

**SINTESIS HIJAU DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN
BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

Oleh:
ZAHROTUL AINIYAH OKTAVIA
NIM. 200603110123



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

**SINTESIS HIJAU DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN
BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

**Oleh:
ZAHROTUL AINIYAH OKTAVIA
NIM. 200603110123**

**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 Cu(II) DENGAN LIGAN
BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

Oleh:
ZAHROTUL AINIYAH OKTAVIA
NIM. 200603110123

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 05 Desember 2024

Pembimbing I



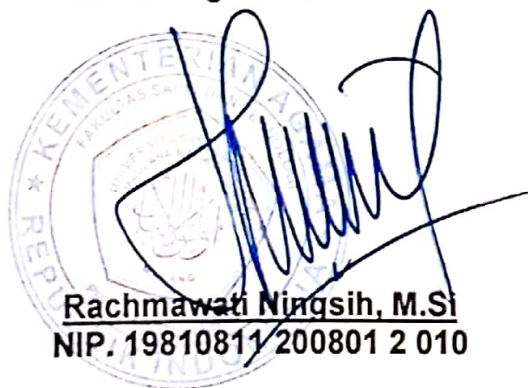
Ahmad Hanapi, M.Sc
NIP. 19851225 202321 1 021

Pembimbing II



Dr. M. Imamudin, Lc., MA
NIP. 19740602 200901 1 010

**Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia**



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

**SINTESIS HIJAU DAN KARAKTERISASI SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN
BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-(((4-METOKSIFENIL)IMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

Oleh:
ZAHROTUL AINIYAH OKTAVIA
NIM. 200603110123

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 05 Desember 2024

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

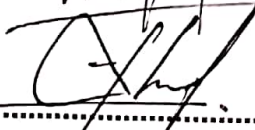
Anggota Penguji I : Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech
LB. 63033

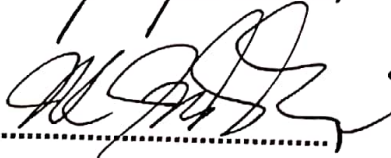
Anggota Penguji II : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIP. 19851225 202321 1 021

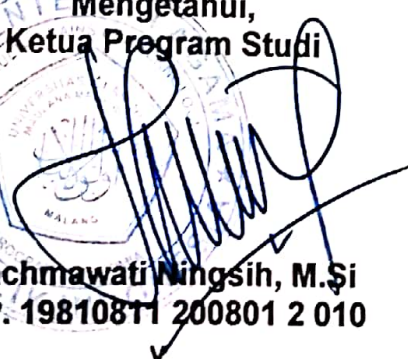
Anggota Penguji III : Dr. M. Imamudin, Lc., M.A
NIP. 19740602 200901 1 010

()

()

()

()

Mengetahui,
Ketua Program Studi

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

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan ucapan syukur kepada Allah SWT, saya mempersembahkan skripsi ini kepada:

1. Orang tua saya tercinta, Bapak Zainul Falikhin dan Ibu Surifah yang senantiasa memberikan segala daya dan upaya, do'a, nasehat, serta dukungannya untuk membahagiakan anak perempuannya ini. Skripsi ini merupakan bukti bahwa mereka mampu memberikan pendidikan yang terbaik untuk anaknya dengan segala keterbatasan yang ada. Bapak dan Mamak adalah satu-satunya alasan kenapa saya bisa mencapai titik ini. Permohonan maaf anakmu sampaikan, karena belum bisa memberikan yang terbaik untuk Bapak dan Mamak. Hanya Allah SWT yang bisa membalas segala kebaikan yang kalian berikan
2. Kakak satu-satunya (Mas Antok) beserta keluarga kecilnya (Mbak Putri dan Rafa), yang selalu memberikan dukungan dalam setiap langkah yang dipilih adiknya.
3. Seluruh Dosen kimia UIN Malang khususnya Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc dan Bapak Dr. M. Imamudin, Lc., M.A selaku pembimbing saya yang senantiasa mengajari saya dengan sabar dan telaten, serta memberikan motivasi untuk menyelesaikan skripsi ini. Kemudian Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si dan Ibu Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech sebagai dosen penguji saya yang telah membimbing dan membantu dalam merevisi skripsi saya.
4. Pemilik NIM. 200603110120 yang sudah membantu, memberi dukungan, serta menemani saya baik suka maupun duka dalam perjalanan hidup saya selama kuliah.
5. Seluruh tim basa Schiff 2020, terima kasih untuk dukungan, bantuan, kekompakan, dan motivasinya.
6. Teman-teman AURUM angkatan 2020, terima kasih telah memberi warna dalam proses pendidikan saya, khususnya Siti Nur Lailiya.

MOTTO

Lakukan yang terbaik, sehingga aku tak akan menyalahkan
diriku sendiri atas segalanya
(Magdalena Nouner)

“Terkadang memang Allah memberikan kita ujian bukan untuk memberatkan, tapi untuk
menyadarkan kita akan harapan..
Memberi masalah bukan untuk mengubah situasi, tapi untuk mengubah kuatnya hati”
(Ning. H. Widad Bariroh)

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Zahrotul Ainiyah Oktavia
NIM : 200603110123
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis Hijau dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-Metoksifenil)Imino)Metil)Fenol

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, 20 Desember 2024
Yang membuat pernyataan,



Zahrotul Ainiyah Oktavia
NIM. 200603110123

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Alhamdulillah, segala puji Syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, taufiq serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **"Sintesis Hijau dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-Metoksifenil)imino)metil)fenol"**. Sholawat dan salam semoga senantiasa mengalir indah dan tulus terucap kepada Nabi Muhammad SAW, keluarganya, sahabatnya dan para umat serta pengikutnya.

Pada penyusunan seminar proposal ini dibuat untuk memenuhi syarat kelulusan. Oleh karena itu, izinkanlah penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Orang tua penulis yaitu Bapak Zainul Falikhin dan Ibu Surifah, S.Pd beserta saudara-saudara yang selalu memberikan do'a, motivasi, dan semangat agar tidak mudah menyerah dalam segala hal yang dihadapi.
2. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc dan Bapak Dr. M. Imamudin, Lc.M.A selaku dosen pembimbing skripsi yang telah membimbing, memberikan motivasi, mengarahkan, serta memberikan masukan selama proses mengerjakan skripsi ini.
4. Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si dan Ibu Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech selaku dosen penguji yang telah memberikan arahan serta saran dan kritik kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. Ibu Anik Maunatin, S.T., M.P selaku dosen wali yang memberikan motivasi kepada penulis untuk selalu berusaha dan berdoa dalam menyelesaikan skripsi ini.
6. M Zakka Ali Rizani yang sudah membantu, memberi dukungan, serta menemani penulis dalam menyusun skripsi ini.
7. Semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa materil maupun moril.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Untuk itu penulis mengharapkan masukan yang bersifat membangun demi melengkapi naskah ini. Semoga tulisan ini bisa bermanfaat bagi mahasiswa kimia pada khususnya dan peradaban yang akan datang pada umumnya.

Malang, 20 Desember 2024

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
MOTTO	ix
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR LAMPIRAN	xxi
ABSTRAK	xxiii
ABSTRACT	xxv
مستخلص البحث	xxvii
 BAB I PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 5
2.1 <i>o</i> -Vanilin	5
2.2 <i>p</i> -Anisidina	5
2.3 Senyawa Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	6
2.4 Senyawa Kompleks	7
2.5 Logam Tembaga	8
2.6 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Penggerusan	9
2.8 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis	10
2.8.1 Karakterisasi Produk Menggunakan Spektrofotometer FT-IR	10
2.8.2 Karakterisasi Produk Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis	12
2.8.3 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer GC-MS	13
2.8.4 Karakterisasi Uji N Total Menggunakan Metode Kjeldahl	14
2.7.5 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS)	14
 BAB III METODE PENELITIAN	 17
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat	17
3.2.2. Bahan	17
3.3 Rancangan Penelitian	17
3.4 Tahapan Penelitian	17
3.5 Prosedur Penelitian	18
3.5.1 Sintesis Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol Menggunakan Metode Penggerusan	18
3.5.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis	18
3.5.3 Uji Kelarutan Produk Sintesis dengan Larutan NaOH	18
3.6 Karakterisasi Ligan Hasil Sintesis	19

3.6.1 Karakterisasi Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan FTIR.....	19
3.6.2 Karakterisasi Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan GC-MS.....	19
3.7 Sintesis Senyawa Kompleks dan Karakterisasi	19
3.7.1 Sintesis Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol Menggunakan Metode Penggerusan	19
3.7.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan FTIR.....	20
3.7.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan UV-Vis	20
3.7.4 Karakterisasi Uji Unsur N dengan Metode Kjeldahl.....	20
3.7.5 Karakterisasi Penentuan Kadar Ion Logam menggunakan AAS.....	21
3.8 Analisis Data	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	23
4.2 Uji Sifat Kimia Produk Ligan Basa Schiff dengan Aquades dan NaOH 2M	24
4.3 Karakterisasi Ligan Hasil Sintesis	26
4.3.1 Karakterisasi Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol Menggunakan FTIR.....	26
4.3.2 Karakterisasi Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan GC-MS.....	27
4.4 Sintesis Senyawa Kompleks dan Ligan	31
4.4.1 Sintesis Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan	31
4.4.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan FTIR.....	32
4.4.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan UV-Vis	34
4.4.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan AAS	35
4.4.4 Karakterisasi unsur N pada Senyawa Kompleks menggunakan Kjeldahl	36
4.4.5 Prediksi Struktur Senyawa Kompleks	37
4.5 Manfaat Logam Cu dan Senyawa Kompleks Basa Schiff Menggunakan Metode Penggerusan dalam Perspektif Islam	38
BAB V PENUTUP.....	41
5.1 Kesimpulan	41
5.2 Saran	41
DAFTAR PUSTAKA.....	43
LAMPIRAN	49

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Data serapan FTIR ligan basa Schiff dengan kompleks Cu(II).....	12
Tabel 4.1 Hasil uji sifat fisik reaktan dan produk sintesis.....	24
Tabel 4.2 Hasil interpretasi FTIR ligan basa Schiff	26
Tabel 4.3 Sifat fisik reaktan dan produk sintesis	31
Tabel 4.4 Hasil interpretasi spektra FTIR ligan dan kompleks	33
Tabel 4.5 Hasil interpretasi spektra UV-Vis produk sintesis.....	34
Tabel 4.6 Perbandingan % kadar dan prediksi struktur secara teoritis pada senyawa kompleks	36
Tabel 4.7 Perbandingan % hasil analisis unsur N secara teoritis dan eksperimen	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur o-Vanilin	5
Gambar 2.2	Struktur p-anisidina	6
Gambar 2.3	Mekanisme reaksi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	7
Gambar 2.4	Konfigurasi elektron atom tembaga	8
Gambar 2.5	Struktur Kompleks basa Schiff dari o-vanilin dan 1,3 Phenylenediamine dengan logam Cu(II)	9
Gambar 2.6	Spektrum IR kompleks Cu(II) dengan ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	12
Gambar 2.7	Spektra UV-Vis ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan senyawa kompleks	12
Gambar 2.8	Kromatogram produk sintesis variasi 60 menit	13
Gambar 2.9	Spektra massa variasi 60 menit	14
Gambar 4.1	Mekanisme reaksi pembentukan sintesis 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	23
Gambar 4.2	Hasil produk sintesis 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan metode penggerusan	24
Gambar 4.3	Persamaan reaksi produk sintesis 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan NaOH	25
Gambar 4.4	Uji sifat kimia produk ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan NaOH 2M	25
Gambar 4.5	Spektra FTIR produk ligan basa Schiff	26
Gambar 4.6	Kromatogram produk sintesis 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	27
Gambar 4.7	Spektra massa produk sintesis 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	28
Gambar 4.8	Pola Fragmentasi 257, 134, 123, 108, 92, dan 28	28
Gambar 4.9	Pola Fragmentasi 257, 242, 227, 214, 199, 183, 171, dan 39	29
Gambar 4.10	Pola fragmentasi 257, 150, 135, 107, 92, 77, 64, dan 51	30
Gambar 4.11	Pola Fragmentasi 257 dan 239	30
Gambar 4.12	Hasil penggerusan pada variasi (a) 30 menit (b) 45 menit (c) 60 menit	31
Gambar 4.13	Spektra FTIR produk sintesis senyawa Kompleks	32
Gambar 4.14	Hasil spektra UV-Vis antara ligan dan senyawa kompleks	34
Gambar 4.15	Hasil kurva standar Cu	36
Gambar 4.16	Dugaan struktur senyawa kompleks $[Cu(II)(C_{15}H_{15}NO_3)_4]$	37
Gambar 4.17	Hibridisasi molekul senyawa kompleks Cu(II)	38

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir.....	49
Lampiran 2. Perhitungan	55
Lampiran 3. Dokumentasi	61

ABSTRAK

Oktavia, Z A. 2024. **Sintesis Hijau dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-Metoksifenil)imino)metil)Fenol**. *Skripsi*. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Pembimbing II: Dr. M. Imamudin Lc, MA

Kata kunci : Basa Schiff, senyawa kompleks , karakteristik, metode penggerusan (grinding)

Senyawa kompleks Cu(II) merupakan senyawa yang terdiri dari logam Cu(II) sebagai atom pusat dan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol sebagai atom donor yang terikat kovalen koordinasi. Pengompleksan dilakukan untuk meningkatkan aktivitas biologis dari ligan basa Schiff. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui sifat fisik dari ligan basa Schiff dan senyawa kompleks Cu(II). Sintesis senyawa kompleks Cu(II) dilakukan menggunakan metode penggerusan tanpa pelarut (*solvent free*). Karakterisasi produk sintesis ligan basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina meliputi sifat fisik, sifat kimia, dan identifikasi gugus fungsi menggunakan FTIR, panjang gelombang menggunakan UV-Vis, dan kemurnian senyawa produk menggunakan GC-MS. Sedangkan untuk karakterisasi produk sintesis senyawa kompleks basa Schiff meliputi sifat fisik, sifat kimia dan dilakukan identifikasi menggunakan FTIR, UV-Vis, AAS, dan Uji Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl. Ligan basa Schiff memiliki sifat fisik berbentuk serbuk, berwarna kuning kecoklatan dengan titik leleh sebesar 79-85°C yang dapat larut dalam NaOH 2M dan tidak larut dalam aquades dan menghasilkan rendemen 97,92%. hasil karakterisasi ligan basa Schiff menggunakan FTIR menunjukkan adanya serapan gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang 1620 cm⁻¹ yang merupakan serapan khas basa Schiff dan karakterisasi menggunakan GC- MS memperoleh puncak dengan ion molekuler (*m/z*) 257 dengan kemurnian 100%. Selanjutnya, hasil penelitian senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) pada variasi penggerusan 30, 45, dan 60 menit masing-masing memiliki karakter fisik berupa serbuk berwarna hijau kekuningan, serta titik leleh pada *range* 90-93 °C. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) menggunakan UV-Vis menunjukkan adanya pergeseran hipsokromik dan munculnya transisi d-d pada panjang gelombang 587 dan 589 nm. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) pada variasi 30, 45, dan 60 menit menggunakan FTIR masing-masing menunjukkan adanya pergeseran pada serapan gugus imina (C=N) dari bilangan gelombang 1620 cm⁻¹ menjadi 1612 cm⁻¹. Serapan lain muncul pada bilangan gelombang 455 cm⁻¹ (Cu-O) dan 532 cm⁻¹ (Cu-N) yang menunjukkan adanya koordinasi antara ligan dengan logam. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) pada variasi 30 menit menggunakan AAS menghasilkan kadar Cu sebesar 5,8336% dan karakterisasi atom nitrogen senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) pada variasi 30 menit menggunakan metode Kjeldahl menghasilkan kadar N sebesar 5,1500%. Hasil ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) telah terbentuk dengan prediksi struktur rumus molekul [Cu(II)(C₁₅H₁₅NO₃)₂(C₁₅H₁₄NO₃)₂].

ABSTRACT

Oktavia, Z A. 2024. Green Synthesis and Characterization of Cu(II) Complex Compounds with Schiff Base Ligands 2-Methoxy-6-(((4-Methoxyphenyl)imino)methyl)Phenol.
Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Advisor II: Dr. M. Imamudin Lc, MA

Keywords: Schiff base, complex compound, characterization, grinding method

Cu(II) complex compound is a compound consisting of Cu(II) metal as the central atom and Schiff base ligand 2-methoxy-6-(((4-methoxyphenyl)imino)methyl)phenol as a donor atom bound by coordination covalent. Complexation is carried out to increase the biological activity of Schiff base ligands. This study aims to determine the physical properties of Schiff base ligands and Cu(II) complex compounds. The synthesis of Cu(II) complex compounds was carried out using a solvent-free grinding method. Characterization of the synthesis products of Schiff base ligands from o-vanillin and p-anisidine includes physical properties, chemical properties, and identification of functional groups using FTIR, wavelength using UV-Vis, and purity of the product compound using GC-MS. While the characterization of the synthesis products of Schiff base complex compounds includes physical properties, chemical properties and identification using FTIR, UV-Vis, AAS, and Nitrogen Test using the Kjeldahl Method. The Schiff base ligand has physical properties in the form of powder, brownish yellow with a melting point of 79-85°C which can be dissolved in 2M NaOH and insoluble in distilled water and produces a yield of 97.92%. The results of the characterization of the Schiff base ligand using FTIR showed the absorption of the imine group (C=N) at a wave number of 1620 cm⁻¹ which is a typical absorption of the Schiff base and characterization using GC-MS obtained a peak with a molecular ion (m/z) of 257 with a purity of 100%. Furthermore, the results of the study of the Schiff-Cu(II) base complex compound at variations of 30, 45, and 60 minutes each had physical characteristics in the form of a yellowish green powder, and a melting point in the range of 90-93 °C. Characterization of the Schiff-Cu(II) base complex compound using UV-Vis showed a hypsochromic shift and the emergence of a d-d transition at wavelengths of 587 and 589 nm. Characterization of the Schiff-Cu(II) base complex compound at variations of 30, 45, and 60 minutes using FTIR each showed a shift in the absorption of the imine group (C=N) from wave number 1620 cm⁻¹ to 1612 cm⁻¹. Other absorptions appeared at wave numbers 455 cm⁻¹ (Cu-O) and 532 cm⁻¹ (Cu-N) indicating coordination between the ligand and the metal. Characterization of the Schiff-Cu(II) base complex compound at variations of 30 minutes using AAS produced a Cu content of 5.8336% and characterization of the nitrogen atom of the Schiff-Cu(II) base complex compound at variations of 30 minutes using the Kjeldahl method produced a N content of 5.1500%. These results indicate that the Schiff-Cu(II) base complex compound has been formed with the predicted molecular formula structure [Cu(II)(C₁₅H₁₅NO₃)₂(C₁₅H₁₄NO₃)₂].

مستخلص البحث

أوكتايفيا، ز، أ. ٢٠٢٤. التوليف الأخضر وتوصيف معقد نحاسي ثنائي التكافؤ ((Cu(II باستخدام ربيطة قاعدية شيف من ٢-ميثوكسي-٦-((٤-ميثوكسي فينيل) إيمينو)ميثيل)فينول. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأول: أحمد حنفي الماجستير، المشرف الثاني: الدكتور محمد إمام الدين الماجستير.

الكلمات الأساسية: قاعدية شيف، معقد تناسقي، توصيف، طريقة الطحن

يتكون مركب Cu(II) المعقد من معدن Cu(II) كذرة مركزية وربطة قاعدة شيف ٢-ميثوكسي-٦-((٤-ميثوكسي فينيل) إيمينو)ميثيل)فينول كذرة مانحة منسقة تساهمياً. تم إجراء التركيب المعقد لتعزيز النشاط البيولوجي لربيطة قاعدة شيف. تهدف هذه الدراسة إلى تصنيع وتوصيف معقد نحاسي ثنائي التكافؤ ((Cu(II باستخدام طريقة الطحن بدون مذيب. يتكون المعقد من ذرة نحاسية مركزية ((Cu(II وربطة قاعدية شيف من ٢-ميثوكسي-٦-((٤-ميثوكسي فينيل) إيمينو)ميثيل)فينول والتي تعمل كمستقبل إلكتروني مرتبط برابطة تساهمية تناسقية. يُجرى التأكيد لتحسين النشاط البيولوجي للربيطة قاعدية شيف. وتهدف هذه الدراسة إلى تحديد الخصائص الفيزيائية للربيطة قاعدية شيف والمعقد النحاسي ثنائي التكافؤ. تم تصنيع المعقد النحاسي ثنائي التكافؤ باستخدام طريقة الطحن بدون مذيب. وشمل توصيف ربيطة قاعدية شيف المصنعة من الأورفانيلين والبارا-أنيسيدين الخصائص الفيزيائية والكيميائية، وتحديد المجموعات الوظيفية باستخدام مطياف الارتداد تحت الأحمر (FTIR)، وطول الموجة باستخدام مطياف الأشعة فوق البنفسجية-الضوء المرئي (UV-Vis)، ونقاء المركب باستخدام مطياف الكتلة اللوني الغازي (GC-MS). أما بالنسبة لتوصيف معقد قاعدية شيف النحاسي ثنائي التكافؤ المصنع، فقد شمل الخصائص الفيزيائية والكيميائية، وتم تحديده باستخدام مطياف الارتداد تحت الأحمر (FTIR)، ومطياف الأشعة فوق البنفسجية-الضوء المرئي (UV-Vis)، وامتصاص الذري (AAS)، واختبار كجلدال للنيتروجين. أظهرت ربيطة قاعدية شيف على شكل مسحوق أصفر-بنّي، ونقطة انصهار تتراوح بين ٧٩-٨٥ درجة مئوية، وقابلة للذوبان في هيدروكسيد الصوديوم 2 مolar وغير قابلة للذوبان في الماء المقطر، وعائد إنتاج يبلغ ٩٧,٩٢٪. أظهر توصيف ربيطة قاعدية شيف باستخدام مطياف الارتداد تحت الأحمر وجود امتصاص لمجموعة إيمين (C=N) عند رقم الموجة ١٦٢٠ سم⁻¹، وهو امتصاص مميز لقاعدة شيف، كما أظهر التحليل باستخدام مطياف الكتلة اللوني الغازي ذروة بأيون جزئي ٢٥٧ (m/z) بقاء ١٠٠٪. علاوة على ذلك، أظهرت نتائج توصيف معقد قاعدية شيف النحاسي ثنائي التكافؤ عند اختلافات زمن الطحن لمدة ٣٠ و ٤٥ و ٦٠ دقيقة على التوالي، خصائص فيزيائية على شكل مسحوق أخضر-أصفر، ونقطة انصهار تتراوح بين ٩٠-٩٣ درجة مئوية. أظهر توصيف معقد قاعدية شيف النحاسي ثنائي التكافؤ باستخدام مطياف الأشعة فوق البنفسجية-الضوء المرئي تحولاً انزياحياً باتجاه الأطوال الموجية القصيرة وظهور انتقال d-d عند أطوال موجة ٥٨٧ و ٥٨٩ نانومتر. أظهر توصيف معقد قاعدية شيف النحاسي ثنائي التكافؤ عند اختلافات زمن الطحن لمدة ٣٠ و ٤٥ و ٦٠ دقيقة باستخدام مطياف الارتداد تحت الأحمر تحولاً في امتصاص مجموعة الإيمين (C=N) من رقم موجة قدره ١٦٢٠ سم⁻¹ إلى ١٦١٢ سم⁻¹. وتظهر الامتصاصات الأخرى عند أرقام الموجات ٤٥٥ سم⁻¹ (Cu-O) و ٥٣٢ سم⁻¹ (Cu-N) مما يشير إلى التنسيق بين الليجند والمعدن. أنتج توصيف المركب الأساسي Schiff-Cu(II) في تباين مدته ٣٠ دقيقة باستخدام AAS محتوى النحاس بنسبة ٥,٨٣٣٦٪ وتوصيف ذرة النيتروجين للمركب الأساسي Schiff-Cu(II) في تباين مدته ٣٠ دقيقة باستخدام أسفرت طريقة Kjeldahl عن محتوى N بنسبة ٥,١٥٠٠٪. تشير هذه النتائج إلى أن مركب قاعدة Schiff-Cu(II) قد تم تكوينه بالصيغة الهيكلية المتوقعة لـ [Cu(II)(C15H15NO3)4].

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa basa Schiff adalah suatu senyawa yang terdiri atas gugus imina ($C=N$) atau gugus azometin. Senyawa tersebut disintesis pertama kali oleh seorang bernama Hugo Schiff di tahun 1864, yaitu melalui sebuah reaksi kondensasi karbonil aktif dengan amina primer (Fessenden dan Fessenden, 1982). Berbagai manfaat basa Schiff ialah sebagai antibakteri (Bhai, dkk. 2014), antioksidan (Saranya, dkk. 2015), antiinflamasi dan analgesic (Ali, dkk.2012), dan sebagai antijamur (Ashraf, dkk. 2011). Aktivitas biologis tersebut dipengaruhi oleh adanya gugus hidroksi yang berperan sebagai pendonor (Cahyana dan Pratiwi, 2015). Selain itu, senyawa basa Schiff memiliki fungsi sebagai ligan dalam pembentukan senyawa kompleks.

