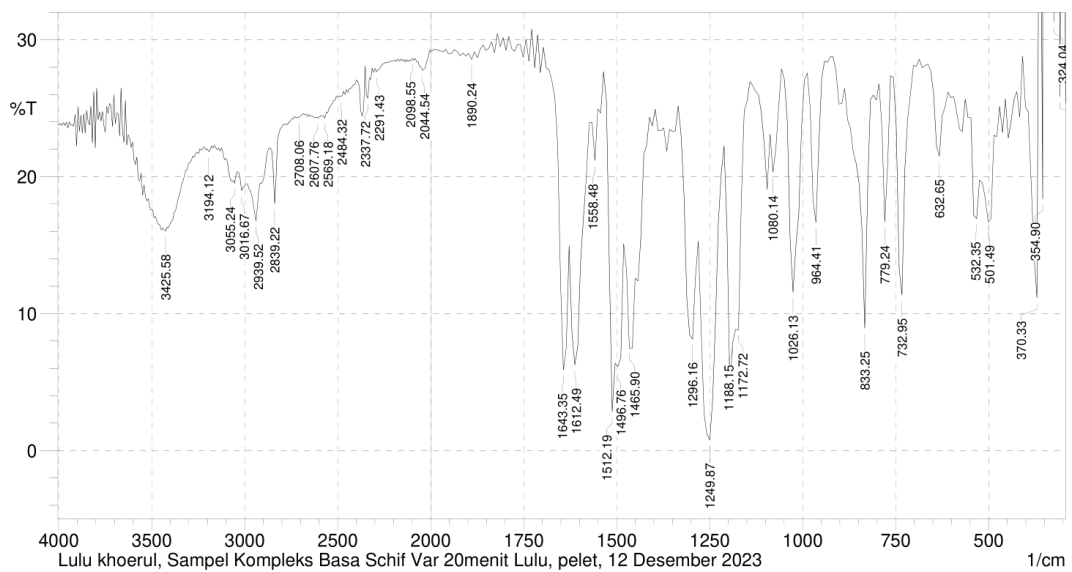


L.3.7.2.2 Variasi 20 menit

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA UGM

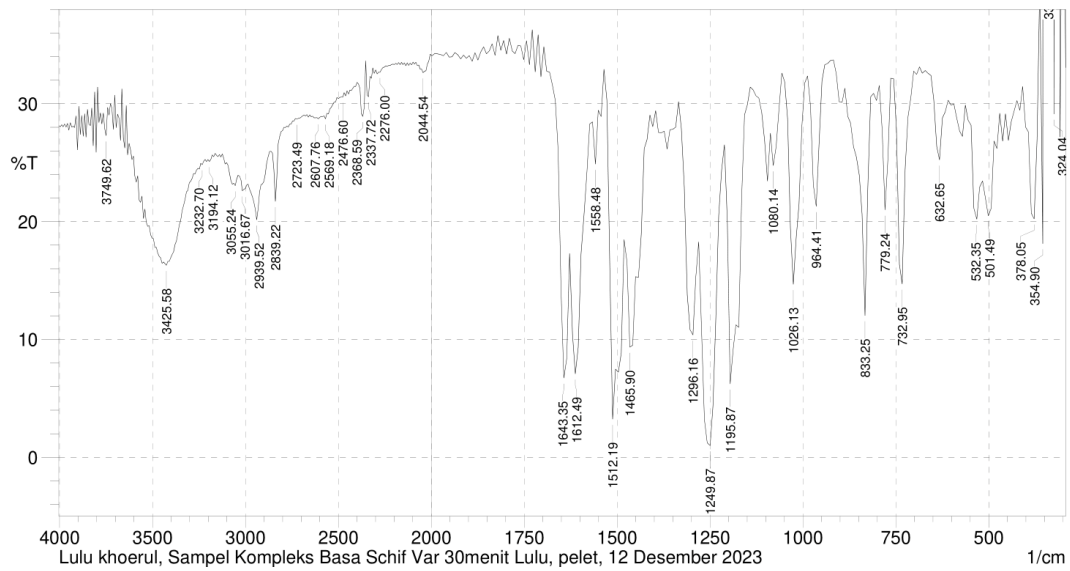
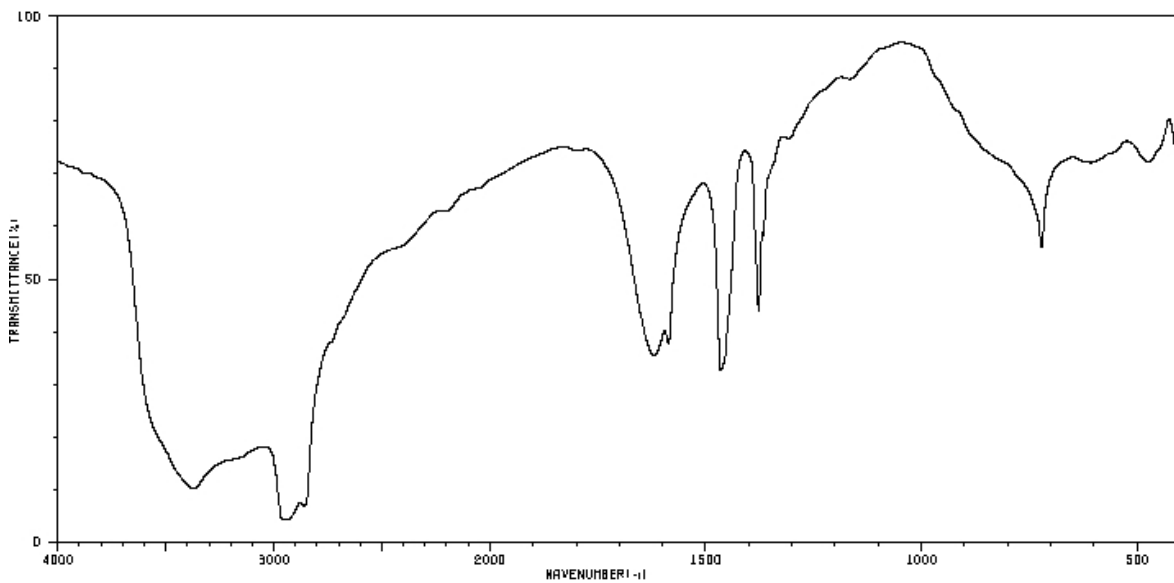