Ligan basa Schiff terbentuk oleh kondensasi amina primer dan aldehida. Gugus imina berperan dalam mengikat ion logam melalui nitrogen atau pasangan elektron bebas. Seperti aldehida, keton juga mampu membentuk ligan basa Schiff meskipun ligan basa Schiff dengan keton sedikit sulit terbentuk dibandingkan dengan aldehida (Sembiring dkk., 2013). Pada teori pasangan asam basa Lewis, ligan berfungsi sebagai senyawa basa Lewis yang mendonorkan pasangan elektron bebasnya ke atom pusat (Riana T, 2010). Dalam mensintesis senyawa kompleks, basa Schiff dari aldehida aromatik yang memiliki substituent hidroksil pada posisi orto seperti *o*-vanilin dapat berperan sebagai ligan bidentat untuk ion logam transisi (Ashraf dkk, 2011). Oleh karena itu, seperti ligan basa Schiff sering digunakan untuk kompleksasi ion logam karena memiliki kemampuan sebagai pengkhelat untuk membentuk kompleks yang stabil dengan ion logam transisi (Chasanah dkk., 2015).

Senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol adalah senyawa basa Schiff yang disintesis dari *o*-vanilin sebagai aldehida aromatik dan *p*-anisidina sebagai amina primer. *Orto*-vanilin merupakan zat padat organik berwarna kuning yang diperoleh dari ekstrak tumbuhan dan minyak atsiri. Sedangkan *para*-anisidin merupakan senyawa amina primer ($R-NH_2$) berbentuk padatan berwarna hitam mengkilap yang disintesis dengan mereduksi *p*-nitroanisol dari kikiran besi dan asam klorida atau metilasi dari *p*-aminofenol (Lewis, 2007). Kedua senyawa tersebut, mampu bereaksi secara *adisi-eliminasi* menghasilkan produk basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol (Nadhifah, 2020).

Dalam pembentukan senyawa kompleks, ion logam $Cu(II)$ merupakan ion pusat yang sangat diminati karena bersifat magnetik, warna yang unik, selektivitas anion, struktur molekul bervariasi, kemampuan katalitik dan sifat spektroskopi (Chattopadhyay, 2006). Seperti yang dilakukan oleh Khaidir, dkk. (2018) mensintesis kompleks basa Schiff dari *o*-vanilin dan *o*-fenilendiamina dalam uji aktivitas kanker yang menunjukkan bahwa kompleks basa Schiff dengan logam $Cu(II)$ terdapat aktivitas antikanker lebih tinggi dibandingkan

dengan logam Co(II). Pada penelitian Mounika, dkk. (2010) yang telah melakukan sintesis senyawa kompleks basa Schiff dengan logam-logam Ni(II), Co(II), Cu(II), dan Zn(II) dengan hasil pengujian aktivitas antibakteri yang menunjukkan bahwa kompleks logam Cu(II) memiliki aktivitas paling tinggi terhadap *E. coli* dan juga menunjukkan aktivitas paling baik terhadap antijamur *Aspergillus niger* dan *Fusarium oxysporum*. Dalam hal ini, kompleks basa Schiff dengan logam Cu menunjukkan aktivitas yang lebih unggul dibandingkan dengan kompleks basa Schiff yang menggunakan logam lainnya.

Allah SWT berfirman dalam Q.S Ali 'Imran (3) ayat 190:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ

Artinya : “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal.”

Dalam tafsir Al-Qurthubi (2008) menjelaskan dalam kalimat لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ yang berarti “orang-orang yang berakal” yaitu, manusia yang menggunakan akalanya untuk merenungkan tanda-tanda yang telah diberikan oleh Allah SWT. Maksudnya adalah orang-orang yang selalu menggunakan pikirannya untuk mengambil manfaat dari apa yang telah diciptakan oleh Allah Swt. dengan berfikir tajam, mendalami pemahamannya, serta senantiasa mengingat-Nya dalam setiap keadaan karena tidak ada yang diciptakan oleh Allah Swt dengan sia-sia. Sehingga menurut Kasir (2000) menyatakan bahwasannya akal yang sempurna akan memiliki kecerdasan yang dapat mengetahui segala sesuatu sesuai dengan hakikatnya. Salah satu bukti metode yang digunakan oleh orang yang berakal adalah sintesis hijau (*green synthesis*) dengan metode penggerusan.

Senyawa kompleks basa Schiff dapat disintesis menggunakan metode sonikasi, refluks, dan penggerusan. Faktor-faktor yang mempengaruhi besarnya rendemen sintesis adalah komposisi pereaksi, waktu reaksi dan temperatur reaksi (Rudyanti L.P., 2012). Adapun metode sonikasi pada penelitian Nikpassand, dkk., (2013) membutuhkan waktu 7 menit dalam mensintesis senyawa kompleks ligan 2-((E)-(3-methyl-1H-pyrazol-5-ylimino)methyl)-4-((4-nitrophenyl)diazinyl)phenol dengan logam Cu(II) diperoleh rendemen sebesar 96%, sedangkan metode refluks dibutuhkan waktu 7 jam dengan rendemen sebesar 77%. Akan tetapi dalam perkembangan ilmu pengetahuan, kita menyadari bahwa penggunaan pelarut organik memiliki dampak berbahaya bagi kehidupan. Selain itu, penggunaan pelarut organik juga menghasilkan limbah yang dapat mencemari lingkungan. Oleh karena itu, metode penggerusan merupakan salah satu dari *green synthesis* yang dapat meminimalisir limbah. Keunggulan dalam menggunakan metode ini adalah ramah lingkungan, murah, sederhana, tidak membutuhkan waktu yang lama, aman dan meminimalisir penggunaan bahan kimia (Himaja, dkk., 2011).

Pada penelitian terdahulu, Ado dkk., (2022) melakukan sintesis kompleks basa Schiff dengan logam Cu (II) dari ligan *2-hydroxy-1-naphthaldehyde* dan *4-aminobenzonitrile* menggunakan metode penggerusan tanpa pelarut menghasilkan rendemen sebesar 92.2% dengan waktu 60 menit. Sani dan Siraj (2021), juga mensintesis kompleks basa Schiff *1-(Benzothiazol-2-yliminomethyl)-naphthalen-2-nol* dengan logam Cu(II) menggunakan metode penggerusan dan bantuan pelarut dimetilformamida (DMF) menghasilkan rendemen sebesar 92,2% dengan waktu 30 menit. Zhong dkk., (2012) melakukan sintesis kompleks basa Schiff dari *leucine* dan *vanillin* dengan logam Zn(II) menggunakan metode penggerusan menghasilkan rendemen sebesar 92,4% dalam waktu 30 menit. Kemudian juga dilakukan oleh Boruah dkk. (2021) yang mensintesis kompleks basa Schiff dari *salicylaldehyde* dan *diethylenetriamine* dengan logam vanadium(V) menggunakan metode LAG (*Liquid Assisted Grinding*). Hal ini diperoleh hasil persentase rendemen sebesar 98% dengan waktu 45 menit. Sani dkk., (2018) juga mensintesis senyawa kompleks basa Schiff dari *o-vanilin* dan *1,3-Phenylenediamine* dengan logam Cu(II) menggunakan metode penggerusan dan bantuan pelarut dimetilformamida (DMF) yang memperoleh rendemen sebesar 92,2% dalam waktu 25 menit.

Berdasarkan penelitian di atas, akan dilakukan sintesis senyawa kompleks logam Cu(II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan metode penggerusan. Selain itu, variasi waktu penggerusan juga dilakukan dalam penelitian ini. Waktu penggerusan yang dilakukan dalam sintesis kompleks basa Schiff adalah 30, 45, dan 60 menit. Variasi waktu dilakukan karena dapat mempengaruhi hasil % rendemen senyawa yang disintesis, sehingga penggerusan terbaik diperoleh dengan hasil % rendemen yang tinggi. Kemudian hasil sintesis ligan dilakukan uji titik leleh, uji kelarutan dan dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi, UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang maksimum senyawa ligan dan GC-MS untuk mengetahui kemurnian dan berat molekul senyawa. Sedangkan hasil sintesis kompleksnya juga dilakukan uji titik leleh dan dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi, UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang maksimum senyawa kompleks dan ligan, AAS untuk menentukan kadar ion struktur kompleks, dan Uji Nitrogen menggunakan metode Kjeldahl untuk mengetahui komposisi nitrogen dalam senyawa kompleks.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakteristik produk basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dari *o-vanilin* dan *p-anisidina* menggunakan FTIR dan GC-MS?
2. Bagaimana karakteristik senyawa kompleks Cu(II) basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan UV-Vis, FTIR, AAS, dan metode Kjeldahl?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Dapat mengetahui karakteristik produk basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina menggunakan FTIR dan GC-MS.
2. Dapat mengetahui karakteristik senyawa kompleks Cu(II) basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan UV-Vis, FTIR, AAS, dan metode Kjeldahl.

1.4 Batasan Masalah

1. Basa Schiff disintesis dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan perbandingan (1:1) menggunakan metode penggerusan.
2. Kompleks Cu(II) basa Schiff disintesis menggunakan metode penggerusan.
3. Logam yang digunakan untuk sintesis Cu(II) basa Schiff adalah garam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
4. Sintesis senyawa kompleks dari basa Schiff dan logam Cu(II) dilakukan dengan perbandingan (2:1) menggunakan metode penggerusan
5. Karakterisasi untuk basa Schiff meliputi uji sifat fisika, kimia, FTIR, UV-Vis dan GC-MS. Sedangkan karakterisasi untuk kompleks Cu(II) basa Schiff menggunakan FTIR, UV-Vis, AAS, dan Uji Nitrogen menggunakan metode Kjeldahl

1.5 Manfaat Penelitian

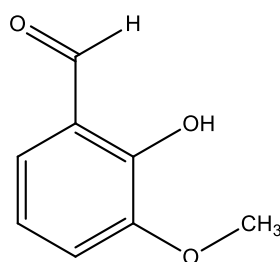
Hasil penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi tentang teknik sintesis senyawa kompleks Cu(II) basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan metode yang ramah lingkungan yaitu penggerusan. Hal tersebut dilakukan untuk menerapkan sebagian prinsip dari *green chemistry*. Serta dapat memberikan informasi terkait karakterisasi hasil senyawa kompleks.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 o-Vanilin

Orto-Vanilin merupakan zat padat organik yang diperoleh dari ekstrak tumbuhan dan minyak atsiri. Senyawa tersebut memiliki rumus molekul $C_8H_8O_3$ dengan gugus fungsional seperti aldehida eter, dan fenol. *O*-vanilin memiliki bentuk padatan berwarna kuning muda, dan kristalin. Berbeda dengan vanilin biasa (4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida), jenis vanilin ini memiliki kelompok hidroksil pada posisi para (Sam, dkk., 2012). *O*-vanilin memiliki massa molar 152,15 g/mol. Berat jenis 1,231 g/mL, titik lebur 80°C dan titik didih 265 sampai 266°C . Kelarutan dalam air sebesar 1 g/100 mL pada 25°C . Senyawa ini sangat larut dalam etanol, dietil eter, aseton, kloroform, dan *benzene* (Stephenson, 2012). *O*-vanilin berperan sebagai reaktan sintesis basa Schiff yang memiliki keunggulan, salah satunya yaitu mampu membentuk senyawa kompleks yang stabil (Yernale dkk., 2015).

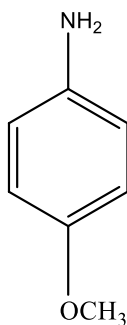


Gambar 2.1 Struktur o-Vanilin

Seorang ahli kimia Jerman terkenal Francis Noelting pada tahun 1910, telah mengembangkan *o*-vanilin sebagai metode pemurnian dan prekursor sintesis umum untuk beragam senyawa, seperti couriman. Dalam medisnya *o*-vanilin sangat berbahaya jika dicerna, menyebabkan iritasi pada mata, kulit, dan pernapasan. Dalam aktivitas biologisnya *o*-vanilin memiliki sifat sebagai antijamur dan antibakteri yang digunakan dalam studi mutagenesis dan sebagai prekursor sintesis untuk obat-obatan (Owolabi, 2012).

2.2 *p*-Anisidina

Para-Anisidina merupakan senyawa turunan amina siklik yang tersubstitusi pada posisi para oleh gugus metoksi ($-\text{OCH}_3$). Senyawa tersebut memiliki sifat fisika berupa padatan berwarna hitam yang mengkilap, titik didih sebesar 246°C pada 760 mmHg, dan titik lebur 57°C . Rumus molekul dari *p*-anisidina adalah $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OCH}_3$. Senyawa ini larut dalam aseton, benzena, sangat larut dalam eter dan etanol.



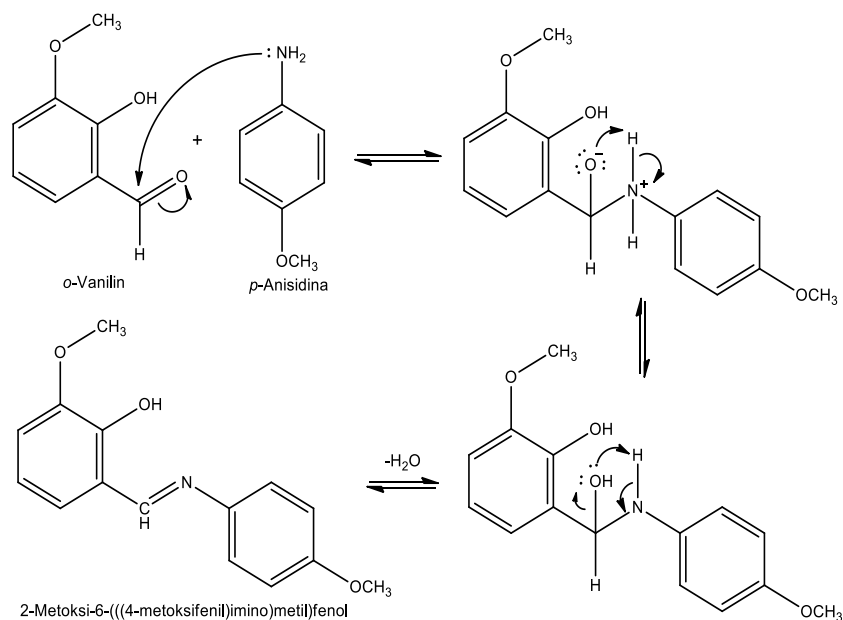
Gambar 2.2 Struktur p-anisidina

Dalam sintesis basa Schiff, gugus amina primer (R-NH_2) pada senyawa *p*-anisidina berperan sebagai nukleofil (Fessenden dan Fessenden, 1982). Sedangkan gugus metoksi (R-OCH_3) adalah gugus pendonor elektron yang memiliki kemampuan untuk meningkatkan kereaktifan cincin aromatik (McMurry, 2007).

2.3 Senyawa Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Basa Schiff merupakan senyawa yang mengandung karbon-nitrogen *double bond* (C=N) yang mana atom nitrogen berikatan dengan alkil (Sebastian and Thapa., 2015). Basa Schiff mudah disintesis dari reaksi kondensasi amina primer dan karbonil yang pertama kali dilaporkan oleh Hugo Schiff pada tahun 1864 (Brodowska, 2014). Senyawa basa Schiff berperilaku sebagai ligan multidentat dan biasanya berkoordinasi melalui atom O gugus fenolik dan atom N dari gugus azometin. Basa Schiff berfungsi sebagai zat perantara dalam sintesis asam amino atau berperan sebagai ligan untuk pembentukan senyawa kompleks dengan semua ion logam. Senyawa basa Schiff memiliki aktivitas farmakologis diantaranya aktivitas antivirus, antikanker, antibakteri, antijamur, dan anti-inflamasi (Radha dkk., 2018).

Pada penelitian kali ini menggunakan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yang merupakan hasil produk sintesis dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina. Pembentukan senyawa basa Schiff terdiri dari dua tahap. Pertama, amina menyerang atom karbonil, dan kedua, amina terdeprotonasi dari ikatan N-H dan membentuk ikatan C=N saat molekul air lepas (Sebastian dan Thapa, 2015). Dalam pembentukan basa Schiff amina berperan sebagai nukleofil sedangkan atom karbonil berperan sebagai elektrofil yang mengalami serangan (Fessenden dan Fessenden., 1982). Adapun mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Mekanisme reaksi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)methyl)fenol

Gambar 2.3 merupakan mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff dari *o*-vanillin dan *p*-anisidina yaitu dengan diawali serangan pasangan elektron bebas yang dimiliki oleh nukleofil NH_2 terhadap atom C karbonil. Kemudian terjadi transfer proton dari atom N ke atom O sehingga terbentuk senyawa antar *carbinolamine* yang netral. Tahap selanjutnya adalah pelepasan air secara spontan karena produk basa Schiff merupakan senyawa *aromatic* terkonjugasi yang stabil. (Maila, 2016). Madaniyah (2020), mengatakan bahwa adanya gugus fenolat di dalam senyawa tersebut memungkinkan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)methyl)fenol mampu berfungsi sebagai antioksidan.

Berdasarkan hasil penelitian Fahriyah (2021) senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)methyl)fenol memiliki karakteristik berupa padatan berwarna kuning kecoklatan dengan titik lebur $86\text{--}87^\circ\text{C}$. Sedangkan *o*-vanillin mempunyai karakter fisik berupa padatan berwarna kuning dan *p*-anisidina mempunyai bentuk padatan berwarna hitam mengkilap. Dalam uji kualitatif, senyawa ini bersifat tidak larut dalam aquades dan larut sempurna dalam NaOH dengan adanya perubahan warna menjadi kuning pada larutan.

2.4 Senyawa Kompleks

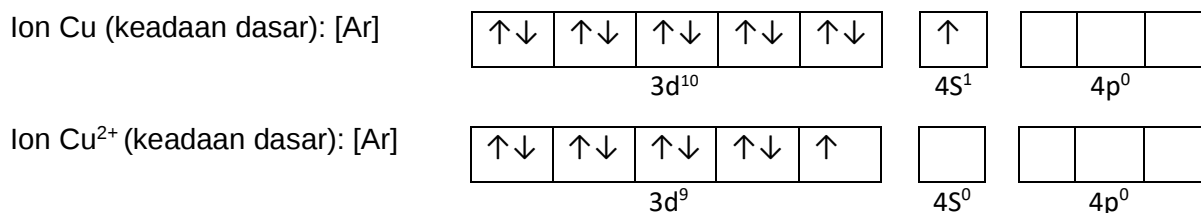
Senyawa kompleks merupakan senyawa koordinasi yang mengandung atom atau ion logam dikelilingi oleh molekul atau anion, yang disebut sebagai ligan atau agen pengompleks. Senyawa kompleks merupakan senyawa yang terdiri dari susunan ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan PEB pada ion logam pusat dan menghasilkan ikatan kovalen koordinasi (Cotton dan Wilkinson, 1984). Senyawa kompleks sering disebut sebagai senyawa koordinasi karena ikatan yang terbentuk adalah ikatan kovalen koordinasi antara ligan dan atom pusat. Menurut teori Effendy (2013), konsep asam

basa lewis menjadi dasar bagi teori ikatan valensi. Beberapa teori yang dapat menjelaskan pembentukan senyawa kompleks adalah teori ikatan valensi, teori medan kristal, dan teori orbital molekul. Asam lewis dan basa lewis memiliki hubungan yang kuat dengan senyawa kompleks. Asam lewis berperan sebagai akseptor dari pasangan elektron bebas dan basa lewis berperan sebagai pendonor pasangan elektron (Shriver dan Atkins, 1940). Senyawa kompleks akan mengalami ikatan kovalen koordinasi yang disebabkan karena ligan mendonorkan pasangan elektron ke dalam orbital kosong ion pusat. Ion pusat berperan sebagai akseptor pasangan elektron karena mempunyai orbital d yang belum terisi penuh elektron (Effendy, 2013). Beberapa kegunaan senyawa koordinasi adalah sebagai zat warna, obat-obatan, katalis (Bharati dkk., 2020), antikorosi (Wei dkk., 2020). Antijamur dan antikanker (Sahal dkk., 2015).

Chinelo dkk., (2021) telah melakukan sintesis kompleks basa Schiff dengan logam Cu (II) dari ligan *thiosemicarbazide* dan *cinnamaldehyde* menggunakan metode penggerusan tanpa pelarut diperoleh produk berwarna hijau kotor dengan struktur geometri senyawa yang dihasilkan yaitu oktahedral.

2.5 Logam Tembaga

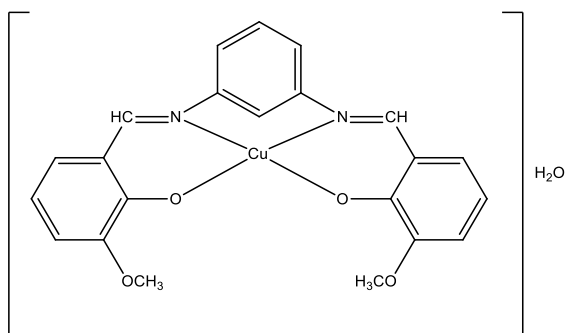
Tembaga (Cu) adalah salah satu ion logam yang dapat digunakan untuk membentuk senyawa kompleks. Tembaga merupakan unsur logam transisi (golongan I B) yang umumnya digunakan dalam pembentukan senyawa kompleks. Warnanya kemerahan, mudah renggang, dan dapat ditempa. Jari-jari atom tembaga $1,173 \text{ \AA}$ dan jari-jari ion Cu^{2+} $0,96 \text{ \AA}$, dengan massa atom $63,546 \text{ gr/mol}$ dan titik lebur 1083°C dan titik didih 2310°C (Nuriadi dkk., 2013). Tembaga biasanya ditemukan dalam bentuk (II) dalam pembentukan kompleks dengan konfigurasi elektron tembaga adalah $3d^9$, dengan satu elektron yang tidak berpasangan. Logam Cu juga mampu memiliki bilangan oksidasi +1, +2, dan +3.



Gambar 2.4 Konfigurasi elektron atom tembaga (Effendy, 2013)

Atom pusat biasanya adalah ion-ion logam transisi yang memiliki orbital d yang terisi sebagian dan dapat berfungsi sebagai penerima pasangan elektron bebas (PEB), seperti Cu^{2+} (Cotton and Wilkinson, 1988). Dengan demikian, senyawa kompleks dapat terbentuk antara atom pusat dan suatu ligan. Dalam kebanyakan kasus, tembaga (II) membentuk kompleks dengan bilangan koordinasi 4, 5, dan 6 dengan geometri square planar, square pyramid atau oktahedral terdistorsi (Cotton and Wilkinson., 1988). Seperti penelitian Sani

dkk., (2018) mensintesis senyawa kompleks basa Schiff dari o-vanilin dan 1,3 *Phenylenediamine* dengan logam Cu(II).



Gambar 2.5 Struktur Kompleks basa Schiff dari o-vanilin dan 1,3 *Phenylenediamine* dengan logam Cu(II) (Sani dkk., 2018)

Pada Gambar 2.5 di atas, atom pusat (logam) mengikat atom N dan O sehingga membentuk suatu senyawa kompleks. Struktur kompleks basa Schiff dapat dilihat dari beberapa ion logam golongan transisi diantaranya Cu(II), Co(II), dan Ni(II). Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Ado dkk., (2022) dengan mensintesis ligan basa Schiff dari 2-*hydroxy-1-naphthaldehyde* dan 4-*aminobenzonitrile* yang kemudian dikomplekskan menggunakan logam Cu(II), Co(II), dan Ni(II).

2.6 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Penggerusan

Sintesis senyawa basa Schiff tanpa katalis dan pelarut dengan metode penggerusan merupakan salah satu metode dari *green synthesis*. Energi aktivasi yang diperlukan untuk mereaksikan reaktan dalam reaksi kimia dapat diberikan oleh metode penggerusan secara langsung terkait dengan jumlah energi dalam sistem (Kouznetsov, dkk., 2016). Ketika penggerusan dilakukan, gesekan yang diberikan mampu memberikan transfer energi berupa panas dalam jumlah sedikit (Zangade, dkk., 2011). Menurut Sana dkk. (2012) percepatan laju reaksi dapat terjadi karena adanya konversi energi mekanik (energi kinetik) yang berubah menjadi energi panas sebagai pendorong kuat dalam mereaksikan suatu molekul.

Nadhifah dkk. (2020) mensintesis basa Schiff dari ligan o-vanilin dan p-anisidina dengan perbandingan (1:1) menggunakan metode penggerusan dalam waktu 30 menit, 45 menit, dan 60 menit. Hasil % rendemen produk sintesis paling tinggi diperoleh pada waktu penggerusan selama 60 menit sebesar 96,88%. Kemudian pada sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari logam Cu juga dilakukan oleh Ado dkk. (2022) menghasilkan warna coklat kehitaman dengan lama penggerusan selama 60 menit dan menghasilkan rendemen sebesar 92,2%. Variasi waktu penggerusan yang optimal akan menghasilkan produk dengan rendemen yang tinggi dan kemurnian yang baik. Akan tetapi, penggerusan yang terlalu singkat mungkin tidak memberikan cukup waktu bagi partikel untuk berinteraksi, sedangkan penggerusan yang terlalu lama dapat menyebabkan degradasi atau kerusakan pada produk.

2.7 Sintesis Senyawa Basa Schiff dalam Perspektif Islam

Senyawa basa Schiff merupakan salah satu bentuk dari hasil pemikiran secara ilmiah. manusia diciptakan oleh Allah Swt dengan menganugerahkan akal pikiran, pendengaran serta penglihatan dalam keadaan tidak mengetahui segala sesuatu di dunia ini. Sehingga proses belajar dilakukan secara perlahan-lahan agar mampu menghasilkan suatu pemikiran yakni ilmu pengetahuan. Salah satunya yaitu sintesis senyawa basa Schiff tersusun dari amina primer dan aldehida. Basa Schiff memiliki banyak manfaat sebagai aktivitas biologis sebagai antibakteri, antioksidan, anti-inflamasi dan analgesic, dan sebagai antijamur. Oleh karena itu, akan dilakukan penelitian sintesis senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan metode penggerusan. Dalam firman Allah Swt Q.S Al Kahfi ayat 30:

إِنَّ الَّذِينَ ءَامَنُوا وَعَمِلُوا الصَّالِحَاتِ إِنَّا لَا نُضِيعُ أَجْرَ مَنْ أَحْسَنَ عَمَلًا

Artinya: “Sesungguhnya mereka yang beriman dan beramal sholeh, tentulah kami tidak menyalakan pahala orang-orang yang mengerjakan amalan(nya) dengan baik” (Q.S Al Kahfi ayat 30)

Ayat diatas dalam tafsir Al-Wajiz/ Syaikh Prof. Dr. Wahbah az-Zuhali menjelaskan bahwasannya orang-orang yang beriman dan membuktikan keimanannya dengan mengerjakan sesuatu dengan baik maka Allah Swt akan memberikan pahala yang setimpal. Salah satu bentuk amalan sholeh dengan menerapkan metode *green synthesis* adalah metode penggerusan. *Green synthesis* adalah suatu teknik untuk meminimalkan penggunaan zat-zat berbahaya, penggunaan katalis reaksi dan proses kimia penggunaan zat beracun. Laporan pertama kali dibuat oleh Toda dkk pada tahun 1987 dalam sintesis molekul organik menggunakan metode penggerusan. Reaksi yang diawali oleh penggerusan menyebabkan transfer energi melalui gesekan dan menghilangkan penggunaan pelarut berbahaya. Harapannya metode green synthesis ini mampu berperan aktif dalam menjaga lingkungan seperti meminimalisir limbah dari proses sintesis seperti pelarut dan katalis yang berbahaya.

2.8 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis

2.8.1 Karakterisasi Produk Menggunakan Spektrofotometer FT-IR

Spektrofotometer FT-IR (*fourier transform infrared*) digunakan untuk analisis berdasarkan intensitas infra merah terhadap panjang gelombang dan untuk mengidentifikasi karakteristik vibrasi kelompok senyawa pada sampel. Jika infra merah dilewatkan pada sampel senyawa organik, beberapa frekuensi akan diserap, diteruskan, dan ditransmisikan. Saat cahaya infra merah memasuki sampel, molekul-molekul akan terikat pada sampel

dengan mengalami tekukan dan regangan. Hasil dari spektrum, akan memberikan informasi mengenai absorbansi dan transmisi rekaman data dari sampel yang dianalisis (Aspi dkk, 2013).

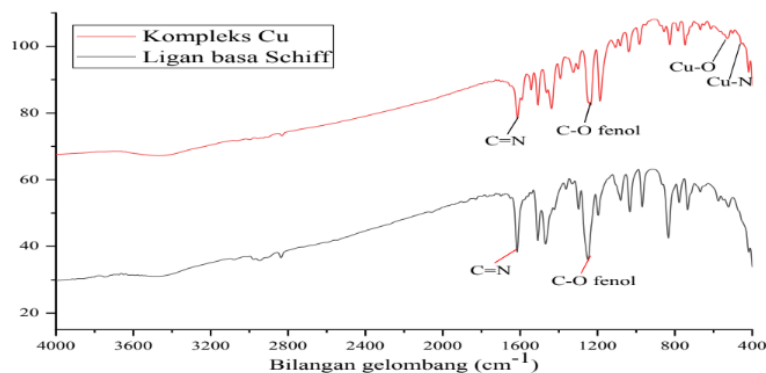
Prinsip kerja FT-IR adalah untuk mengidentifikasi suatu senyawa, mendeteksi adanya gugus fungsi, serta menganalisis campuran dan sampel yang dianalisis. FT-IR banyak digunakan pada identifikasi senyawa organik. Identifikasi dengan spektrofotometer FT-IR digunakan untuk mendeteksi adanya gugus dalam senyawa basa Schiff salah satunya gugus imina ($C=N$ *stretching*) yang menjadi ciri khas dengan bilangan gelombang $1471-1689\text{ cm}^{-1}$ (Shriner dkk., 2004). Menurut Maurya (2003) mengatakan bahwa adanya FTIR hasil sintesis dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina pada serapan $C=N$ muncul pada bilangan gelombang 1610 cm^{-1} , O-H fenolik serapan sekitar 3400 cm^{-1} .

Tabel 2.1 Data serapan FTIR ligan basa Schiff dengan kompleks Cu(II)

Gugus	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		
	Basa Schiff	Kompleks Cu(II)	Referensi (Fahriyah, 2021)
-OH	3479	3469	3200-3650
Csp ³ -H asimetrik	2946	2955	2995-2955
Csp ³ -H simetrik	2836	2831	2830-2815
Csp ² -H stretch	3078	3070	3079-3070
Overtone aromatik	2056-1649	1874-1683	2000-1667
C=N	1615	1613	1616
C=C aromatik	1508	1508	1509-1508
Csp ³ -H bend	1468	1438	1450
C-N	1196	1186	1250-1020
C-O-C	1298	1300	1310-1020
	1032	1038	
C-O stretch fenol	1249	1235	1260-1180
Csp ² -H aromatik	833	826	900-690
Cu-O	-	529	530
Cu-N	-	455	460

(Fahriyah, 2021)

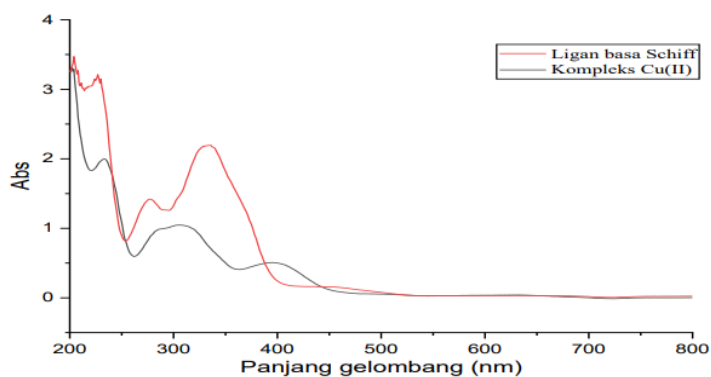
Spektra FTIR pada Gambar 2.6 di atas terdapat pergeseran gugus -OH dari ligan menjadi senyawa kompleks dengan munculnya puncak melebar pada bilangan gelombang 3469 cm^{-1} . Serapan pada gugus imina ($C=N$) mengalami pergeseran dari 1615 cm^{-1} menjadi 1613 cm^{-1} . Sedangkan pada gugus fenolik (C-O) bergeser dari 1249 cm^{-1} menjadi 1235 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa gugus C-O bergeser dari ligan menjadi senyawa kompleks. Selanjutnya pada bilangan 455 cm^{-1} merupakan ikatan Cu-N dan 529 cm^{-1} merupakan ikatan Cu-O. Sehingga hal ini membuktikan bahwa senyawa kompleks telah terbentuk.



Gambar 2.6 Spektrum IR kompleks Cu(II) dengan ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol (Fahriyah, 2021)

2.8.2 Karakterisasi Produk Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan teknik untuk menganalisis spektroskopi dengan menggunakan sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) (Noviyanto et al., 2014). Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-Vis adalah seberkas sinar dilewatkan pada suatu larutan dengan panjang gelombang tertentu, sehingga sebagian sinar diteruskan dan sebagian lainnya diserap oleh larutan yang kemudian dibaca oleh detektor (Warono dan Syamsudin, 2013). Pada penelitian yang telah dilakukan analisis secara kualitatif menggunakan UV-Vis dengan panjang gelombang maksimum untuk membandingkan panjang gelombang senyawa kompleks dengan ligan.

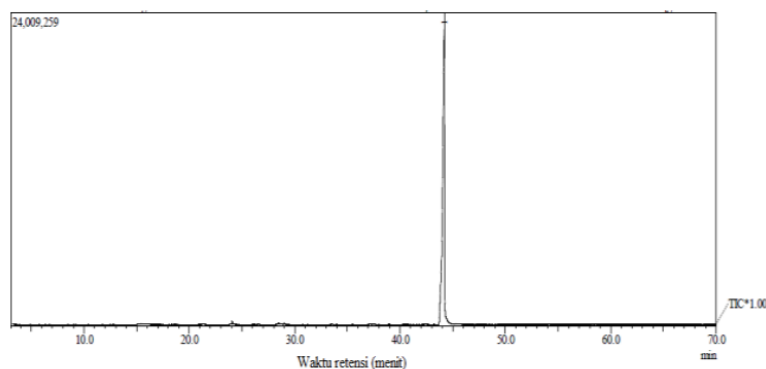


Gambar 2.7 Spektra UV-Vis ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan senyawa kompleks (Fahriyah, 2021)

Gambar 2.7 menunjukkan adanya perbedaan puncak pada larutan kompleks dengan larutan ligan, dimana terjadi pergeseran ke panjang gelombang lebih besar pada larutan kompleks. Menurut penelitian Fahriyah (2021), larutan kompleks menunjukkan puncak tertinggi pada 234,1 nm sedangkan larutan ligan pada 203,9 nm. Hal ini menunjukkan bahwa serapan pada 277,1 nm dan 335 nm pada hasil spektra UV-Vis ligan basa Schiff memiliki serapan 230 nm (transisi $\pi \rightarrow \pi^*$) pada ligan mengalami pergeseran batokromik menjadi 234 nm. Kemudian serapan lain yang muncul terdapat pada panjang gelombang 633 nm (transisi d-d).

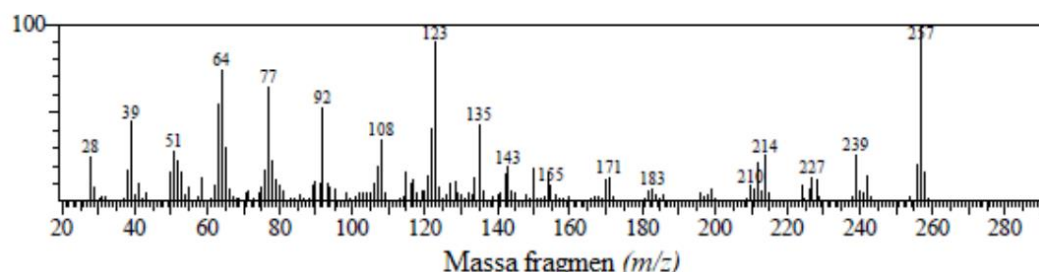
2.8.3 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer GC-MS

Kromatografi gas merupakan jenis kromatografi yang menggunakan fase gerak berupa gas (Ibnu, 2005). Sedangkan spektrofotometer massa adalah detector yang dipakai pada kromatografi gas untuk mengidentifikasi senyawa sebagai penentu berat dan rumus molekul. Prinsip kerja dari kromatografi gas adalah pemisahan suatu senyawa yang didasarkan pada titik didihnya dikurangi dengan semua interaksi yang mungkin terjadi antara solute dengan fase diam. Dan prinsip kerja dari spektroskopi massa adalah mengubah senyawa dari suatu sampel menjadi ion-ion yang bergerak cepat dan dipisahkan sesuai perbandingan massa terhadap muatannya (Khopkar, 1990). Kromatografi gas mampu dianalisis secara kualitatif yang akan menunjukkan jumlah senyawa di dalam sampel dan secara kuantitatif yang menunjukkan kadar dalam sampel (Gandjar dan Rohman, 2012). Grafik pada spektra massa akan menunjukkan perbandingan massa fragmen (m/z) dengan kelimpahan relatif didasarkan kestabilan pada fragmen. Jika suatu fragmen semakin stabil maka kelimpahan relatifnya semakin tinggi (Supratman, 2010). Berdasarkan penelitian Nadhifah (2020) menyatakan bahwasannya mengkarakterisasi senyawa basa Schiff dari o-vanilin dan p-anisidina menggunakan GC-MS pada produk sintesis variasi 60 menit memiliki 1 puncak yang diduga sebagai senyawa target pada waktu retensi 44,181 menit dengan % luas area yaitu 100%. Dalam 1 puncak tersebut memiliki molekuler dengan m/z 257 diduga senyawa tersebut adalah senyawa target karena sesuai dengan massa relatif 2-metoksi-6((4-metoksifenilimino)metil)fenol dengan kelimpahan 100% base peak.



Gambar 2.8 Kromatogram produk sintesis variasi 60 menit

Hasil kromatogram produk sintesis variasi 60 menit ditunjukkan pada Gambar 2.8 dan spektra massa variasi 60 menit ditunjukkan pada Gambar 2.9



Gambar 2.9 Spektra massa variasi 60 menit

2.8.4 Karakterisasi Uji N Total Menggunakan Metode Kjeldahl

Metode Kjeldahl atau *Kjeldahl Digestion* merupakan metode secara kuantitatif untuk menganalisis kadar nitrogen yang dikembangkan oleh John Kjeldahl di tahun 1883. Metode ini terdiri dari tiga acara yakni proses destruksi, destilasi, dan titrasi. Prinsip dari metode kjeldahl adalah mendestruksi (memecah) bahan organik dalam suatu sampel menggunakan asam sulfat, kemudian ditambahkan katalis sebagai percepatan reaksi (Ispitasari dan Haryanti, 2022). Bahan-bahan yang membantu proses unsur N menjadi NH_4^+ yaitu berupa garam-garam seperti K_2SO_4 , NaSO_4 , atau H_2SO_4 . Hal ini bertujuan agar suhu semakin meningkat (Hermawati dkk., 2021). Metode ini cocok digunakan secara semimikro karena hanya membutuhkan jumlah sampel yang sedikit untuk dianalisis. Selanjutnya dilakukan perhitungan kadar nitrogen dalam suatu senyawa menggunakan persamaan sebagai berikut: (Amalia dan Fajri, 2020)

$$\text{Total Nitrogen} = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times Fp \times 14,008}{W \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (2.1)$$

Keterangan:

V1 = Volume sampel (mL)

V2 = Volume blanko (mL)

N = Normalitas

Fp = Faktor Pengenceran

BA = Berat atom nitrogen (14,008)

W = Berat sampel (gram)

2.7.5 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS)

Spektroskopi Serapan Atom (AAS) digunakan untuk mengidentifikasi dan mengukur logam dalam suatu jenis materi maupun larutan baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Pengukuran serapan atom melalui spektroskopi menggunakan radiasi yang diserap oleh atom yang tidak tereksitasi. Prinsip dasar AAS adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dan sampel, dimana sampel yang dianalisis harus diubah terlebih dahulu menjadi atom-atom bebas. Kemudian atom-atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan melalui lampu katoda. Dengan absorpsi energi maka akan

mengalami peningkatan energi suatu atom dari keadaan dasar (*ground state*) dinaikkan ke tingkat eksitasi (Khopkar, 2010). Logam-logam yang mudah untuk diuapkan meliputi tembaga (Cu), timbal (Pb), seng (Zn) dan Kadmium (Cd) umumnya menggunakan suhu rendah. Sedangkan untuk unsur yang tidak mudah diatomisasi perlu menggunakan suhu tinggi.

Menurut Darmawan (2017) melakukan atomisasi terhadap logam tembaga (Cu) dan dianalisis menggunakan AAS terdapat pada panjang gelombang 324,8 nm. Gas pembakaran menggunakan campuran udara dan asetilen pada suhu pembakaran 2000°C. Suhu pembakaran yang digunakan harus melebihi titik didih logam agar atomisasi berlangsung secara optimal. Hubungan serapan atom dengan konsentrasi dinyatakan pada hukum Lambert-Beer (Darmono, 1995).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada tanggal 04 Januari – 16 April 2024 dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Adapun alat-alat yang diperlukan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, bola hisap, botol semprot, mortar dan alu, tabung reaksi, cawan porselen, mortar agate, neraca analitik, desikator, termometer, pipa kapiler, kertas saring *melting point apparatus* (MPA) STUART tipe SMP 11, spektrofotometer UV-Vis Varian Carry 50, FTIR Varian tipe FT 1000, GC-MS Varian QP2010S-SHIMADZU, spektrofotometer adsorpsi atom (AAS-240), dan seperangkat alat metode Kjeldahl.

3.2.2. Bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini, diantaranya *o*-vanilin, *p*-anisidina, aquades, etanol, kloroform, NaOH 2M, HCl 5M, HNO₃, KBr dan garam CuCl₂·2H₂O.

3.3 Rancangan Penelitian

Sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan perbandingan (1:1) dilakukan menggunakan metode penggerusan (*green synthesis*). Kemudian untuk sintesis senyawa kompleks basa Schiff dengan CuCl₂·2H₂O dilakukan dengan perbandingan (2:1) menggunakan metode penggerusan. Penelitian ini juga dilakukan dalam beberapa tahapan, yakni analisis secara kualitatif dan kuantitatif. Dimana secara kualitatif dilakukan dengan mengidentifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan FTIR. Sedangkan kuantitatif dilakukan dengan mencari persen rendemen serta menggunakan GC-MS, AAS, dan Uji Nitrogen menggunakan metode Kjeldahl.

3.4 Tahapan Penelitian

Adapun tahapan-tahapan yang akan dilakukan dalam penelitian adalah:

1. Sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina (mol 1:1) menggunakan metode penggerusan
2. Uji titik leleh senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan MPA (*Melting Point Apparatus*)

3. Uji kelarutan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan NaOH 2M
4. Karakterisasi ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan FTIR dan GCMS
5. Sintesis kompleks logam Cu(II) dengan ligan basa Schiff (mol 2 : 1) menggunakan metode penggerusan
6. Uji sifat fisik senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) dengan MPA (*Melting Point Apparatus*)
7. Karakterisasi gugus fungsi senyawa kompleks dengan FTIR
8. Karakterisasi panjang gelombang kompleks dengan UV-Vis
9. Uji unsur N dengan metode Kjeldahl.
10. Penentuan kadar ion logam dengan AAS dan prediksi struktur kompleks
11. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan (Adawiyah, 2017)

o-Vanilin sebanyak 7,5 mmol (1,1526 g) dan *p*-anisidina 7,5 mmol (0,9425 g) digerus menggunakan mortar dan alu dalam suhu ruang selama 20 menit hingga terbentuk warna kuning kecoklatan. Kemudian didiamkan selama 1½ jam. Selanjutnya produk basah yang terbentuk dikeringkan ke dalam desikator dan ditimbang hingga massa produk konstan. Selanjutnya produk hasil sintesis dihitung persen rendemen menggunakan persamaan 3.1.

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

3.5.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis (Tauhid, 2022).

Titik lebur senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol diukur menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA). Produk dimasukkan dengan ditotol ke dalam pipa kapiler, lalu dimasukkan ke dalam blok kecil di atas blok termometer pada alat. Selanjutnya alat MPA dinyalakan dan diatur suhu kenaikan mencapai 20°C/menit. Setelah itu diturunkan suhunya menjadi 10°C/menit. Jika suhu yang diamati telah mendekati perkiraan titik leleh senyawa, maka suhu diturunkan menjadi 1°C/menit. Penentuan titik leleh dibuat dengan sistem range dimana titik terukur pertama kali sejak sampel melebur dan titik atas terukur ketika sampel melebur sempurna. Perlakuan diulangi sebanyak tiga kali masing-masing sampel.

3.5.3 Uji Kelarutan Produk Sintesis dengan Larutan NaOH (Surur, 2019)

Sifat kimia produk sintesis diuji dengan larutan NaOH 2M. Masing-masing sebanyak 0,002 g produk sintesis dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda. Kemudian ditambahkan 2 mL akuades pada salah satu tabung reaksi. Tabung reaksi yang lain

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

3.6 Karakterisasi Ligan Hasil Sintesis

3.6.1 Karakterisasi Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan FTIR (Nadhifah, 2020)

Produk hasil sintesis menggunakan spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000. Produk hasil sintesis dicampur dengan KBr dengan perbandingan (2:98) dan digerus menggunakan mortar agate. Campuran tersebut kemudian dipress dan dibuat pelet. Kemudian pelet diletakkan pada cell holder dalam instrument FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang gelombang 4000-400 cm^{-1} .

3.6.2 Karakterisasi Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan GC-MS (Nadhifah, 2020)

Karakterisasi lanjutan senyawa hasil sintesis dilakukan menggunakan spektrofotometer GC-MS. Sebanyak 5 μL produk hasil sintesis basa Schiff yang telah dilarutkan dengan kloroform dengan konsentrasi 30.000 ppm diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam tempat GC-MS QP-2010S-SHIMADZU dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: Rtx 5
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: GC-MS-QP2010
Oven	: Terprogram 70°C (5 menit) $\rightarrow$ 300°C (19 menit)
Temperatur injector	: 300°C
Tekanan gas	: 13,7 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,5 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium

3.7 Sintesis Senyawa Kompleks dan Karakterisasi

3.7.1 Sintesis Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan (Sani dan Siraj, 2021)

Garam logam Cu(II) sebanyak 1 mmol (0,1695 g) dan hasil produk basa Schiff sebanyak 2 mmol (0,5146 g) digerus di dalam mortar dan alu pada suhu ruang dengan variasi penggerusan selama 30, 45 dan 60 menit. Kemudian hasil sintesis dikeringkan dalam desikator kemudian ditimbang hingga massanya konstan. Lalu dilakukan perhitungan untuk menghitung rendemen hasil produk sintesis menggunakan persamaan 3.1.

Selanjutnya hasil sintesis dilakukan uji titik leleh menggunakan MPA (*melting point apparatus*).

3.7.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks Menggunakan FTIR (Nadhiroh, 2020)

Identifikasi gugus fungsi pada produk kompleks basa Schiff menggunakan spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000. Produk hasil sintesis dicampur dengan KBr dengan perbandingan (2:98) dan digerus menggunakan mortar agate. Campuran tersebut kemudian dipress dan dibuat pelet. Kemudian pelet diletakkan pada cell holder dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang gelombang 4000-400 cm^{-1} .

3.7.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks Menggunakan UV-Vis (Isfahani, 2021)

Analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang maksimum antara ligan dengan senyawa kompleks hasil sintesis. Kemudian senyawa kompleks hasil sintesis dan ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dilarutkan dalam pelarut etanol dengan konsentrasi 20 ppm. Selanjutnya larutan tersebut dimasukkan ke dalam kuvet dan dianalisis pada panjang gelombang 200-800 nm dengan spektrofotometer UV-Vis Varian carry 50.

3.7.4 Karakterisasi Uji Unsur N dengan Metode Kjeldahl

Uji kadar nitrogen dilakukan menggunakan metode Kjeldahl. Dilakukan tahap destruksi, produk hasil sintesis ditimbang sebanyak 1 gr dan dimasukkan dalam tabung kjeldahl. Lalu ditambahkan K_2SO_4 3,5 g; $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,1 g; dan 12 mL H_2SO_4 . Kemudian campuran larutan tersebut dimasukkan ke dalam lemari asam pada instrumen *Automatic Digestion Unit*. Selanjutnya dilakukan tahap destilasi dan titrasi otomatis, hasil dari instrumen tersebut dipindahkan ke dalam labu alas bulat yang telah dipasang pada rangkaian alat destilasi. Kemudian ditambahkan 2 butir batu didih, NaOH 30% sebanyak 50 mL, dan 100 mL akuades lalu ditutup. Diambil destilat sebanyak 30 mL dengan H_2BO_3 4% yang telah diberi indikator *methyl red* dan *Bromcresol green*. Setelah itu, dipanaskan labu godog hingga tetesan destilasi bersifat netral. Hasil destilat ditepatkan menjadi 100 mL dan dititrasi dengan HCl 0,2 N yang telah distandarisasi. Lalu dibuat blanko dengan perlakuan yang sama tanpa sampel. Kemudian dihitung kadar N dengan rumus :

$$\%N = \frac{14,007 \times (\text{volume titran} - \text{volume blanko}) \times N \times 100}{(1000 \times \text{gram sampel})} \dots\dots\dots (3.2)$$

Keterangan:

V1 = Volume sampel (mL)

V2 = Volume blanko (mL)

N = Normalitas

Fp = Faktor Pengenceran
 BA = Berat atom nitrogen (14,008)
 W = Berat sampel (gram)

3.7.5 Karakterisasi Penentuan Kadar Ion Logam menggunakan AAS (Sucipto, 2018)

Analisis ini dilakukan dalam dua tahap yaitu tahap persiapan larutan standar dan persiapan larutan sampel. Larutan induk Cu induk 100 ppm dibuat dengan menimbang garam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,02684 gram dan dilarutkan dalam aquades 100 mL. Diencerkan larutan standar tersebut menjadi 10 ppm dan dipipet 10 mL. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditandabatkan dengan aquades. Larutan standar 10 ppm tersebut dipipet masing-masing 0,0; 0,2; 0,4; dan 0,8 mL ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan aquades. Sehingga diperoleh larutan standar 0, 2, 4, dan 8 ppm.