L.3.7.2.3 Variasi 30 menit

SHIMADZU





Lab. Kimia Organik FMIPA UGM

L.3.7.2.4 FeCl₃.6H₂O (sdfs.db.aist.go.jp)

L.3.7.3 Karakterisasi Senyawa Menggunakan AAS

SpectrAA Report		2:37 PM 12/18/2023	Page 1 of 1
LABORATORIUM INSTRUMEN JURUSAN KIMIA UN MAULANA MALIKIBRAHMI MALANG			
Analyst	moh. taufiq		
Date Started	9:31 AM 5/5/2023		
Worksheet	Lulu kimia		
Comment	analisis kompleks BS Fe		
Methods	Fe		
Computer name	KIMA-C4F298F75		
Serial Number:			
Method: Fe (Flame)			
Sample ID	Conc mg/L	Mean Abs	
CAL ZERO	0.000	0.0012	
STANDARD 1	1.000	0.1137	
STANDARD 2	2.000	0.2282	
STANDARD 3	3.000	0.3378	
STANDARD 4	4.000	0.4165	
Curve Fit	= Linear		
Characteristic Conc	= -0.039 mg/L		
r	= 0.9978		
Calculated Conc	= -0.070 0.997 2.083 3.122 3.868		
Residuals	= 0.070 0.003 -0.083 -0.122 0.132		
Abs = 0.10547 x C + 0.00354			
kompleks BS Fe	1.709	0.1888	

L.3.7.4 Karakterisasi Atom Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl

	LEMBAR KERJA KOMPILASI DATA LABORATORIUM PENGUJIAN "LPPT- UGM"		RDP/5.10.2/LPPT Rev 2															
Nama sampel	Kompleks Basa Schiff Fe(III)	No. Pengujian	2653															
Kode sampel	23120102817	Tanggal Diterima	18 Des 2023															
Tanggal Pengujian	18 Des 2023	Tanggal Selesai	16 Jan 2024															
Suhu Ruangan	25°C	Kelembaban	60%															
Metoda Uji	1. Automatic Kjeldahl	2.																
	3.	4.																
Kadar N Total																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th>No</th> <th>Kode</th> <th>Berat spl (g)</th> <th>N HCl (N)</th> <th>Vol HCl Blanko (ml)</th> <th>Vol HCl Spl (ml)</th> <th>N (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>Basa schiff Fe</td> <td>0,4420</td> <td>0,2680</td> <td>0,046</td> <td>6,478</td> <td>5,463</td> </tr> </tbody> </table>					No	Kode	Berat spl (g)	N HCl (N)	Vol HCl Blanko (ml)	Vol HCl Spl (ml)	N (%)	1	Basa schiff Fe	0,4420	0,2680	0,046	6,478	5,463
No	Kode	Berat spl (g)	N HCl (N)	Vol HCl Blanko (ml)	Vol HCl Spl (ml)	N (%)												
1	Basa schiff Fe	0,4420	0,2680	0,046	6,478	5,463												
LANGKAH KERJA																		
N Total																		
Dekstruksi																		
<ol style="list-style-type: none"> 1. Timbang ± 0,5 g sampel, masukkan dalam tabung kjedahl. 2. Tambah K₂SO₄ 3,5 g ; CuSO₄.5H₂O 0,1 g ; 12 ml H₂SO_{4(p)} 3. Panaskan dalam almari asam pada instrument <i>Automatic Digestion Unit</i>. 																		
Destilasi dan Titrasi																		
<ol style="list-style-type: none"> 1. Hasil dekstruksi dipindahkan dalam <i>Automatic Distillation and Titration System</i>. 2. Pastikan semua reagen H₃BO₃ 4%, NaOH 35%, HCl 0,2 N, dan aquadest telah tersedia. 3. Lakukan analisis destilasi dan titrasi pada alat. $\%N(x \text{ sampel cair}) = 14,007 \times (T-B) \times N \times 100 / (1000 \times mL)$ $\%N(x \text{ sampel padat}) = 14,007 \times (T-B) \times N \times 100 / (1000 \times mL_{\text{sampel}})$ 																		
Diperiksa/Disetujui Oleh		Dikerjakan Oleh																
Anom Irawan, S.T.		 Nida Nur F., S.TP.																