Selanjutnya dibuat larutan sampel senyawa Kompleks Cu(II) disiapkan dengan menimbang 0,04 gram. Sampel selanjutnya ditambahkan HNO_3 pekat sebanyak 3 mL dan dalam aquades hingga tanda batas labu ukur 10 mL, kemudian dihomogenkan. Selanjutnya, diukur larutan standar dan larutan sampel kompleks Cu(II) menggunakan alat AAS.

3.8 Analisis Data

1. Hasil uji sifat fisik menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA) dalam bentuk *range* yang diperoleh dari rata-rata data hasil percobaan produk sintesis sebanyak tiga kali pengulangan.
2. Hasil uji sifat kimia berupa kelarutan produk sintesis menggunakan aquades dan NaOH 2M. Produk sintesis sedikit larut dalam aquades dan larut sempurna dalam NaOH 2M.
3. Hasil karakterisasi dengan FTIR diperoleh serapan khas gugus imins ($\text{C}=\text{N}$) pada bilangan gelombang 1610 cm^{-1} . Sedangkan kompleks basa Schiff dari logam Cu(II) memiliki serapan khas dari logam Cu-N pada panjang gelombang 455 cm^{-1} dan logam Cu-O pada panjang gelombang 529 cm^{-1} .
4. Hasil karakterisasi dengan GC (*gass chromatogram*) diperoleh persen kemurnian senyawa intensitas puncak. Sedangkan MS (*Mass Spectra*) diperoleh ion molekuler yang m/z nya setara dengan berat molekul. Senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol diperoleh berat molekul sebesar 257 g/mol.
5. Hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis diperoleh serapan pada panjang gelombang maksimum dari senyawa sampel. Senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) pada daerah ultraviolet untuk ligan basa Schiff dengan transisi $\pi-\pi^*$. Sedangkan daerah visible untuk logam dengan transisi d-d.

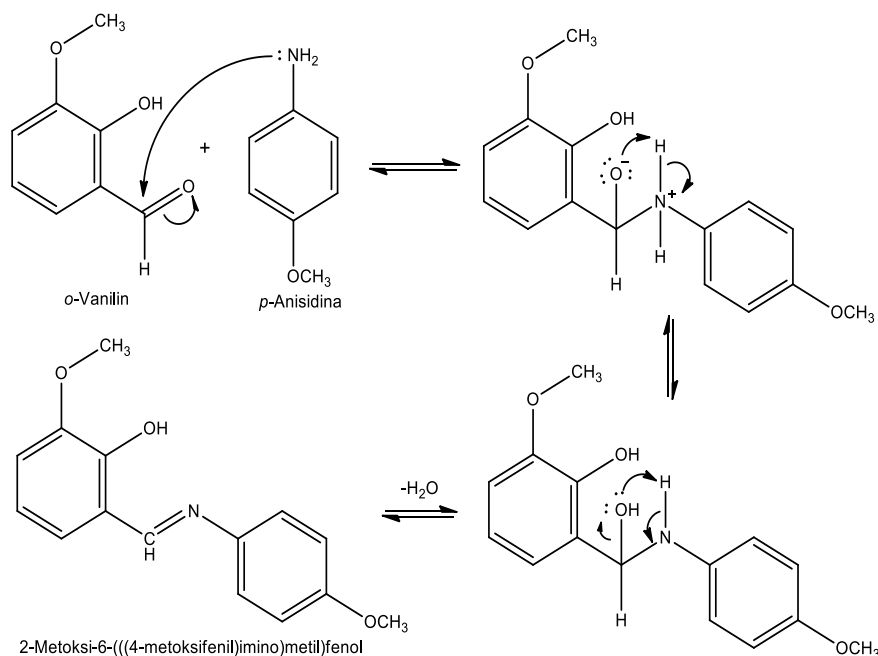
6. Hasil Karakterisasi AAS berupa kadar ion logam Cu(II) pada senyawa kompleks basa Schiff. Kemudian dibandingkan kadar logam hasil eksperimen dengan hasil teoritis.
7. Hasil uji menggunakan metode Kjeldahl berupa kadar nitrogen dalam senyawa kompleks. Kemudian dibandingkan kadar nitrogen hasil eksperimen dengan hasil eksperimen.

BAB IV

PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Sintesis senyawa basa Schiff dilakukan menggunakan reaktan *o*-vanilin yang memiliki gugus aldehida ($\text{C}=\text{O}$) dan *p*-anisidina yang memiliki gugus amina primer ($-\text{NH}_2$). Kedua reaktan tersebut bereaksi menghasilkan senyawa baru yaitu basa Schiff yang memiliki gugus yang khas $\text{C}=\text{N}$ (imina) sebagai tanda bahwa senyawa basa Schiff telah terbentuk. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dilakukan dengan metode penggerusan selama 20 menit. Metode penggerusan merupakan proses pembentukan suatu energi panas yang disebabkan adanya transfer energi aktivasi dari gesekan sehingga reaksi antar reaktan terjadi dan menghasilkan suatu senyawa baru yaitu senyawa basa Schiff. Reaksi yang terjadi pada senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol terdiri dari 2 tahapan, tahap pertama yaitu adisi dimana atom C pada gugus karbonil dengan karakter positif diserang oleh gugus amina ($-\text{NH}_2$). Kemudian terjadi transfer proton (H^+) dari atom N ke atom O membentuk zat antara tetrahedral. Kemudian dilanjutkan pada tahap kedua yaitu eliminasi air (H_2O) dimana produk basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol terbentuk. Mekanisme reaksi pembentukan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol ditunjukkan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Mekanisme reaksi pembentukan sintesis 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Hasil produk sintesis kemudian dikarakterisasi sifat fisiknya yang meliputi wujud, warna, dan titik leburnya. Diketahui bahwa *o*-vanilin merupakan padatan organik berwarna kuning muda dengan memiliki titik leleh sebesar $40\text{--}42^\circ\text{C}$, sedangkan *p*-anisidina merupakan

padatan berwarna hitam mengkilap dengan memiliki titik leleh sebesar 56-59°C. Kemudian kedua reaktan direaksikan dengan menggunakan metode penggerusan dan menghasilkan produk berwarna kuning kecoklatan seperti pada Gambar 4.2. Berdasarkan Tabel 4.1 dapat dilihat perbedaan karakteristik antara senyawa produk dengan reaktannya.



Gambar 4.2 (a) Reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina, dan (b) Hasil produk sintesis menggunakan metode penggerusan

Tabel 4.1 Hasil uji sifat fisik reaktan dan produk sintesis

Pengamatan	<i>O</i> -vanillin	<i>P</i> -anisidina	2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Kuning muda	Hitam Mengkilap	Kuning Kecoklatan
Titik lebur (°C)	40-42°C ^a	56-59°C ^a	79-85°C
Rendemen	-	-	97,92%

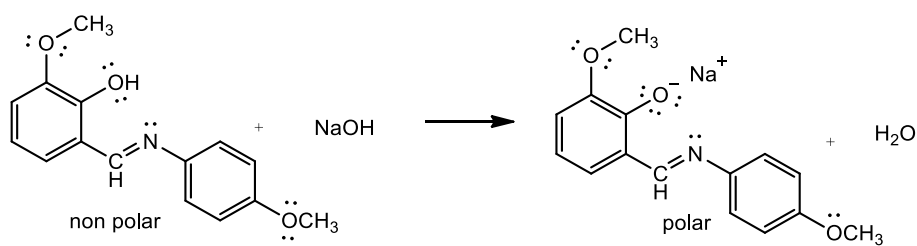
Referensi: a = Zamrotin (2022)

Berdasarkan Tabel 4.1 diperoleh produk basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol berwarna kuning kecoklatan yang memiliki titik leleh 79-85°C. Adanya perbedaan warna dan titik leleh antara reaktan dengan produk mengindikasikan bahwa produk sintesis telah terbentuk. Selain itu, persen rendemen yang diperoleh sebesar 97,92%. Dalam penelitian Laili (2020), basa Schiff dari 4-formilpiridina dan anilina menghasilkan kemurnian 100%, akan tetapi titik leleh dilaporkan berkisar dari 89-92°C dengan rentang lebih dari 3. Rentang yang jauh menunjukkan variasi dalam titik leleh tergantung pada kondisi sintesis dan struktur senyawa.

4.2 Uji Sifat Kimia Produk Ligan Basa Schiff dengan Aquades dan NaOH 2M

Uji sifat kimia dilakukan untuk mengetahui terbentuknya produk ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. Dalam reaksinya, produk ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol termasuk golongan senyawa fenolat dimana gugus -OH nya cenderung memiliki sifat asam. Saat direaksikan dengan larutan NaOH yang bersifat basa, produk ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol akan bertindak sebagai

pendonor proton dan NaOH bertindak sebagai akseptor proton. Hal ini didasarkan pada teori asam basa Brownsted-Lowry, dimana ion H^+ pada produk ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol akan tersubstitusi oleh ion Na^+ dan kemudian membentuk garam terlarut dalam air (Zamrotin, 2022). Persamaan reaksi produk ligan basa Schiff dengan NaOH terdapat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Persamaan reaksi produk sintesis 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan NaOH

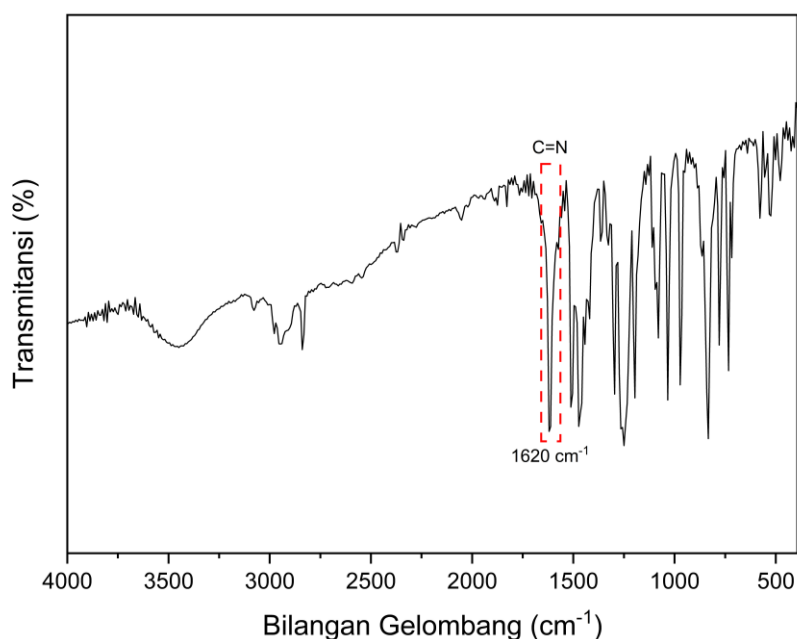
Berdasarkan Gambar 4.4 hasil uji sifat kimia pada produk sintesis diperoleh sedikit larut dalam air dan larut sempurna dalam NaOH 2M. Produk sintesis dengan aquades ditunjukkan dengan hasil larutan yang sedikit berwarna kuning dan terdapat endapan. Sedangkan produk sintesis dengan NaOH ditunjukkan dengan hasil larutan yang berwarna kuning dan tidak terdapat endapan. Hal tersebut membuktikan bahwa terdapat gugus fenolat dalam produk sintesis yang mengindikasikan terbentuknya produk ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.



Gambar 4.4 Uji sifat kimia produk ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan NaOH 2M

4.3 Karakterisasi Ligan Hasil Sintesis

4.3.1 Karakterisasi Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol Menggunakan FTIR



Gambar 4.5 Spektra FTIR produk ligan basa Schiff

Tabel 4.2 Hasil interpretasi FTIR ligan basa Schiff

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	
	Basa Schiff	Referensi
-OH <i>stretch</i>	3448	3200-3650 ^a
Csp ² -H <i>stretch</i>	3078	3079-3070 ^b
Csp ³ -H <i>asimetrik</i>	2947	3079-3070 ^b
Csp ³ -H <i>simetrik</i>	2839	2830-2815 ^b
Overtone aromatik	2052, 2021, dan 1936	2000-1667 ^a
C=N <i>stretch</i>	1620	1690-1590 ^a
C=C aromatik	1512 dan 1604	1675-1500 ^c
Csp ³ -H <i>bend scissoring</i>	1473 dan 1442	1465-1440 ^a
Csp ³ -H <i>bend rocking</i>	1365	1470-1340 ^c
Csp ³ -H <i>bend wagging</i>	1327	1350-1150 ^d
Csp ³ -H <i>bend twisting</i>	1195	1350-1150 ^d
C-O-C <i>stretch</i> fenol	1296	1310-1020 ^b
C-O <i>stretch</i> fenol	1249	1260-1180 ^b
Csp ² -H <i>bend scissoring</i> aromatik	1080 dan 1033	1100-1000 ^d
Csp ² -H <i>bend rocking</i> alifatik	972 dan 833	1000-650 ^c
Csp ² -H <i>bend wagging</i> aromatik	779 dan 732	900-690 ^a

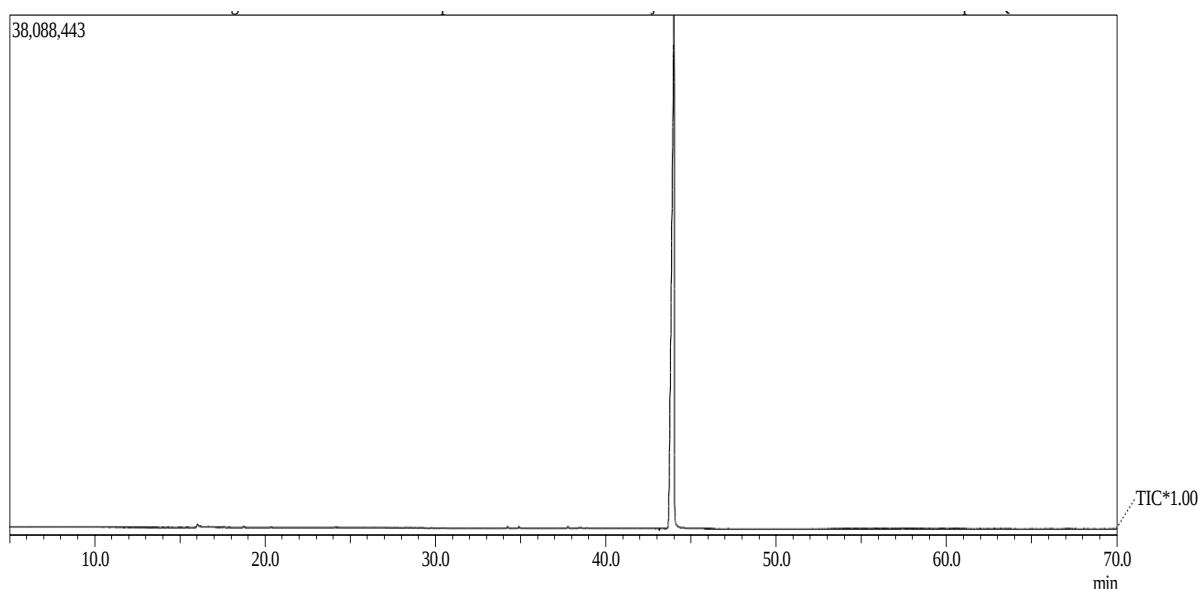
Referensi : ^aPavia, dkk., (2001) ^bSocrates, dkk., (1994) ^cSkoog, dkk., (1998) ^dSilverstain, dkk., (1991)

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada produk sintesis. Adapun spektra hasil karakterisasi menggunakan FTIR pada Gambar 4.5 menunjukkan serapan gugus fungsi produk basa Schiff yang berbeda jika dibandingkan dengan kedua reaktan, maka dapat diduga jika senyawa target telah terbentuk. Gugus fungsi (C=N) atau imina senyawa basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 1620 cm⁻¹ yang

memiliki serapan tajam dan kuat. Selain itu, hilangnya serapan gugus fungsi C=O dari *o*-vanilin pada bilangan gelombang 1642 cm^{-1} dan hilangnya serapan gugus NH_2 dari *p*-anisidina pada bilangan gelombang $3422\text{--}3348\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan terbentuknya senyawa target (Zamrotin, 2022). Hasil spektra FTIR produk sintesis ligan basa Schiff dapat dilihat pada Gambar 4.5 dan hasil interpretasi gugus fungsi produk basa Schiff ditunjukkan pada Tabel 4.2.

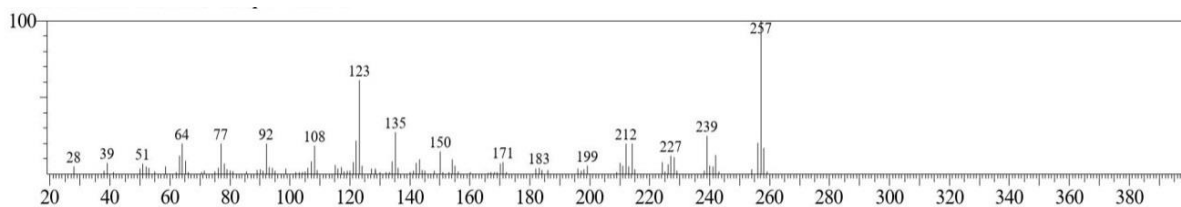
4.3.2 Karakterisasi Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan GC-MS

Karakterisasi menggunakan GC (*gas chromatography*) digunakan untuk mengetahui kemurnian dari senyawa. Sedangkan MS (*mass spectra*) digunakan untuk mengidentifikasi senyawa sebagai penentu berat molekul dan struktur senyawa melalui pola fragmentasi. Gambar 4.6 menunjukkan adanya 1 puncak yang diduga sebagai senyawa target produk hasil sintesis pada waktu retensi dengan 44,026 menit dengan % luas area atau kemurnian sebesar 100%.

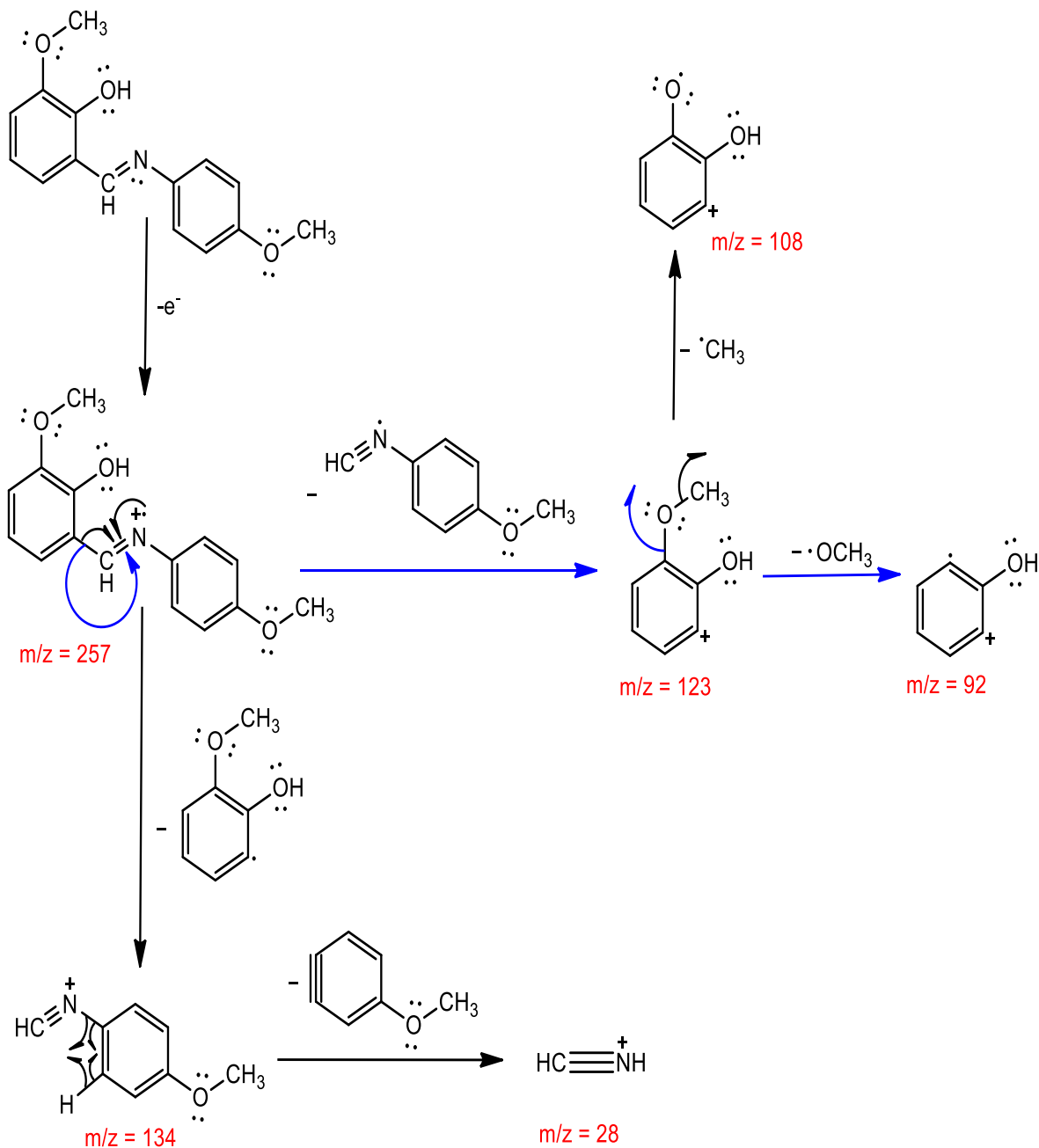


Gambar 4.6 Kromatogram produk sintesis 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

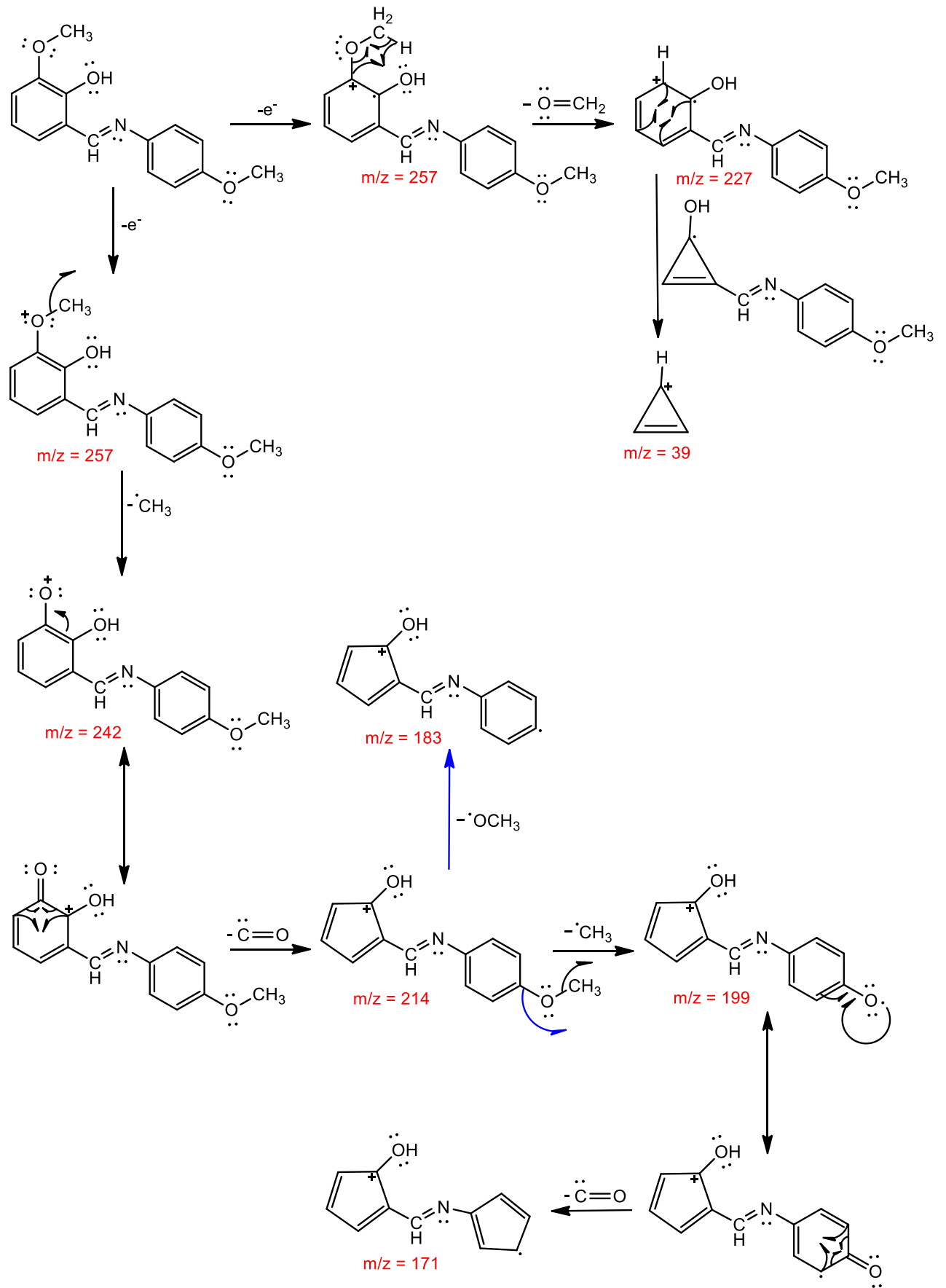
Gambar 4.7 menunjukkan adanya spektra massa produk sintesis dengan ion molekuler (m/z) sebesar 257 yang setara dengan berat molekul ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. Sehingga hasil yang diperoleh dari analisis GC-MS menunjukkan bahwa produk target telah terbentuk dengan persen kemurnian sebesar 100%. Terbentuknya senyawa target diperkuat oleh pola fragmentasi yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 – 4.11.



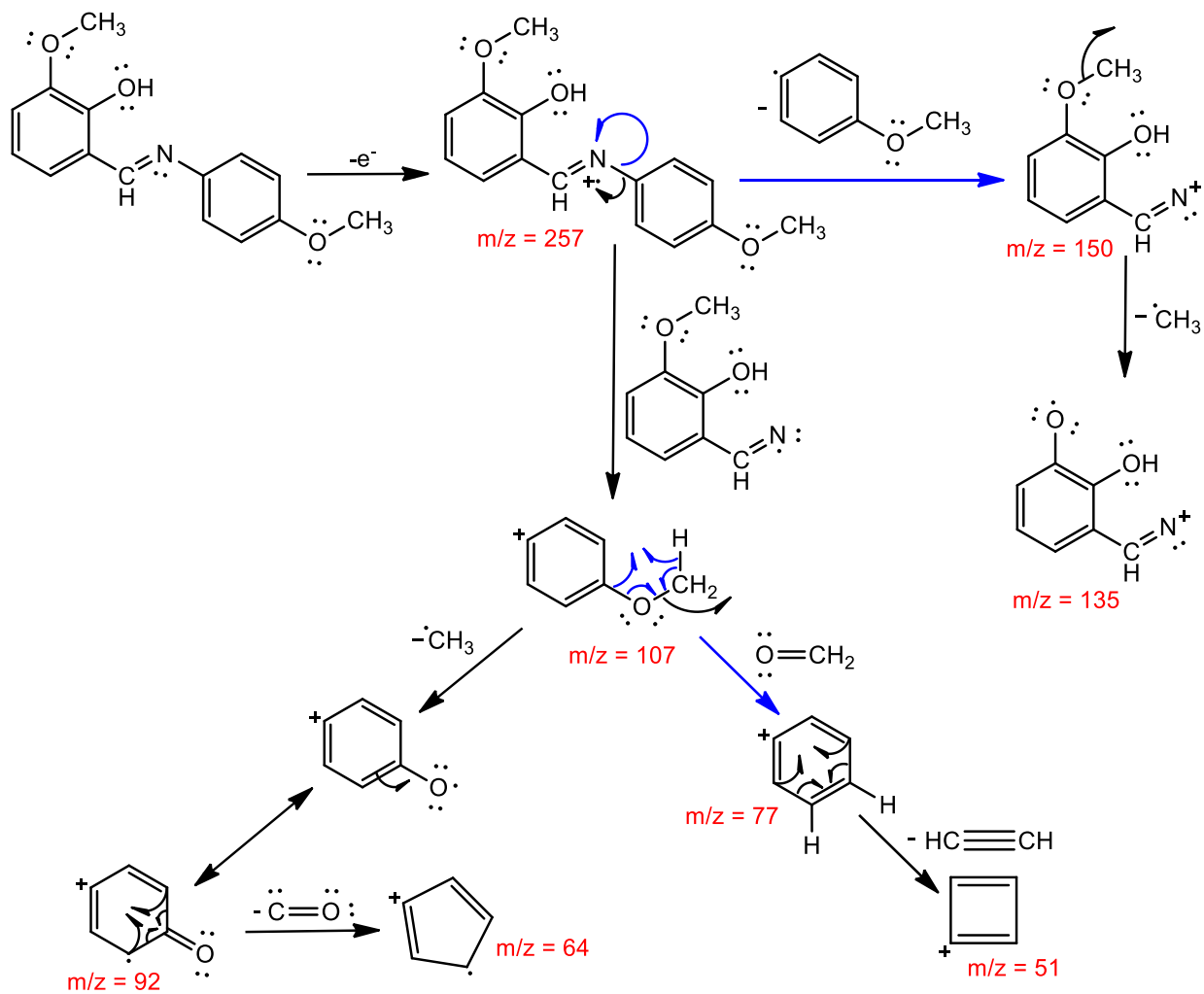
Gambar 4.7 Spektra massa produk sintesis



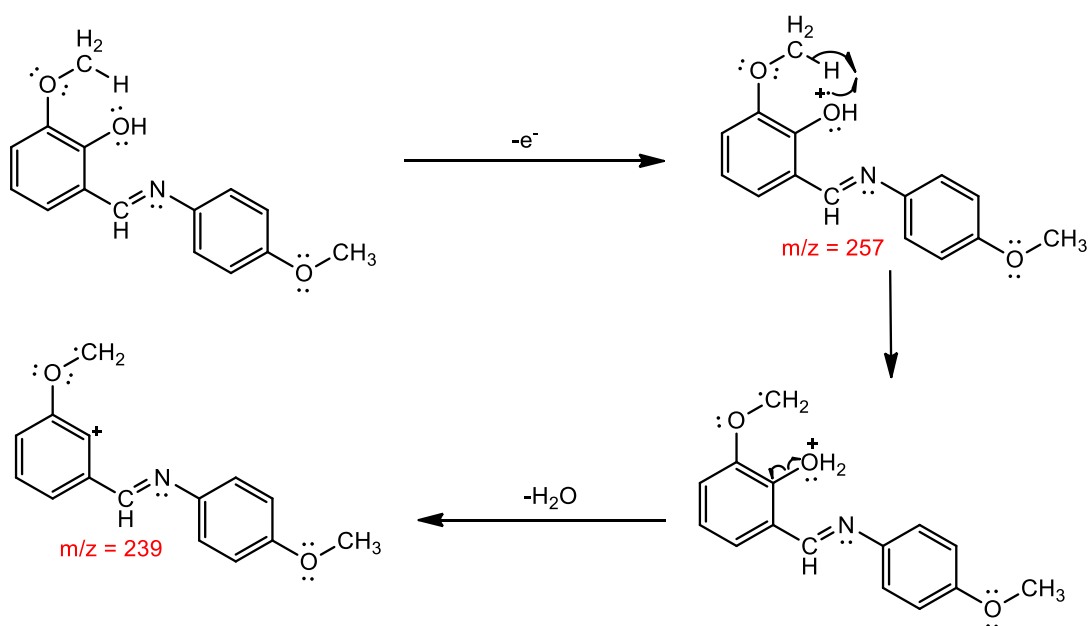
Gambar 4.8 Pola Fragmentasi 257, 134, 123, 108, 92, dan 28



Gambar 4.9 Pola Fragmentasi 257, 242, 227, 214, 199, 183, 171, dan 39



Gambar 4.10 Pola fragmentasi 257, 150, 135, 107, 92, 77, 64, dan 51

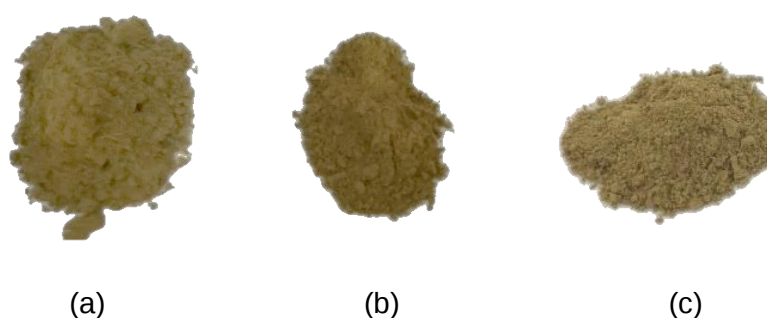


Gambar 4.11 Pola Fragmentasi 257 dan 239

4.4 Sintesis Senyawa Kompleks dan Ligan

4.4.1 Sintesis Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan

Senyawa kompleks telah disintesis dengan mereaksikan ion logam Cu(II) dan ligan 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol melalui metode penggerusan. Energi mekanik yang dihasilkan dari proses penggerusan diubah menjadi energi termal yang kemudian diserap oleh molekul reaktan, sehingga terjadi tumbukan dan menghasilkan produk. Kelebihan dari metode ini ialah ramah lingkungan, murah, sederhana, tidak membutuhkan waktu lama, aman, dan meminimalisir penggunaan bahan kimia. Adapun hasil pengamatan produk sintesis senyawa kompleks dirangkum dalam Tabel 4.3 dan Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Hasil penggerusan pada variasi (a) 30 menit (b) 45 menit (c) 60 menit

Tabel 4.3 Sifat fisik reaktan dan produk sintesis

Pengamatan	R1	R2	P1	P2	P3
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Kuning Kecoklatan	Hijau Kebiruan	Hijau kekuningan	Hijau kekuningan	Hijau kekuningan
Massa (gram)	0,5146	0,17	0,6449	0,6497	0,6335
Titik leleh (°C)	79-85	100	90-93	90-93	90-93

Keterangan:

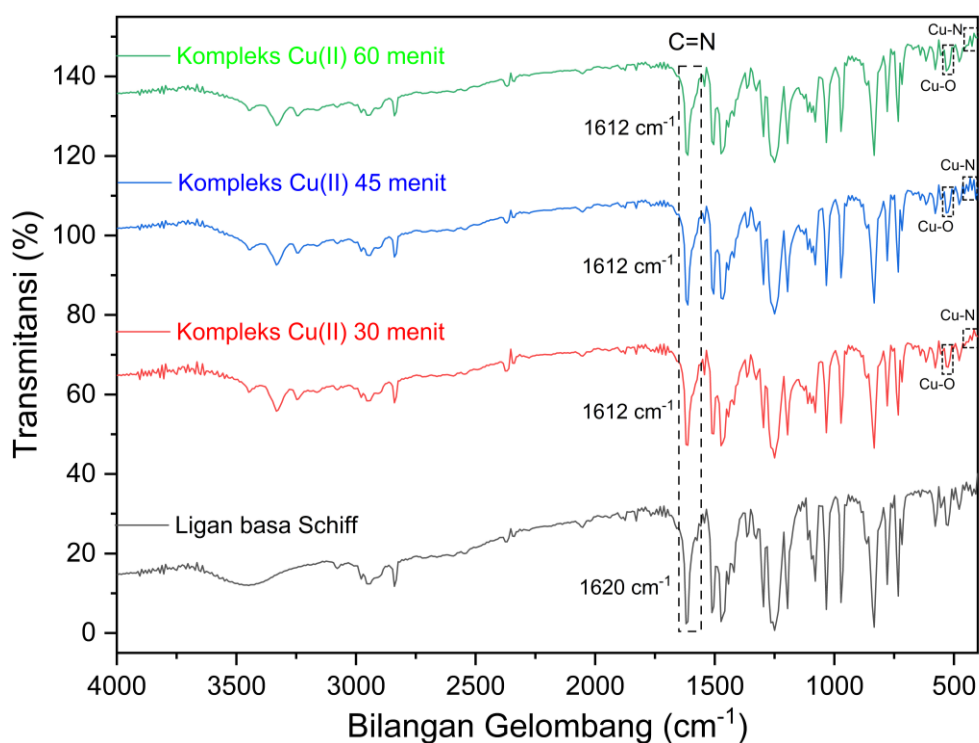
- R1 : Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol
- R2 : $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- P1 : Produk sintesis variasi lama penggerusan 30 menit
- P2 : Produk sintesis variasi lama penggerusan 45 menit
- P3 : Produk sintesis variasi lama penggerusan 60 menit

Berdasarkan Tabel 4.3 dan Gambar 4.10, variasi waktu penggerusan 30, 45, dan 60 menit tidak berpengaruh pada perubahan sifat fisik yaitu berwarna hijau kekuningan. Hal ini berbeda dari kedua reaktan yang digunakan, dimana ligan basa Schiff berwarna kuning kecoklatan berbentuk padatan sedangkan untuk garam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ memiliki warna hijau kebiruan berbentuk padatan. Sehingga, hasil yang optimum diambil dari variasi penggerusan 30 menit yang memiliki waktu lebih singkat. Selanjutnya pengamatan titik leleh produk sintesis pada variasi penggerusan 30, 45, dan 60 menit masing-masing menunjukkan *range* 90-93. Hal ini berbeda dengan titik leleh ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol memiliki *range* titik leleh 79-85°C dan garam logam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

memiliki titik leleh pada 100°C. Adanya perbedaan warna dan titik leleh antara produk sintesis dengan ligan dan logam, menunjukkan bahwa senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) telah terbentuk.

4.4.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR adalah untuk mengetahui pergeseran bilangan gelombang dari reaktan ligan basa Schiff menjadi senyawa kompleks serta dapat digunakan untuk memprediksi gugus fungsi dan ikatan baru dari ligan yang terkoordinasi dengan atom pusat yang biasanya muncul pada bilangan gelombang 500-400 cm^{-1} . Perbandingan spektra FTIR senyawa kompleks dengan ligan ditunjukkan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Spektra FTIR produk sintesis senyawa Kompleks

Berdasarkan Tabel 4.4 serapan gugus fungsi imina ($\text{C}=\text{N}$) ligan basa Schiff terdapat pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} sedangkan senyawa kompleks pada bilangan gelombang 1612 cm^{-1} menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih pendek karena ikatan $\text{C}=\text{N}$ menjadi lebih lemah akibat interaksi dengan logam. Hal ini sesuai dengan penelitian Rahayu (2021) yang telah mensintesis senyawa kompleks Cu dengan ligan basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina diperoleh hasil spektra IR yang menunjukkan bahwa gugus fungsi $\text{C}=\text{N}$ ligan basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} sedangkan kompleksnya muncul pada bilangan gelombang 1611 cm^{-1} . Pada gugus $-\text{OH}$ terdapat beberapa serapan yang sedang pada bilangan gelombang 3332,99 cm^{-1} , dan 3448,13 cm^{-1} yang menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih pendek karena ikatan $-\text{OH}$ menjadi lebih lemah. Hal tersebut menunjukkan

adanya beberapa gugus OH pada senyawa kompleks, seperti -OH yang terikat koordinasi maupun -OH yang tidak terikat koordinasi.

Tabel 4.4 Hasil interpretasi spektra FTIR ligan dan kompleks

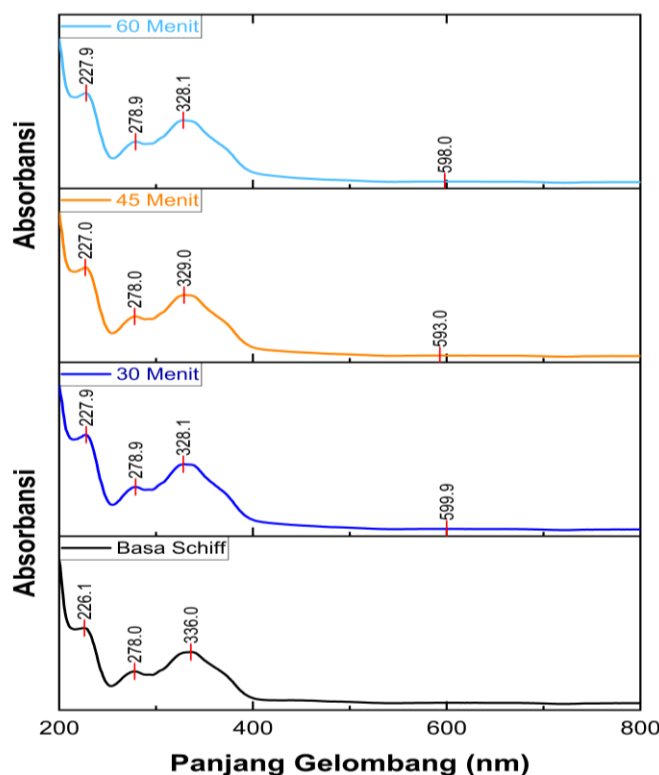
Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				Referensi
	Ligan	30 Menit	45 Menit	60 Menit	
-OH <i>stretch</i>	3448	3332 dan 3448	3332 dan 3448	3332 dan 3448	3200-3650 ^a
Csp ³ -H asimetrik	2947	2947	2947	2947	2970-2800 ^c
Csp ³ -H simetrik	2839	2839	2839	2839	2830-2815 ^b
Csp ² -H <i>stretch</i>	3078	3078	3078	3078	3079-3070 ^b
Overtone aromatik	2052, 2021, dan 1936	2052, 2021, dan 1936	2052, 2021, dan 1936	2052, 2021, dan 1936	2000-1667 ^a
C=N <i>stretch</i>	1620	1612	1612	1612	1690-1590 ^a
C=C aromatik	1512 dan 1604	1512 dan 1604	1512 dan 1604	1512 dan 1604	1675-1500 ^c
Csp ³ -H <i>bend scissoring</i>	1473 dan 1442	1473 dan 1442	1473 dan 1442	1473 dan 1442	1465-1440 ^a
Csp ³ -H <i>bend rocking</i>	1365	1365	1365	1365	1470-1340 ^c
C-O-C <i>stretch</i>	1296	1296	1296	1296	1260-1180 ^b
C-O <i>stretch</i> fenol	1249	1249	1249	1249	1310-1020 ^b
Csp ² -H <i>bend scissoring</i> aromatik	1080 dan 1033	1080 dan 1033	1080 dan 1033	1080 dan 1033	1100-1000 ^d
Csp ² -H <i>bend rocking</i> alifatik	972 dan 833	972 dan 833	972 dan 833	972 dan 833	1000-650 ^c
Csp ² -H <i>bend wagging</i> aromatik	779 dan 732	779 dan 732	779 dan 732	779 dan 732	900-690 ^a
Cu-N	-	455	455	455	400-460 ^e
Cu-O	-	532	532	532	510-540 ^e

Referensi: ^aPavia, dkk., (2001) ^bSocrates, dkk., (1994) ^cSkoog, dkk., (1998) ^dSilverstain, dkk., (1991) ^eMaurya, dkk., (2003)

Berdasarkan bilangan gelombang yang diperoleh pada Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa muncul dua serapan baru dengan intensitas lebih rendah pada bilangan gelombang 455 cm⁻¹ ikatan Cu-N dan ikatan Cu-O pada bilangan gelombang 532 cm⁻¹. Kedua serapan tersebut mengindikasikan terdapat vibrasi ikatan antara ion logam dan ligan basa Schiff. Hal ini sesuai dengan penelitian Sucipto (2018) menunjukkan terdapat serapan senyawa kompleks yang terbentuk yaitu Cu-N yang muncul pada bilangan gelombang 453 cm⁻¹ dan Cu-O muncul pada bilangan gelombang 534,25 cm⁻¹. Adanya pergeseran bilangan gelombang akibat vibrasi *stretching* gugus imina C=N dari ligan menjadi kompleks mendukung munculnya serapan baru pada gugus fungsi Cu-N. Variasi 30 menit dipilih karena memiliki Intensitas lebih tajam dibandingkan variasi 45 dan 60 menit, hal ini menyebabkan puncak serapan pada bilangan gelombang Cu-N dan Cu-O mengindikasikan adanya ikatan yang kuat antara atom tembaga dengan atom donor.

4.4.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan UV-Vis

Karakterisasi spektrofotometer UV-Vis dilakukan untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang maksimum antara ligan dan senyawa kompleks. Panjang gelombang maksimum antara ligan dengan senyawa kompleks ditentukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Kemudian hasil spektra UV-Vis kedua senyawa dibandingkan. Adapun perbandingan spektra UV-Vis ligan basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan senyawa kompleks-Cu(II) ditunjukkan pada Gambar 4.14



Gambar 4.14 Hasil spektra UV-Vis antara ligan dan senyawa kompleks

Tabel 4.5 Hasil interpretasi spektra UV-Vis produk sintesis

Senyawa	Panjang gelombang maksimum (nm)		
	$\pi \rightarrow \pi^*$	$n \rightarrow \pi^*$	$d \rightarrow d$
Ligan basa Schiff	226,1 278,0	336,0	-
Kompleks 30 menit	227,9 278,9	328,1	599,9
Kompleks 45 menit	227,0 278,0	329,0	593,0
Kompleks 60 menit	227,9 278,9	328,1	598,0

Berdasarkan hasil analisis UV-Vis pada Tabel 4.5 ligan basa Schiff memiliki panjang gelombang 226,1 dan 278,0 nm menunjukkan adanya serapan pada transisi $\pi \rightarrow \pi^*$. Sedangkan panjang gelombang 336,0 nm menunjukkan adanya serapan pada transisi $n \rightarrow \pi^*$. Hal ini didukung dengan penelitian Mumtazah (2024) yang mensintesis basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menunjukkan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ pada panjang

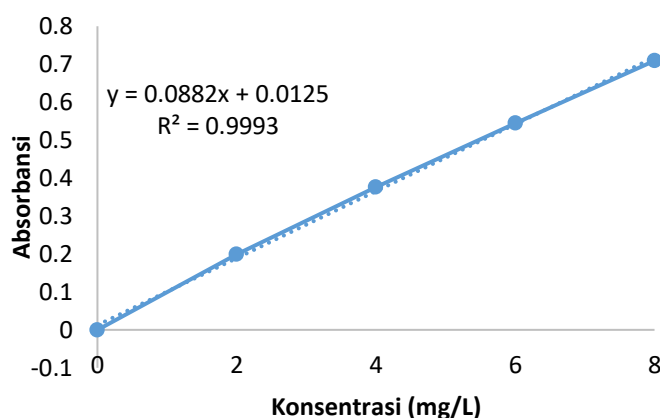
gelombang 227 dan 277 nm. Sedangkan pada transisi $n \rightarrow \pi^*$ terdapat pada panjang gelombang 335 nm.

Senyawa kompleks hasil sintesis dalam pelarut etanol berwarna kuning kecoklatan, menunjukkan adanya 4 serapan panjang gelombang maksimum pada masing-masing variasi waktu. Serapan pertama terdapat pada daerah ultraviolet yang memiliki panjang gelombang maksimum 227,0; 227,9; 278,9 dan 279 nm yang menunjukkan adanya serapan pada transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ yang berasal dari cincin aromatik, sedangkan pada panjang gelombang 328,1 dan 329 nm menunjukkan adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$ yang berasal dari gugus azometin. Transisi $n \rightarrow \pi^*$ mengalami pergeseran spektrum serapan ke arah panjang gelombang lebih pendek atau ke arah *hypsochromic* (Rahayu, 2021). Pergeseran hipsokromik yang terjadi pada panjang gelombang dari ligan menuju kompleks mengindikasikan adanya transfer muatan dari ligan ke logam pusat, membentuk ikatan koordinasi antara atom nitrogen ke logam (Martak, dkk., 2014). Sehingga menandakan bahwa senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) pada variasi 30, 45, dan 60 menit telah terbentuk.

Serapan pada daerah visible muncul pada panjang gelombang maksimum 593,0; 598,0 dan 599,9 nm yang menunjukkan adanya transisi $d \rightarrow d$. Transisi $d \rightarrow d$ terjadi adanya transfer muatan dari ligan menuju logam (*ligand metal charge transfer*) atau LMCT yang ditunjukkan oleh pergeseran spektrum serapan ke arah panjang gelombang lebih besar atau ke arah *bathochromic* untuk membentuk ikatan koordinasi (Martak, dkk., 2018). Pergeseran panjang gelombang ke arah batokromik juga mengindikasikan bahwa ligan mengkhelat secara bidentat. Transisi $d \rightarrow d$ yang terjadi pada panjang gelombang 500-600 nm dengan intensitas rendah merupakan ciri khas kompleks logam yang terbentuk.

4.4.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan AAS

Karakterisasi menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) bertujuan untuk mengetahui kadar logam pada senyawa kompleks sebagai ion pusat. Analisis tersebut dilakukan pada sampel variasi 30 menit karena mengalami pergeseran bilangan gelombang imina (C=N) pada karakterisasi FTIR dan memiliki intensitas lebih tajam. Serta memiliki waktu yang lebih singkat dibandingkan variasi 45 dan 60 menit. Hasil yang diperoleh yaitu berupa regresi linier dari kurva standar Cu dalam persamaan hukum *Lambert-Beer* pada persamaan $y = ax+b$ dimana simbol y adalah nilai absorbansi, x adalah konsentrasi, b adalah *intercept* dan a adalah *slope* atau kesensitivitasan. Berdasarkan hukum *Lambert-Beer* nilai koefisien korelasi (R^2) mengindikasikan hubungan linier yang kuat antara konsentrasi dan nilai absorbansi yang diperoleh. Hasil kurva standar dari analisis kompleks menggunakan AAS serta perbandingan persentase kadar Cu senyawa kompleks dan prediksi struktur secara teoritis dapat dilihat pada Gambar 4.15 dan Tabel 4.6



Gambar 4.15 Hasil kurva standar Cu

Tabel 4.6 Perbandingan % kadar dan prediksi struktur secara teoritis pada senyawa kompleks

NO	Prediksi Rumus Molekul	%Cu	
		Teoritis	Percobaan
1.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{Cl})_2]$	9,8069	9,8098
2.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})\text{Cl}]$	10,0713	10,0746
3.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{H}_2\text{O})_2]$	10,3504	10,3539
4.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2]$	10,9956	11,0000
5.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})]$	5,7232	5,7283
6.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_4]$	5,8176	5,8229
7.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$	5,8283	5,8336

Berdasarkan Gambar 4.13 absorbansi $y=0,08821x+0,01251$, sehingga diperoleh konsentrasi Cu pada sampel sebesar 0,6347 ppm. Selanjutnya pada Tabel 4.6 dapat diketahui bahwa perhitungan persentase Cu secara teoritis dan percobaan yang paling mendekati adalah prediksi rumus molekul $[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$. Hasil yang telah diperoleh pada karakterisasi kadar persentase Cu menggunakan AAS akan diperkuat dengan analisis unsur N untuk mengetahui struktur dan rumus molekul dari senyawa kompleks.

4.4.4 Karakterisasi unsur N pada Senyawa Kompleks menggunakan Kjeldahl

Analisis Uji nitrogen pada senyawa kompleks menggunakan variasi 30 menit menggunakan metode Kjeldahl bertujuan untuk mengetahui kadar atom nitrogen di dalam senyawa kompleks. Metode Kjeldahl melibatkan tiga proses, yakni destruksi, destilasi, dan titrasi. Kemudian hasil persentase nitrogen dibandingkan dengan persentase teoritis yang ditunjukkan pada Lampiran 2.3. Dapat diketahui bahwa persentase produk sintesis secara percobaan menunjukkan bahwa rumus molekul $[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$ paling mendekati persentase teoritis yang dapat dilihat pada Tabel 4.7.

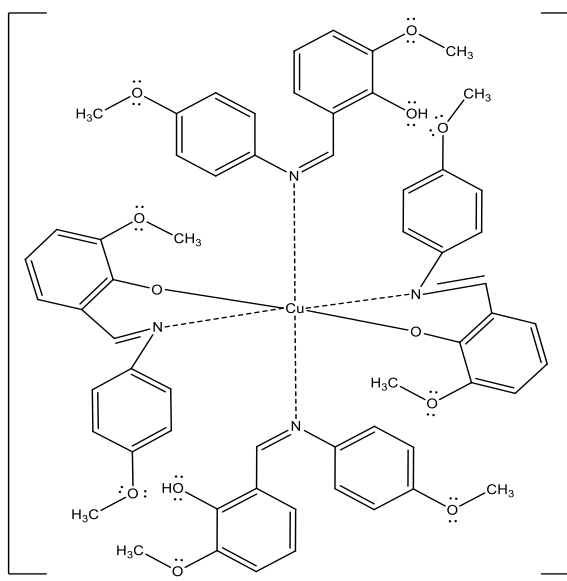
Tabel 4.7 Perbandingan % hasil analisis unsur N secara teoritis dan eksperimen

NO	Prediksi Rumus Molekul	%N	
		Teoritis	Percobaan
1.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2](\text{Cl})_2$	4,3243	5,1500
2.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2](\text{H}_2\text{O})\text{Cl}$	4,4409	5,1500
3.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2](\text{H}_2\text{O})_2$	4,5639	5,1500
4.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2]$	4,8484	5,1500
5.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_4(\text{H}_2\text{O})]$	5,0473	5,1500
6.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_4]$	5,1305	5,1500
7.	$[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$	5,1399	5,1500

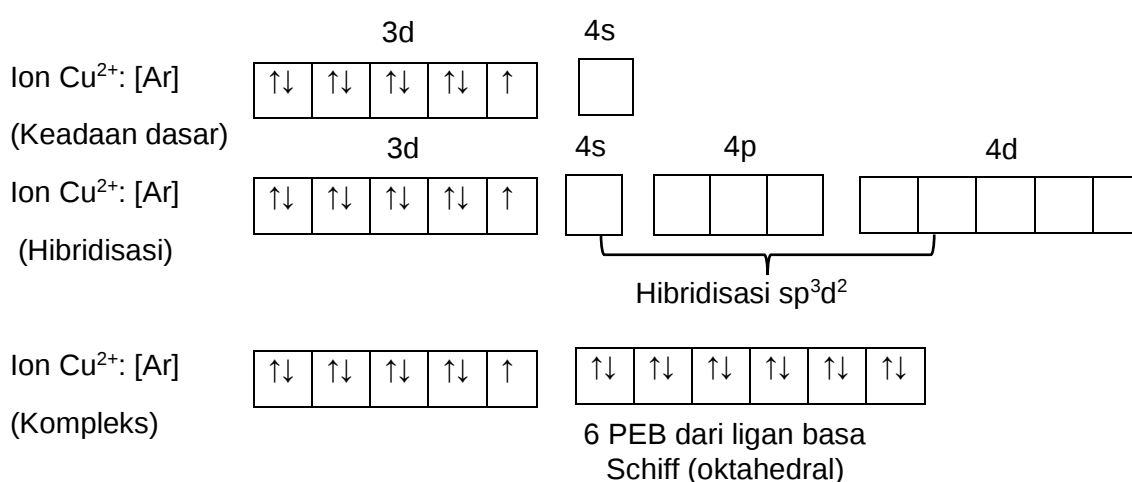
Produk sintesis menghasilkan persentase percobaan atom N sebesar 5,1500% sedangkan persentase teoritis atom N pada rumus molekul $[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$ sebesar 5,1399%. Hal ini mengindikasikan bahwa rumus molekul dari produk sintesis adalah $[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$.

4.4.5 Prediksi Struktur Senyawa Kompleks

Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan FTIR, UV-Vis, AAS, dan analisis unsur N, kompleks Cu(II)-basa Schiff yang terbentuk memiliki struktur geometri oktahedral dengan rumus molekul $[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$ yang dapat dilihat pada Gambar 4.15. Hal ini mengindikasikan bahwa ion logam Cu(II) bertindak sebagai asam Lewis yang menerima pasangan elektron bebas, terkoordinasi dengan molekul ligan basa Schiff yang bertindak sebagai basa Lewis melalui atom N pada gugus imina dan atom O pada gugus fenol. Adanya atom donor, seperti Nitrogen atau Oksigen pada ligan basa Schiff memungkinkan ligan ini mampu bertindak sebagai ligan monodentat, bidentat, dan polidentat pada satu atom pusat atau lebih (Khaidir, dkk., 2018).

**Gambar 4.15** Dugaan struktur senyawa kompleks $[\text{Cu}(\text{II})(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$

Hal ini seperti penelitian Al-Hashemi dkk. (2010) yang telah mensintesis basa Schiff 2-2'-dimethyl-4,4'-bithiazhole isophthalate dengan garam logam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang menunjukkan bahwa ligan dapat berikatan dengan logam pusat secara monodentat dan bidentat. Pada Konfigurasi elektron $[\text{Ar}] 3d^9$ ion logam $\text{Cu}(\text{II})$ memiliki orbital d kosong yang dapat diisi oleh PEB dari ligan sebagai halnya ditunjukkan pada Gambar 4.17. Hal ini memungkinkan terjadinya hibridisasi senyawa kompleks $\text{Cu}(\text{II})$ ketika berinteraksi dengan ligan kuat maupun lemah yaitu sp^3d^2 dengan geometri berupa oktahedral. Selain itu, penelitian Ladarama (2022) telah mensintesis kompleks basa Schiff 2-Metoksi-6((fenilimino)metil)fenol dengan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ menunjukkan bahwa kompleks basa Schiff- $\text{Cu}(\text{II})$ memiliki struktur geometri oktahedral. Bengi dkk. (2022) juga telah mensintesis ligan basa Schiff 2-((4-hidroksifenilimino)metil-6-metoksifenol dengan garam logam $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang menunjukkan bahwa kompleks basa Schiff- $\text{Cu}(\text{II})$ memiliki geometri oktahedral.



Gambar 4.16 Hibridisasi molekul senyawa kompleks $\text{Cu}(\text{II})$

4.5 Manfaat Logam Cu dan Senyawa Kompleks Basa Schiff Menggunakan Metode Penggerusan dalam Perspektif Islam

Allah SWT berfirman dalam Q.S Al-Kahfi ayat 96:

ءَاتُونِي زُبَرَ الْحَدِيدِ ۖ حَتَّىٰ إِذَا سَاوَىٰ بَيْنَ الصَّدَفَيْنِ قَالَ أَنفُخُوا ۖ حَتَّىٰ إِذَا جَعَلَهُ نَارًا قَالَ ءَاتُونِي أُفْرِغْ عَلَيْهِ قِطْرًا

Artinya : Berilah aku potongan-potongan besi”. Hingga Ketika (potongan besi) itu telah (terpasang) sama rata dengan kedua (puncak) gunung itu, dia (Dzulkarnain) berkata “Tiuplah (api itu)”. Ketika (besi) itu sudah menjadi (merah seperti) api, diapun berkata, “Berilah aku tembaga (yang mendidih) agar kutuangkan ke atasnya (besi panas itu)”.

Dalam perkembangannya, unsur logam dalam Al-Qur'an telah lama digunakan untuk kebermanfaatan bagi manusia sebagai bahan dasar yang kokoh, bahkan untuk membangun bangunan yang lebih baik dan senjata dalam peperangan. Dalam tafsir *Jalalayn*, Allah memberikan petunjuk jika tembaga dan besi bercampur maka dapat mencegah besi dari

korosi/karat. Hal tersebut merupakan *muamalah ma'a Allah* dimana bukti awal dari kecerdasan manusia dalam memanfaatkan sumber daya alam. Penemuan ini tidak hanya menunjukkan aspek ilmiah yang menarik dalam A-Qur'an, tetapi mendorong kita untuk merenungkan kebesaran Allah sebagai Pencipta segala sesuatu. Sebagaimana firman Allah Swt. Dalam Q.S Shaad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

"Kami tidak menciptakan langit dan bumi serta apa yang ada diantara keduanya secara sia-sia. Itulah anggapan orang-orang yang kufur karena (mereka akan masuk) neraka (Q.S Shaad: 27)"

Ayat di atas menjelaskan bahwa segala sesuatu yang diciptakan Allah Swt. Pasti mengandung hikmah dan rahasia yang berguna bagi kemaslahatan manusia segala ciptaan Allah akan mengandung sesuatu yang tidak sia-sia baik yang diketahui maupun yang tidak diketahui oleh manusia sendiri (Al-Maroghi, 1974). Allah menciptakan alam semesta ini dengan rapi, indah, teliti, dan harmonis. Hal ini menunjukkan bahwa Allah menciptakan secara tidak main-main, melainkan dengan arah dan tujuan yang benar (Shihab, 2009). Dalam tafsir Al-Qurthubi (2009) menjelaskan hikmah dari penciptaan alam semesta tak lain agar manusia beribadah dan selalu bersyukur kepada Allah Swt. sebagai realisasi dari iman dan taqwa.

Dalam bidangnya, senyawa kompleks basa Schiff memiliki potensi besar dalam berbagai bidang, termasuk pertanian, industri, dan biologi. Kemampuan senyawa kompleks Cu(II) 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dapat dimanfaatkan sebagai antikanker, antibakteri, dan antijamur. Sebagai umat manusia dalam *muamalah ma'a An-nas*, kita bertanggung jawab untuk memanfaatkan penemuan ini demi kemaslahatan bersama. Dengan demikian, kita tidak hanya mensyukuri nikmat Allah, tetapi juga menjalankan amanah di muka bumi. Sebagaimana Allah Swt. telah berfirman dalam surah al-A'raf ayat 56 yang berbunyi:

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

"Janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi setelah diatur dengan baik. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya Rahmat Allah sangat dekat dengan orang-orang yang berbuat baik (Q.S al-A'raf: 56)"

Dalam tafsir Jalalayn yang ditulis pada abad ke-15 oleh dua ulama besar yaitu Jalaluddin al-Mahalli dan Jalaluddin as-Suyuthi menggarisbawahi pentingnya menjaga keseimbangan alam, ayat di atas dijelaskan dengan tegas dalam *muamalah ma'a Alam*

bahwa Allah Swt. melarang kita melakukan tindakan yang merusak bumi. Larangan ini bertujuan agar kita dapat menjaga keseimbangan alam dan memastikan keberlangsungan hidup yang baik bagi seluruh makhluk hidup. Salah satu upaya untuk menjaga keseimbangan bumi yang disebutkan dalam tafsir tersebut adalah metode penggerusan. Metode penggerusan menerapkan aspek *green synthesis* yang dapat meminimalisir limbah berbahaya, ramah lingkungan, penggunaan pelarut yang ramah lingkungan, dan penggunaan sumber daya yang dapat diperbarui (Nadhifah, 2020).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol memiliki karakter fisik berbentuk serbuk, berwarna kuning kecoklatan dengan titik leleh 79-85 °C dan menghasilkan rendemen 97,92%. Uji sifat kimia menghasilkan ligan basa Schiff larut sempurna dalam NaOH 2M dan larut sebagian dalam akuades. Hasil karakterisasi FTIR menghasilkan serapan gugus C=N di daerah 1620 cm⁻¹. Hasil karakterisasi menggunakan GC-MS memperoleh puncak dengan ion molekuler (m/z) 257 kemurnian 100%.
2. Senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) pada variasi 30, 45, dan 60 menit memiliki karakter fisik berupa serbuk, berwarna hijau kekuningan, serta memiliki titik leleh pada *range* 90-93°C. Hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis menunjukkan adanya pergeseran hipsokromik dan munculnya transisi d-d pada panjang gelombang 587 dan 589 nm. Hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan adanya pergeseran pada serapan gugus imina (C=N) dari bilangan gelombang 1620 cm⁻¹ menjadi 1612 cm⁻¹, serapan lain juga muncul pada bilangan gelombang 455 cm⁻¹ (Cu-O) dan 532 cm⁻¹ (Cu-N). Karakterisasi senyawa kompleks pada variasi 30 menit menggunakan AAS menghasilkan kadar Cu sebesar 5,8336%. Karakterisasi atom nitrogen senyawa kompleks pada variasi 30 menit menggunakan metode Kjeldahl menghasilkan kadar N sebesar 5,1500%. Dengan prediksi rumus molekul [Cu(II)(C₁₅H₁₅NO₃)₂(C₁₅H₁₄NO₃)₂].

5.2 Saran

Sintesis senyawa kompleks ligan basa Schiff-Cu(II) menggunakan mortar agate. karakterisasi menggunakan metode Job's untuk menentukan perbandingan mol ligan dan logam sehingga mampu mendukung prediksi dugaan struktur pada senyawa kompleks, SEM-EDX untuk mengetahui persebaran unsur penyusun kompleks Cu(II) dengan ligan basa Schiff dan mengetahui perbandingan jumlah unsur untuk memperkuat penentuan struktur senyawa kompleks, XRD single kristal untuk mengetahui struktur pasti dari senyawa kompleks. Selain itu, perlu juga dilakukan uji bioaktivitas untuk mengetahui perbandingan potensi aktivitas pada ligan dengan senyawa kompleks basa Schiff. Seperti uji antibakteri, antifungi, antikanker dan lain sebagainya.

DAFTAR PUSTAKA

- Adawiyah, R. 2017. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina menggunakan Metode Penggerusan. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ado, I., Na'liya, J., Haleelu, M., M., Sani, S., Zayyan, R, S. 2022. Synthesis and Characterization of Bioactive Schiff Base Ligand Derived from 2-hydroxy-1-naphthaldehyde and 4-aminobenzonitrile and its Co(II), Ni(II) and Cu(II) Complexes. *International Research Journal of Pure & Applied Chemistry*.90760. ISSN: 2231-3443.
- Al-Maroghi, Ahmad Mustofa. 1974 *Terjemah Tfsir Al-Maroghi*. Semarang: Penerbit CV Toha Putra.
- Al-Qurthubi, Syaikh Imam. 2009. *Terjemah Tafsir Al-Jami'li Ahkaam Al-Qur'an*. Jakarta Pustaka Azzam.
- Amalia, D dan Fajri R. 2020. Analisis Kadar Nitrogen Dalam Pupuk Urea Prill dan Granule Menggunakan Metode Kjeldahl di PT Pupuk Iskandar Muda. *Jurnal Kimia Sains dan Terapan*. ISSN: 2716-0963. Vol. 2(1).
- Ashraf, M. A., Mahmoud K., dan Wajid A. 2011. Synthesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases. *IPCBEE*, 10: 1-7.
- Aspi, A. 2013. Analisis Data Spektrum Spektroskopi FT-IR untuk Menentukan Tingkat Oksidasi Polianilin. *Jurnal Prisma Fisika*. 1(2): 92-96.
- 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).
- Bhai, D., Girija, C. R., dan Reddy, R. 2014. Green Syntesis of Novel Schiff Bases Derived from 2,6 Diamino Pyridine Characerization and Biological Activity. *Journal of Advances in chemistry*, 10(5): 2705-2710.
- Boruah, J, J., Bhatt, Z, S., Nathani, C, R., Bambhaniya, V, J., Guha, A, K., Das, S, P. 2021. Green Synthesis of a Vanadium(V) Schiff Base Complex by Grinding Method: Study on its Catalytic and Anti-Bacterial Activity. *Journal of Coordination Chemistry*. Vol 74, No. 12, 2055-2068.
- Brodowska, K., dan Lodgya, E. 2014. Schiff Bases-Interesting Range of Applications in Various Fields of Science. *CHEMIK*, 68(2): 129-134.
- Cahyana, H and Pratiwi, P. Sintesis Ramah Lingkungan Senyawa Imina Turunan Vanilin dan 2-Hidroksi Asetofenon Serta Uji Aktivitas Biologi dan Antioksidan. *Original Article*.2015, 1, 47-58.
- Chasanah, U. C., Didik S.W., dan Nies S. M. 2015. Sintesis Elektrokimia Kompleks Cu(II)-Basa Schiff N-Benziliden Anilin dan Uji Aktivitas sebagai Antibakteri terhadap *Escherichia Coli* dan *Staphylococcus Aureus*. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 18(1).
- Chattopadhyay, S., Drew, M. G., & Ghosh, A. 2006. Synthesis, characterization, and anion selectivity of copper(II) complexes with a tetradentate Schiff base ligand. *ScienceDirect*, 4519-4525.

- Cotton, F. A.M wilkinson. G. 1984. *Kimia Anorganik Dasar*, (terjemahan). Jakarta: UI Press.
- Cotton, F.A. and Wilkinson, G. (1988) *Advanced Inorganic Chemistry*. 5th Edition, Wiley-Interscience, New York.
- Darmawan, R. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NAA dari Kaolin dan Metakaolin sebagai Adsorben Logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Timbal (Pb) pada Limbah Logam Laboratorium. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Darmono. 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: Penerbit UI Press.
- Effendy. 2013. *Perspektif Baru: Kimia Koordinasi Jilid 1 Edisi 2*. Malang: Indonesian Academic Publishing.
- Fahriyah, Lumatut D. 2021. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Schiff 2-Metoksi-6-(((4-Metoksifenil)Imino)Metil)Fenol. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Fessenden, R.J dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia organik edisi ketiga jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Gandjar, I.G., dan Rohman, A., 2012. Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Hermawati, A. T., Fajarwati, F. I., dan Widada, S. 2021. Analisis Kadar Nitrogen Total pada Pupuk Padat dengan Metode Kjeldahl di Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta. *ICJR (Indonesian Journal of Chemical Research)*. p. ISSN: 2354-9610. Vol. 6, No. 2, Hal. 80-91.
- Himaja, M., Poppy, D., dan Asif, K. 2011. Green Technique-Solvent Free Synthesis and It's Advantages. Review. *International Journal of Research in Ayurveda and Pharmacy*, 2 (4) 1079-1086.
- Ibnu, M. Sodik Ibnu, et al., 2005. *Kimia Analitik I*. Universitas Negeri Malang: Malang.
- Isfahani, Raniqul. 2021. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Kobalt (ii) dengan Ligan 2-Metoksi-6((fenilimino)metil)fenol. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Ispitasari, R dan Haryanti. 2022. Pengaruh Waktu Destilasi terhadap Ketepatan Uji Protein Kasar pada Metode Kjeldahl dalam Bahan Pakan Ternak Berprotein Tinggi. *Indonesian Journal of Laboratory*. Vol. 5(1), 39-43.
- Katsir, I. 2000. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Pustaka Imam Syafi'i.
- Khaidir, S, S., Bahron, H., Tajuddin, A. M., Ramasamy, K., 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 (3.11) 72-76.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Kustomo dan Zuhri, K. 2022. Analisis Metalurgi Menurut Ilmu Kimia dan Perspektif Al-Qur'an: Tinjauan Surat Al-Kahfi Ayat 96-97. e-ISSN 1535698808. Vol.4. pp 364-369.
- Lewis, R.J. Sr. 2007. *Hawley's condensed Chemical Dictionary 15th Edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc. NY, p. 84.

- Madaniyah, L. 2020. Uji Aktivitas Antioksidan pada Senyawa 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan 2- metoksi-6-(((4- metoksifenil)imino)metil)fenol dengan Metode DPPH. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Maila, W. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan P-Toluidin Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia* S.). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Martak F., Onggo D., Ismunandar and Nugroho A. 2018. Synthesis and Characterization of $[\text{Fe}(\text{picolinate})_3[\text{MnNi}(\text{Oxalate})_3].\text{CH}_3\text{OH}$ Polymeric Complex. *Indo J Chem*. 14 311-314.
- Martak F., Onggo D., Ismundar and Nugroho A. 2014 Synthesis and Characterization of $[\text{Fe}(\text{picolinate})_3[\text{MnNi}(\text{Oxalate})_3].\text{CH}_3\text{OH}$ Polymeric Complex. *Indo J Chem*. 14: 311-314.
- Maru, M., Shah, M.K. 2012. Transition Metal Complexes of 2-(substituted-1Hpyrazole-4-yl)-1H-benzo[d]imidazole: Synthesis and Characterization. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, Vol. 4, 1638-1643.
- Materazzi, S., Aquili, S., Kurdziel, K., Vecchio, S. 2007. *Biomimetic Polyimidazole Complexes: A Thermoanalytical Study of Co(II)-, Ni(II), and Cu(II)-bis(imidazole-2-yl)methane complexes*. *Thermochemica Acta*, No. 457, Hal. 7-10.
- Maurya, R. C., Patel, P., and Rajput, S. 2003. Synthesis and Characterization of N-(o-Vanillinidene)-panisidine and N,N'-bis(o-Vanillinidene)ethylenediamine and Their Metal Complexes. *Synthesis and Reactivity in Inorganic and Metal-Organic Chemistry*, 33:5, 817-836.
- McMurry, J. 2007. Organic Chemistry. New York: Baker Laboratory. Patil, S., Jadhav, S. D., and Shinde, S. K. 2012. CES as an Efficient Natural Acid Catalyst for Synthesis of Schiff Bases Under Solvent-Free Condition: An Innovative Green Approach. *Organik Chemistry International*, 1-5.
- Mounika, K., Anupama, B., Pragathi, J., dan Gyanakumari, C. 2010. Synthesis, characterization and biological activity of A Schiff bases derived from 3-ethoxy salicylaldehyde and 2-amino benzoic acid and it's transition metal complexes. *Journal of Science Research*, 2(3): 513-524.
- Mumtazah, L. K. 2024. Sintesis Hijau dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II) Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-Metoksifenil)Imino)Metil)Fenol Menggunakan Metode pada Variasi Waktu 10; 20; dan 30 Menit. *Skripsi*. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Nadhifah, Habibatun. 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*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Nadhiroh, Ainun. 2020. Uji Aktivitas Antioksidan dan Toksisitas Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis dari o-Vanilin dan p-Toluidina. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.

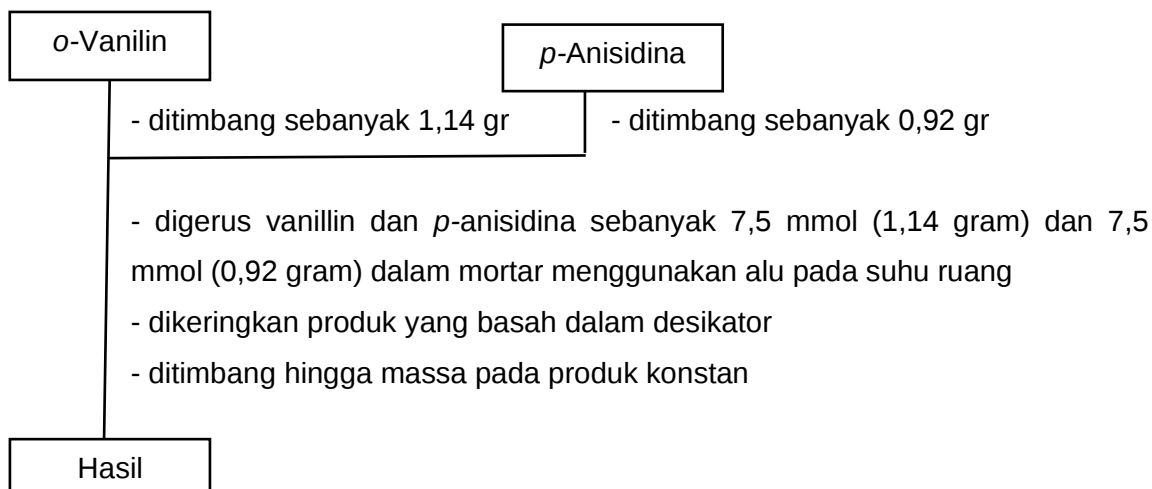
- Nair, M.S., dan Joseyphus, R.S. 2008. *Synthesis and characterization of Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II) complexes of tridentate Schiff base derived from vanillin and dl-aminobutyric acid*. *Spectrochimica Acta Part A* 70. 749– 753.
- Noviyanto, F., Tjiptasurasa, T., dan Utami, P.I. 2014. Ketoprofen, penetapan Kadarnya dalam Sediaan Gel dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Farmasi Indonesia*. 11(1) : 1-8.
- Nuriadi, N., Napitupulu. M., Rahman, N. 2013. Analisis Logam Tembaga Cu pada Buangan Limbah Tromol (tailing) Pertambangan Poboya. *Jurnal Akademika Kimia*.
- Oktavianti, Fatin. 2022. Uji Aktifitas Antioksidan dan Toksisitas senyawa basa Schiff hasil sintesis dari P-Anisidina dan O-Vanilin. *Undergraduate thesis*, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Owolabi, S. A. 2012. *Synthesis, Characterization and Antimicrobial Activity of Copper(II) Complexes of Some Hydroxybenzaldimines and Their of Derivatives*. Rhodes University. Department of Chemistry.
- Pavia, D.L., Lampman, G. M., Kriz, G.S 1979. *Introduction To Spectroscopy: A Guide For Student Of Organic Chemistry*. United states: W.B Saunders Co.
- Radha, V. P., Jone Kirubavathy, S., & 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(II), 246–258.
- Al-Hashemi R., Safari N., Amani V., and Khavasi H. R. 2010. Monomer and Cyclic Tetramer Of Copper(II) Complexes: Synthesis, Characterization and Crystal Structure Determination Of [Cu(dm4bt)Cl(Hipht)] and [{Cu(dm4bt)(H₂O)(ipht)}₄.2H₂O]. *Journal Plyhedron*, 2409-2416.
- Rahayu, N. R. 2021. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-[(4-Metilfenilimino) Metil]-6 Metoksifenol. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Rahayu, N. R. 2021. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-[(4-Metilfenilimino)Metil]-6-Metoksi. *Skripsi*. Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Riana Trijan. 2010. Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Makrosiklik Poliaza Basa Schiff Dengan Reaktan Utama Tereftalaldehid Dan Dietilentriamina. FMIPA UI.
- Sam, N., M. A., Salam, M.A., Ahmad, F. B. dan Asaruddin, M. R. 2012. Synthesis, Spectral Characterization and Biological Activities of Organotin(IV) Complexes with Ortho-vanilin-2-hydrazinopyridine (VHP). *Open Journal of Inorganic Chemistry*, 2: 22-27.
- Sani S, and Siraj, T. 2021. Copper(II) and Zinc(II) Complexes Synthesized by Green Mechanochemical Method and their Antimicrobial Studies. *Communication in Physical Sciences*, 7(2): 73-81.
- Sani S., Kurawa, M, A., Siraj I, T. 2018. Solid State Synthesis, Spectroscopic and X-ray Studies of Cu(II) Schiff Base Complexes Derived from 2-Hydroxy-3-methoxybenzaldehyde and 1,3-Phenylenediamine. *ChemSearch Journal* 9(1): 76-82.

- Saranya, J., dan Lakshmi, S. S. 2015. In vitro antioxidant, antimicrobial and larvicidal studies of schiff base transition metal complexes. *Journal Chemical and Pharmaceutical Research*, 7 (4), 180-181.
- Scorates, G. 2001. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies, Table and Charts, Third Edition*. Singapore: John Wiley & Sons, Ltd.
- Sebastian, O. Dan Thapa, A., 2015. Schiff Base metal complexes of Ni, Pd and Cu. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7 (10): 953-963.
- Sembiring, Z., Kiswandono A.A. 2013. Senyawa kompleks Fe(II)-Basa Schiff: Sintesis Karakterisasi Spektroskopi dan Studi Termal. *Jurnal*. FMIPA UNILA.
- Shihab, M. Quraish. 2009. *Tafsir Al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an Jilid 2, hlm. 371*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an Vol.11*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shriver, D.F and P.W. Atkins. 1940. *Shriver and Atkins Inorganic Chemistry*. W.H freeman and Co., c2006. Newyork.p.822.
- Silverstain, Robert M., G. Clayton Bassler, Terence C. Morrill. 1991. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Universitas Michigan: Wiley.
- Skoog, A. D., F. James Holler, Stanley R. Crouch. 1998. *Principles Of Instrumental Analysis Sevent Edition*. USA: Cengage Learning.
- Stephenson, R.M. 2012. *Handbook of the Thermodynamic of Organik Compounds*. New York: Springer Science & Business Media.
- Sucipto, T. H. (2018). Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks dari Ion Logam Cu(II) dengan Ligan 2,4,5-Trifenilimidazol Sebagai Antikanker. *Tesis*. Departemen Kimia Institute Teknologi Sepuluh Nopember.
- Surur, Ahmad M. 2019. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidina dengan Pelarut Air menggunakan Metode Penggerusan. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Warono, D., & Syamsudin. 2013. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Ed ke-5. Konversi, 2(2), 57–65.
- Yernale, N.G., M.D. Udayagiri, B.H.M. Mruthyunjayaswamy. 2015. Mononuclear Metal (III) Schiff Base Complexes Derived from Thiazole and *o*-Vanillin Moieties: Synthesis, Characterization, Thermal Behavior and Biological Evaluation. *International Journal of Pharmaceutical Science Review and Research*. 31(1): 190-197.
- Zamrotin. 2022. Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antibakteri Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis dari O-Vanilin dan P-Anisidina Menggunakan Sonikasi dalam Media Air. *Skripsi*. Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Zhong, W, G Q Zhong, Y Zhang, and Q Zhong. 2012. Solvent-Free Synthesis and Characterization of the Zn (II) Complexes with Amino Acid Schiff Base. 456: 740–45.

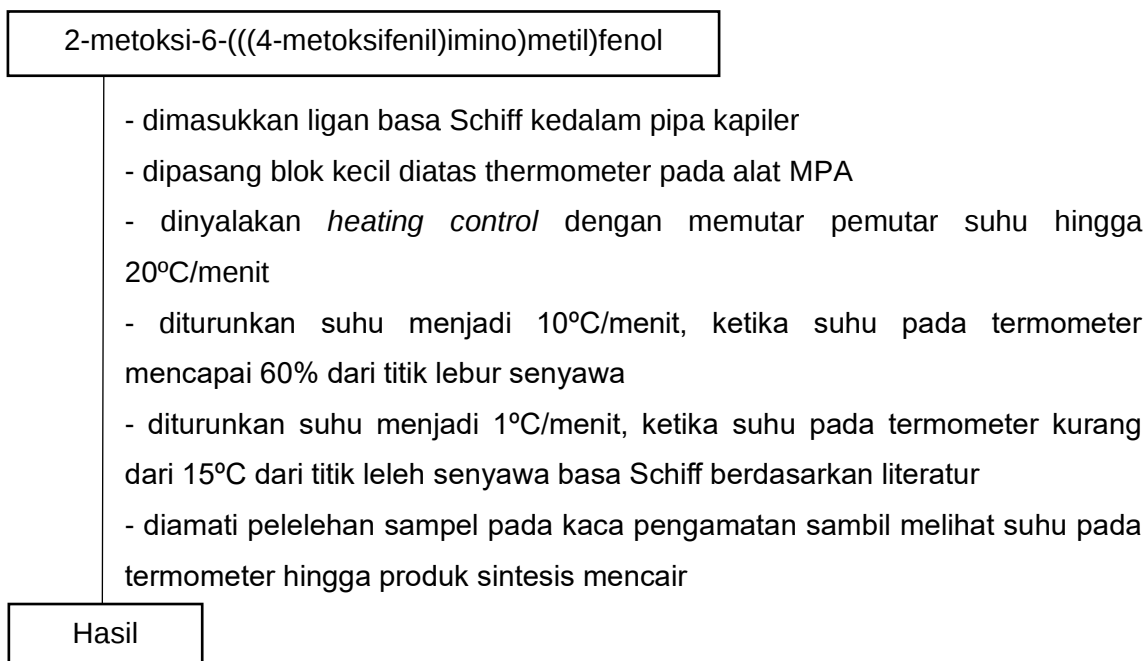
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

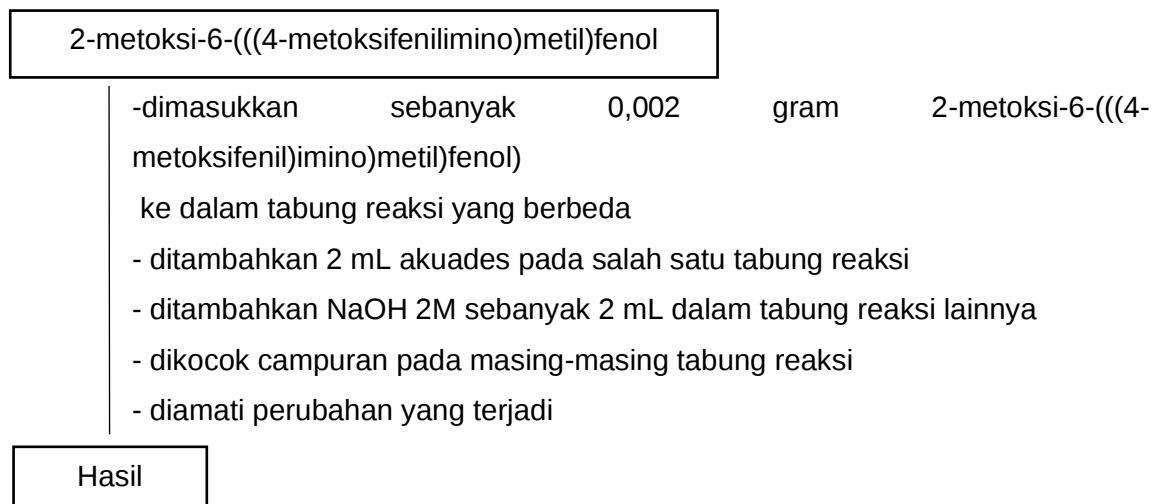
1.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Anisidina



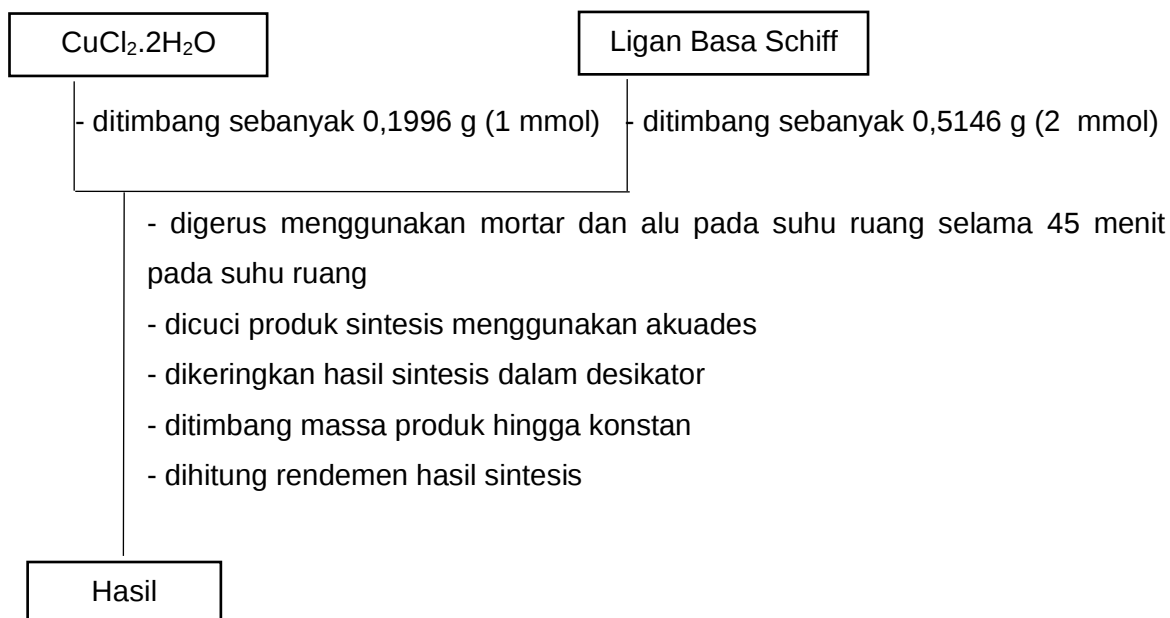
1.2 Uji Sifat Fisik Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol



1.3 Uji Sifat Kimia basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan menggunakan NaOH

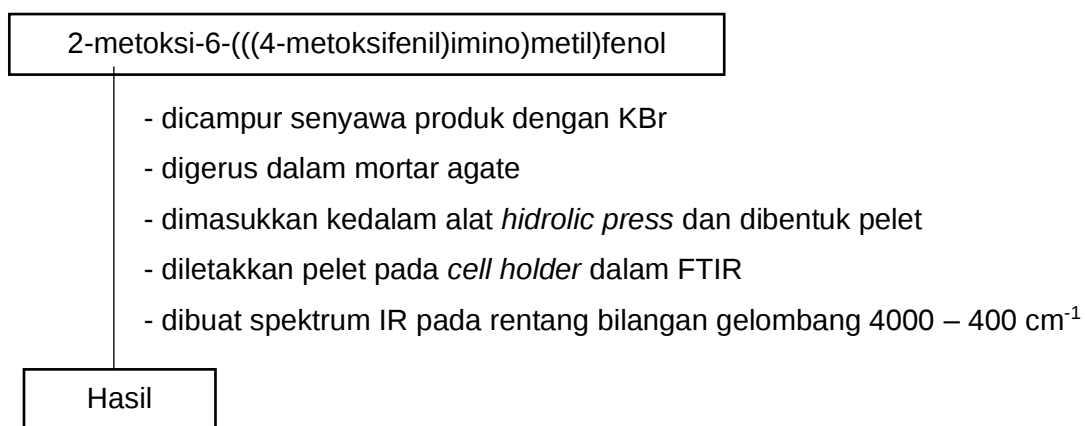


1.4 Sintesis Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2- Metoksi-6-(((4-metoksifenilimino)metil)fenol dengan Metode Grinding

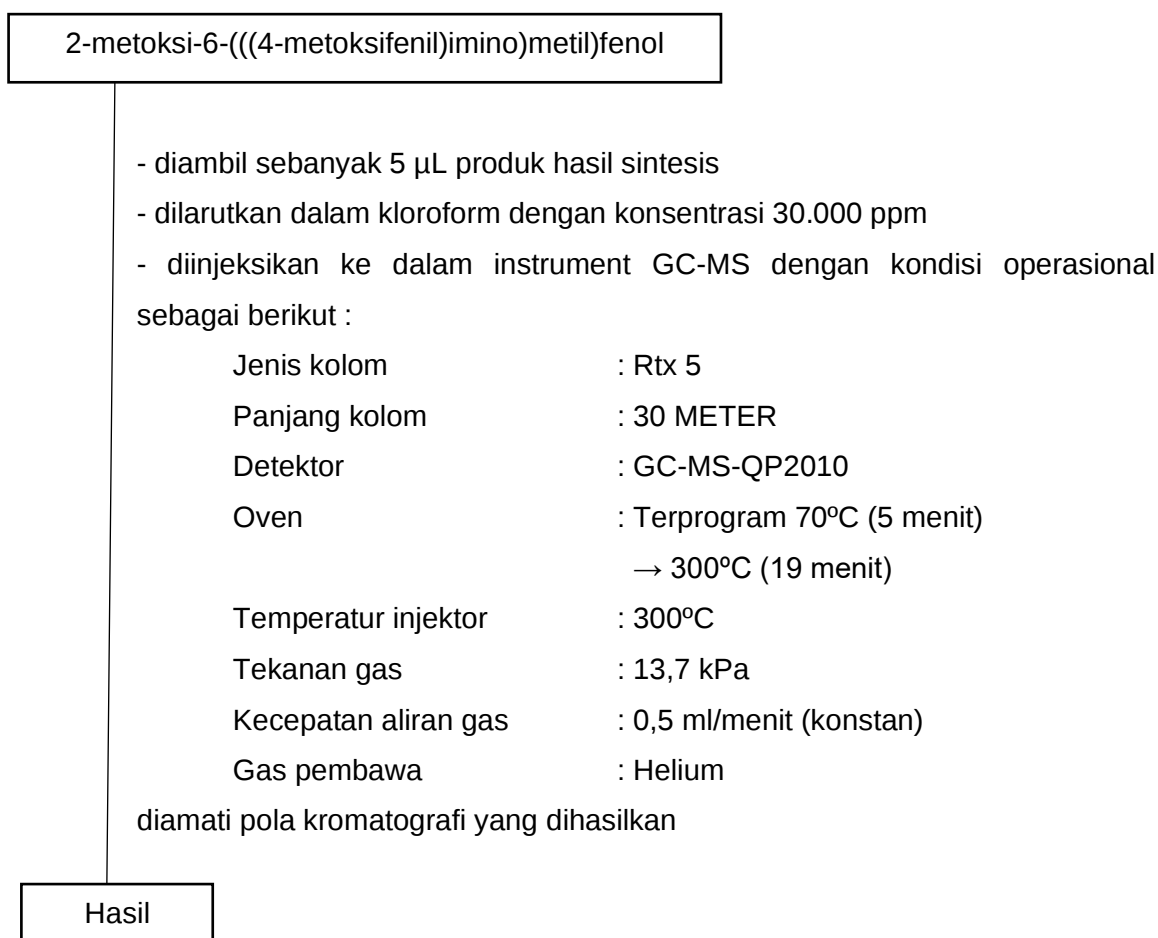


1.5 Karakterisasi Produk Sintesis

1.5.1 Karakterisasi 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan FTIR

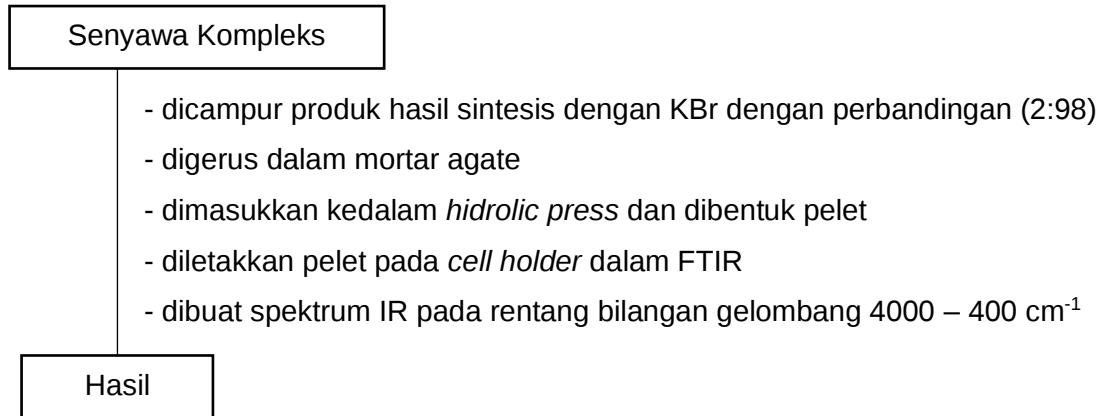


1.5.3 Karakterisasi 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan GC-SM

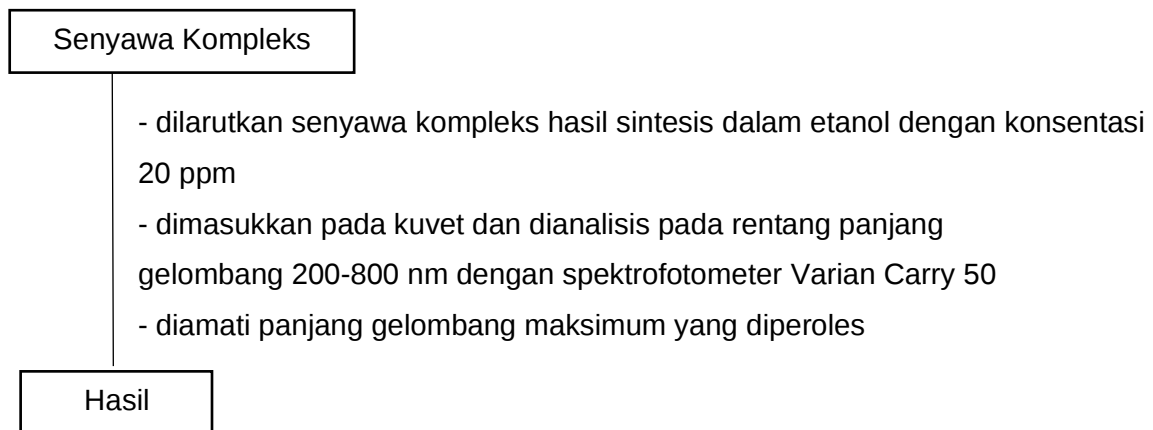


1.6 Karakterisasi Senyawa Kompleks

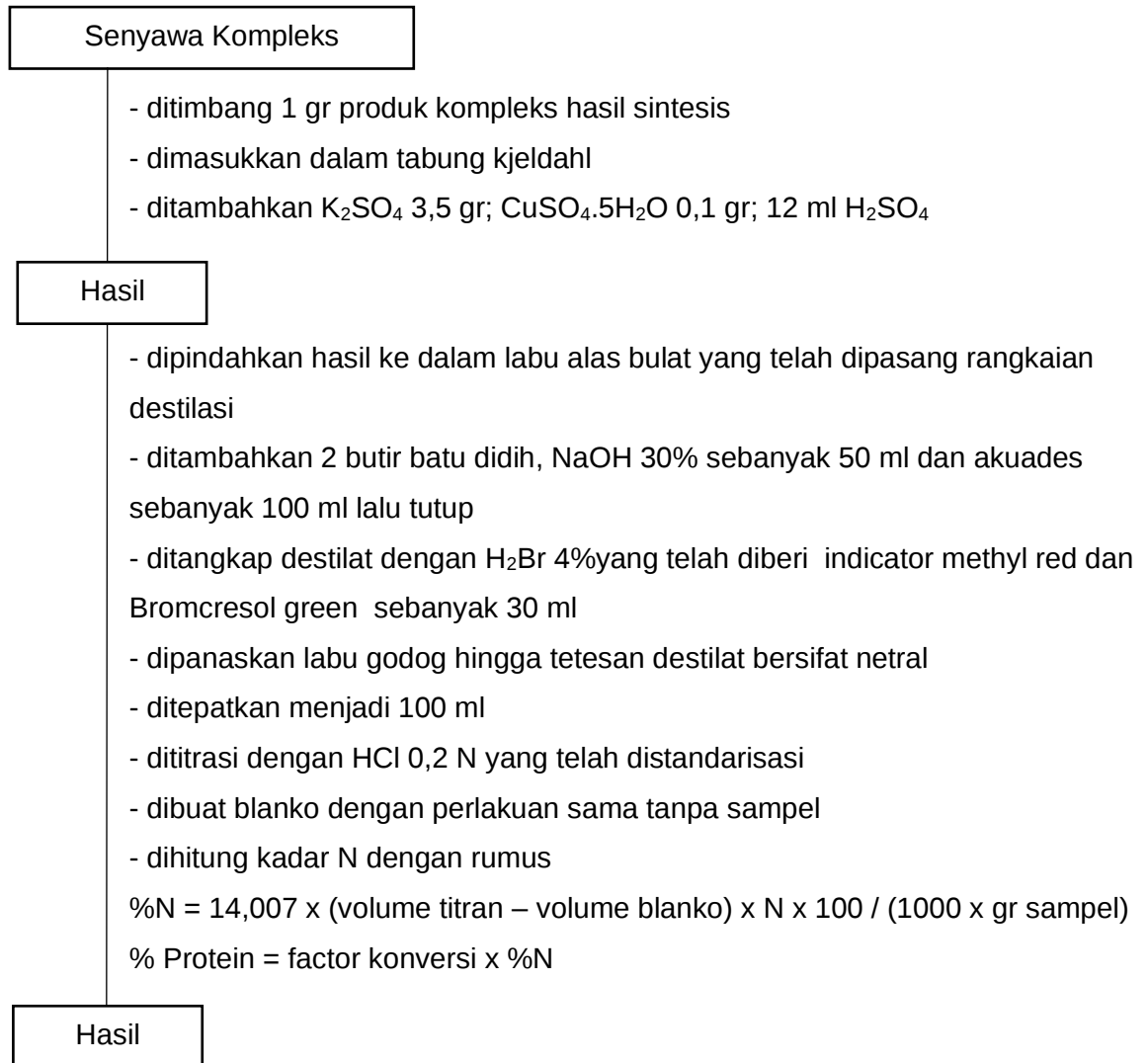
1.6.1 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan FTIR

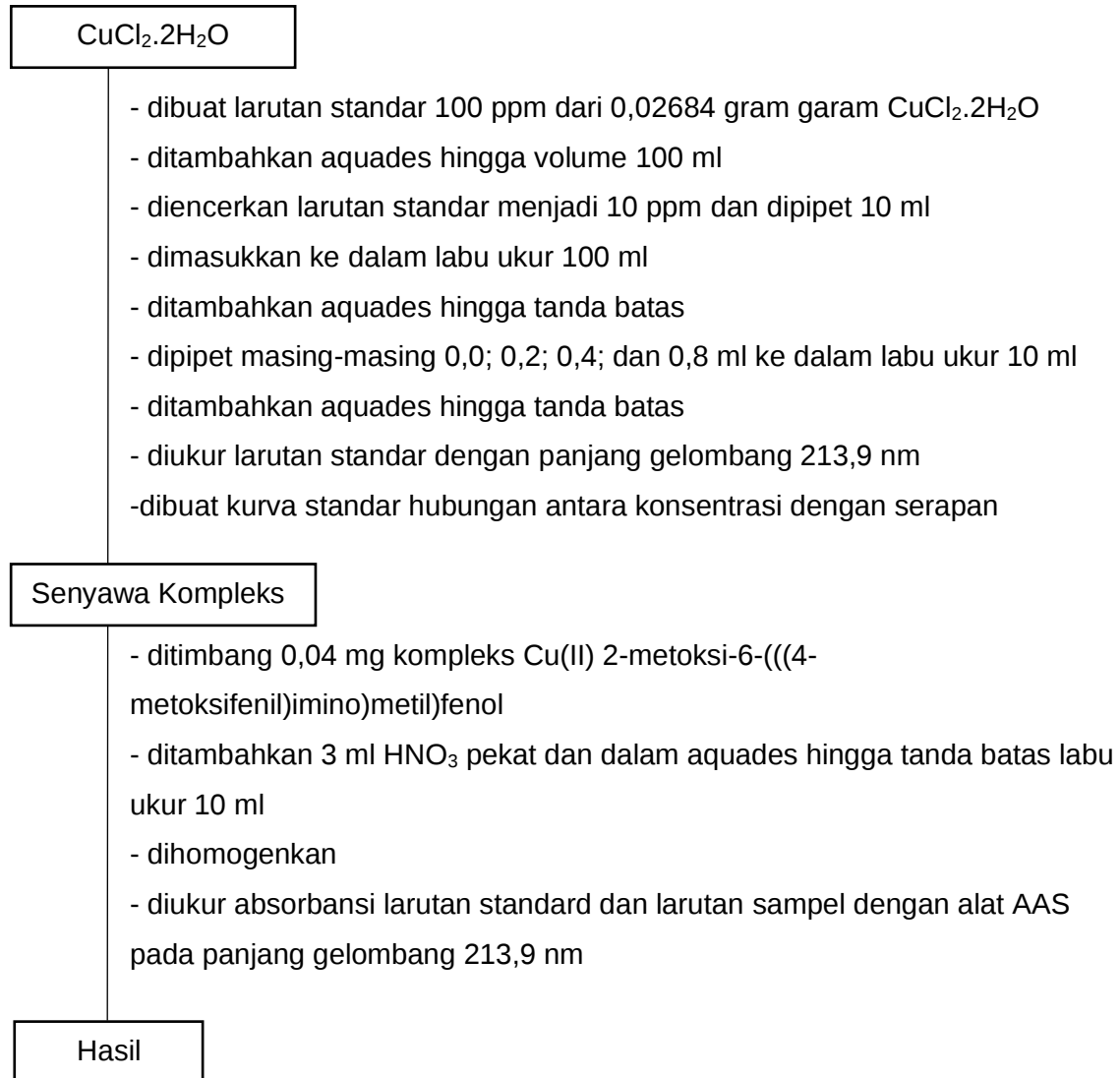


1.6.2 Karakterisasi Senyawa Kompleks menggunakan UV-Vis



1.6.3 Karakterisasi senyawa kompleks menggunakan Metode Kjeldahl



1.6.5 Karakterisasi senyawa kompleks menggunakan AAS

Lampiran 2. Perhitungan

L.2.1 Perhitungan Massa *o*-Vanilin 0,0075 mol yang digunakan (1)

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus Molekul} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{BM senyawa} &= 152,1473 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,0075 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0075 \text{ mol} \times 152,1473 \text{ g/mol} \\
 &= 1,1411 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang:

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

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

L.2.2 Penentuan Massa *p*-Anisidina 0,0075 mol yang digunakan (2)

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \\
 \text{BM senyawa} &= 123,1565 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,0075 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0075 \text{ mol} \times 123,1565 \text{ g/mol} \\
 &= 0,9237 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \frac{98 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \frac{98 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{0,9237 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{0,9237 \text{ g} \times 100 \text{ g}}{99 \text{ g}} \\
 &= 0,9425 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.2.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenilimino)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

L.2.4 Perhitungan Massa Ligan

Rumus molekul senyawa (3) = C₁₅H₁₅O₃N

BM senyawa = 257,28 g/mol

Jumlah mol = 0,002 mol

Massa Senyawa = mol x BM
 = 0,002 mol x 257,28 g/mol
 = 0,5146 g

L.2.5 Penentuan % Rendemen 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Massa produk eksperimen = 1,8891 g

Massa produk teoritis = 1,9297 g

% Rendemen = $\frac{1,8891 \text{ g}}{1,9297 \text{ g}} \times 100\%$
 = 97,8960%

L.2.6 Pengamatan Titik Leleh 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Ulangan	Titik leleh produk sintesis (°C)
1	78-84
2	79-84
3	79-86
Rata-rata	79-85

L.2.7 Pembuatan Lautan NaOH 2 M

Berat molekul = 40 g/mol

Molaritas = 2 M

Volume = 20 mL

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

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

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

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

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

L.2.8 Penentuan Massa $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

$$\text{Rumus molekul senyawa} = \text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{BM senyawa} = 169,5 \text{ g/mol}$$

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

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

$$= 0,001 \text{ mol} \times 169,5 \text{ g/mol}$$

$$= 0,1695 \text{ g}$$

L.2.10 Penentuan Massa Ligan 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

$$\text{Rumus molekul senyawa} = \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3$$

$$\text{BM senyawa} = 257,2917 \text{ g/mol}$$

$$\text{Jumlah mol} = 0,002 \text{ mol}$$

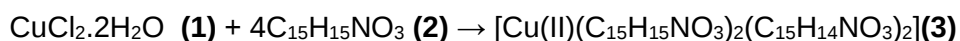
$$\text{Massa Senyawa} = \text{mol} \times \text{BM}$$

$$= 0,002 \text{ mol} \times 257,2917 \text{ g/mol}$$

$$= 0,5145 \text{ g}$$

L.2.11 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Kompleks Cu(II) -2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

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

$$\text{Rumus molekul senyawa} = [\text{Cu(II)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$$

$$\text{BM senyawa} = 1089,5 \text{ g/mol}$$

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

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

$$= 0,0005 \times 1089,5$$

$$= 0,5447 \text{ g}$$

▪ **Massa reaktan (sisa)**

$$\begin{aligned}\text{Massa CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0005 \text{ mol} \times 169,5 \text{ g/mol} \\ &= 0,0847 \text{ g}\end{aligned}$$

▪ **Massa produk eksperimen**

$$\begin{aligned}\text{Massa senyawa} &= \text{Massa produk eksperimen 30 menit} - \text{Massa CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,6449 \text{ g} - 0,0847 \text{ g} \\ &= 0,5602 \text{ g}\end{aligned}$$

▪ **% Rendemen produk sintesis variasi 30 menit**

$$\begin{aligned}\text{Massa produk eksperimen} &= 0,46 \text{ g} \\ \text{Massa produk teoritis} &= 0,54475 \text{ g} \\ \text{\% Rendemen} &= \frac{\text{massa produk eksperimen}}{\text{massa produk teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{0,5602 \text{ g}}{0,5447 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 102\%\end{aligned}$$

L.2.7 Pembuatan larutan Stock Cu 100 ppm 50 mL

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi stock Cu} &= 100 \text{ ppm} = 100 \text{ mg/L} \\ \text{Rumus molekul} &= \text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \\ \text{BM} &= 170,5 \text{ g/mol} \\ \text{Ar Cu} &= 63,5 \text{ g/mol} \\ 100 \text{ mg/L} &= \frac{63,5 \text{ g/mol}}{170,5 \text{ g/mol}} \times \text{massa sampel} \\ \text{Massa sampel} &= \frac{170,5 \text{ g/mol}}{63,5} \\ &= 268,50 \text{ mg/L} \\ &= 0,2685 \text{ g/L} \\ &= 0,02685 \text{ g/100 mL}\end{aligned}$$

L.2.8 Pengenceran Larutan Standar Cu 10 ppm 100 mL

- Konsentrasi larutan cuplikan = 4 ppm
= 4 mg/L
= 0,04 mg/10 mL

Sehingga dibutuhkan 0,004 mg Cu dalam 10 mL

$$\begin{aligned}V_1 \times M_2 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$V1 = 10 \text{ mL}$$

Pembuatan larutan standar 0, 2, 4, 6, dan 8 ppm:

- **0,0 ppm**

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

$$V1 \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 0 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0 \text{ mL}$$

- **2 ppm**

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

$$V1 \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 2 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,2 \text{ mL}$$

- **4 ppm**

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

$$V1 \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 4 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,4 \text{ mL}$$

- **6 ppm**

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

$$V1 \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 6 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,6 \text{ mL}$$

- **8 ppm**

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

$$V1 \times 100 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 0,8 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,8 \text{ mL}$$

L.2.9 Penentuan Kadar (%) Cu dalam Sampel Secara Teoritis

- $[\text{Cu(II)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_3)_2(\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NO}_3)_2]$

$$\% \text{ Cu} = \frac{63,5 \text{ g/mol}}{1089,5 \text{ g/mol}} \times 100\% = 5,8283 \%$$

L.2.10 Penentuan Kadar (%) Cu dalam Sampel Secara Eksperimen

Cuplikan	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi terbaca AAS (ppm)
30 menit	4	0,0685	0,635

Persamaan regresi linier:

$$y = ax + b$$

$$y = 0,08821x + 0,01251$$

- Konsentrasi cuplikan 30 menit

$$y = 0,08821x + 0,01251$$

$$0,0685 = 0,08821x + 0,01251$$

$$x = 0,6347 \text{ mg/L}$$

- [Cu(II)(C₁₅H₁₅NO₃)₂(C₁₅H₁₄NO₃)₂]

$$\text{Massa sampel terukur} = \frac{0,6347 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 1089,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,01 \text{L}}{63,5 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,1088 \text{ mg}$$

$$\text{Kadar (\%)} \text{ Cu dalam sampel} = \frac{0,6347 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,01 \text{L}}{0,1088 \text{ mg}} \times 100\%$$

$$= 5,8336 \%$$

L.2.11 Penentuan Kadar (%) N dalam Sampel Senyawa Kompleks

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

Sampel	N (%)
Variasi 30 menit	5,15

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

- [Cu(II)(C₁₅H₁₅NO₃)₂(C₁₅H₁₄NO₃)₂]

$$\% \text{ N} = \frac{4 \times 14 \text{ g/mol}}{1091,5 \text{ g/mol}} \times 100\%$$

$$= 5,1305 \%$$

Lampiran 3. Dokumentasi

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



Penimbangan o-vanilin



Penimbangan *p*-anisidina



Hasil sintesis ligan basa Schiff

L.3.2 Uji Titik Leleh Senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan MPA



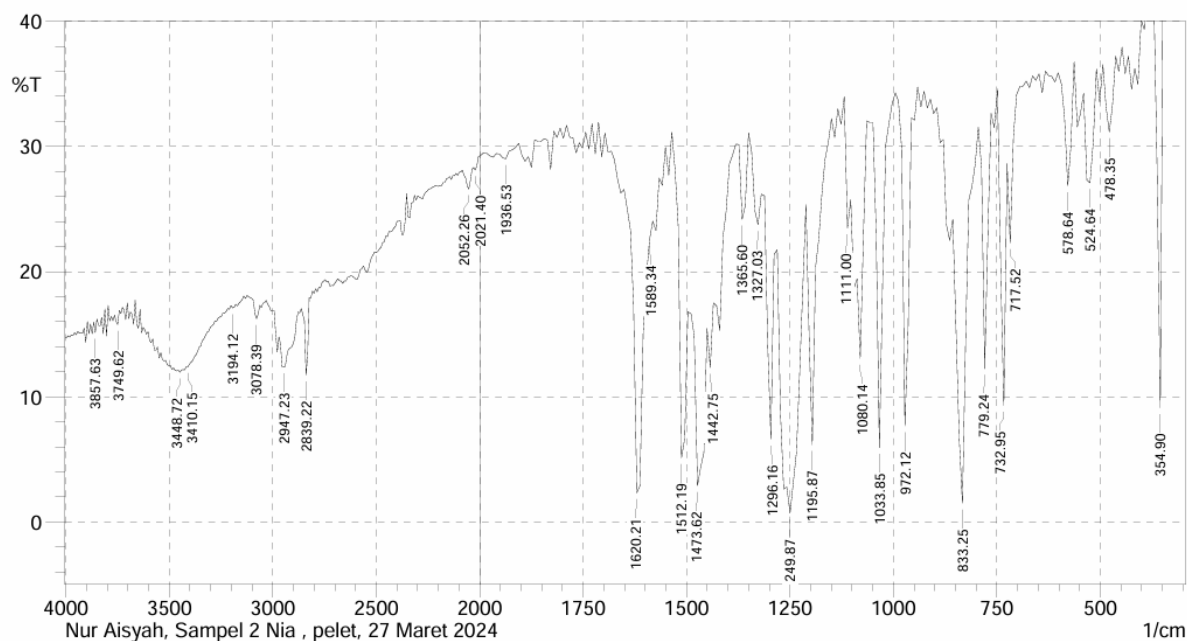
L.3.3 Uji Kelarutan Senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan Larutan Akuades dan NaOH 2M



L.3.4 Karakterisasi Senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan FTIR



Lab. Kimia Organik FMIPA UGM



L.3.5 Karakterisasi Senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol menggunakan GC-MS

➤ Hasil Analisa GC



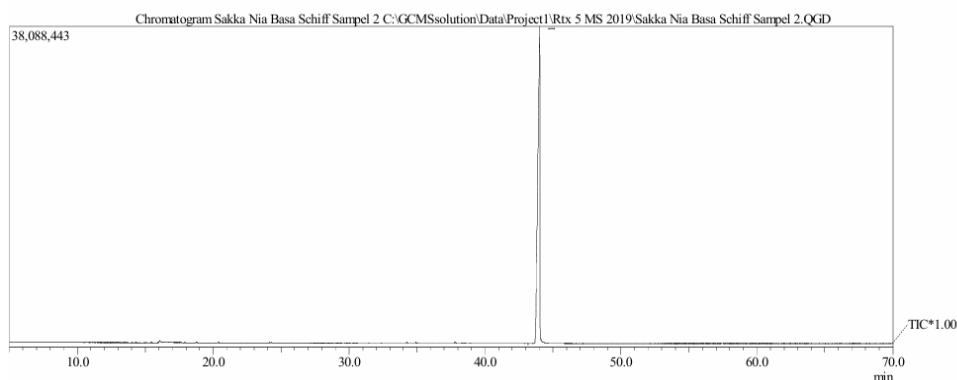
Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM

C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Sakka Nia Basa Schiff Sampel 2.QGD

5/29/2024

Sample Information

Analyzed by : Adnan
 Sample Name : Sakka Nia Basa Schiff Sampel 2
 Sample ID : 28052024 U02
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Sakka Nia Basa Schiff Sampel 2.QGD
 Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rtx 5 MS 2019\Organik baru 2021 Flash.qgm
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System1\Tuning Nov 29 2023.qgt



Peak Report TIC					
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Height
1	44.026	43.675	44.150	412983972	37319215
				412983972	37319215

➤ Hasil Analisa MS

Sample Information

Sakka Nia Basa Schiff Sampel 2
 C:\GCMSsolution\Data\Project\1\Rx 5 MS 2019\Sakka Nia Basa Schiff Sampel 2.QGD

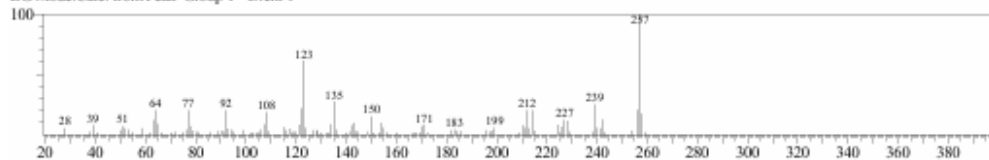
Library

<< Target >>

Line#:1 R.Time:44.025(Scan#:4900) MassPeaks:113

RawMode:Averaged 44.017-44.033(4899-4901) BasePeak:257.15(4366962)

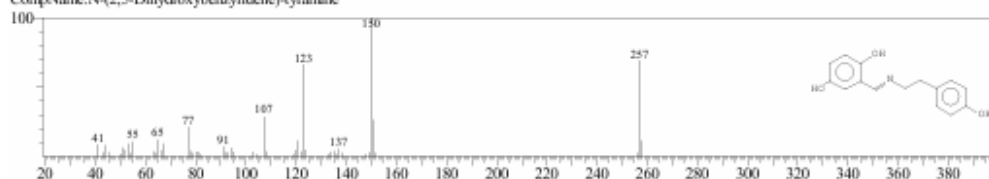
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:35323 Library:NIST62.LIB

SI:57 Formula:C15H15NO3 CAS:0-00-0 MolWeight:257 RetIndex:0

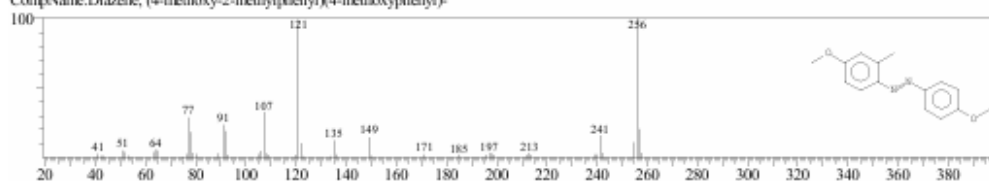
CompName:N-(2,5-Dihydroxybenzylidene)-tyramine



Hit#:2 Entry:35134 Library:NIST62.LIB

SI:57 Formula:C15H16N2O2 CAS:29418-53-9 MolWeight:256 RetIndex:0

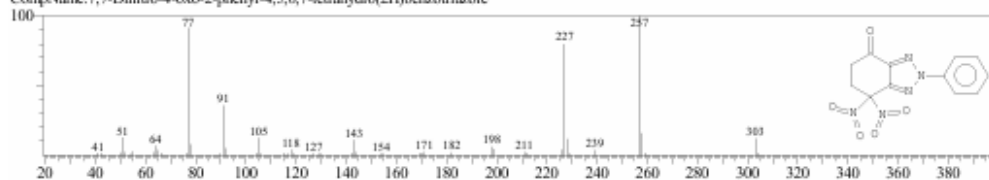
CompName:Diazene, (4-methoxy-2-methylphenyl)(4-methoxyphenyl)-



Hit#:3 Entry:43248 Library:NIST62.LIB

SI:53 Formula:C12H9N5O5 CAS:0-00-0 MolWeight:303 RetIndex:0

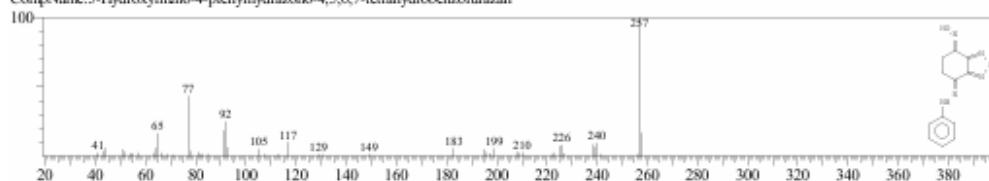
CompName:7,7-Dinitro-4-oxo-2-phenyl-4,5,6,7-tetrahydro(2H)benzotriazole



Hit#:4 Entry:35289 Library:NIST62.LIB

SI:52 Formula:C12H11N5O2 CAS:0-00-0 MolWeight:257 RetIndex:0

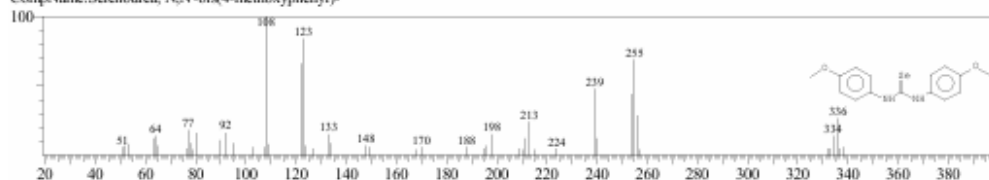
CompName:5-Hydroxyimino-4-phenylhydrazono-4,5,6,7-tetrahydrobenzofurazan



Hit#:5 Entry:47662 Library:NIST62.LIB

SI:51 Formula:C15H16N2O2Se CAS:16519-47-4 MolWeight:336 RetIndex:0

CompName:Selenourea, N,N'-bis(4-methoxyphenyl)-



L.3.6 Sintesis Senyawa Kompleks Cu(II)-basa Schiff



Pencampuran ligan basa Schiff dengan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$



Sintesis Kompleks basa Schiff-Cu(II)



Hasil sintesis variasi 30 menit



Hasil sintesis variasi 45 menit



Hasil sintesis variasi 60 menit

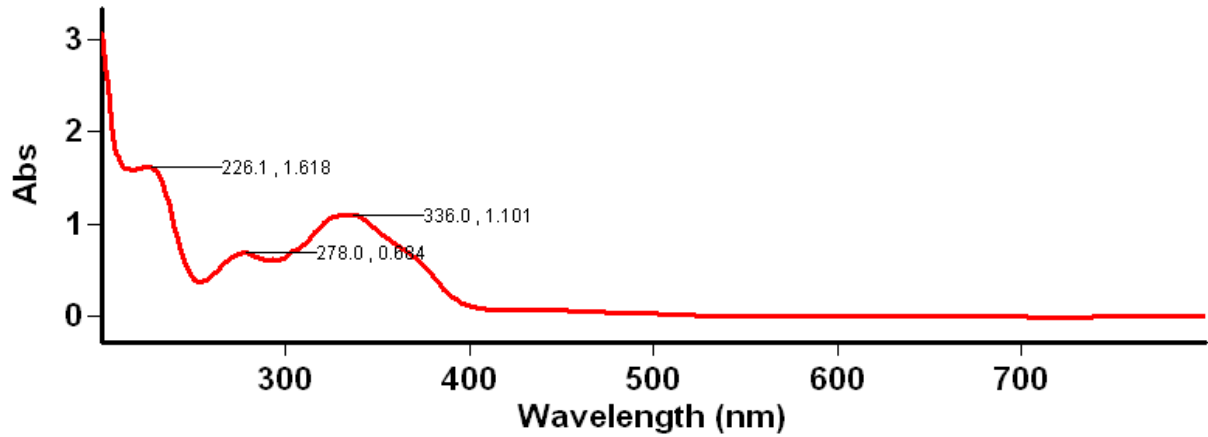


Hasil uji titik leleh

L.3.7 Karakterisasi Senyawa Kompleks

L.3.7.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

- Ligan basa Schiff



Scan Analysis Report

Report Time : Fri 31 May 02:37:21 PM 2024

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Zakka\Lamdha Maks BS Nia 4-1 (31-05-2024).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Basa Schiff

Collection Time

5/31/2024 2:37:25 PM

Peak Table

Peak Style

Peak Threshold

Range

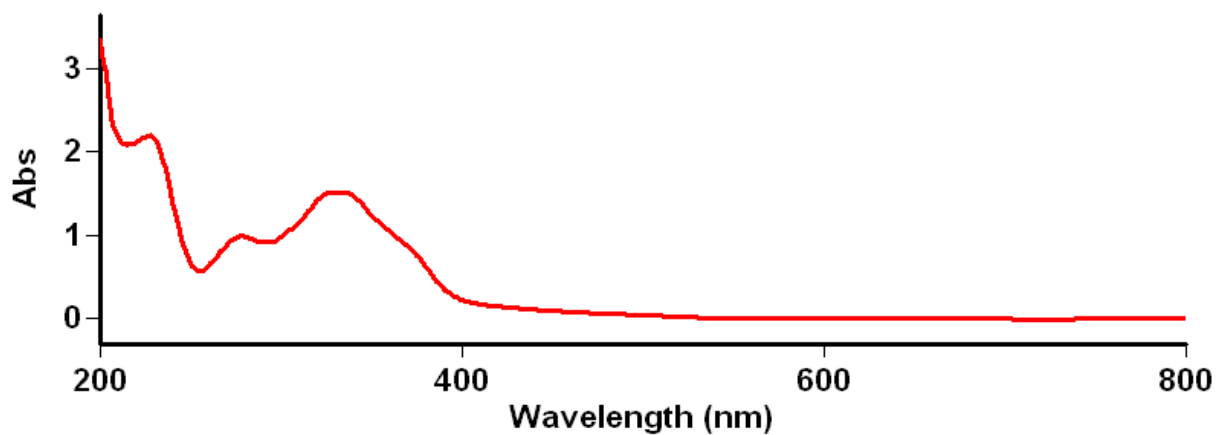
Peaks

0.0100

800.0nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
336.0	1.101
278.0	0.684
226.1	1.618

- Kompleks 30 menit



Scan Analysis Report

Report Time : Thu 29 Aug 10:19:55 AM 2024

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Zakka\Lamdha Maks Kompleks Cu 30 Menit (29-08-2024).DSW

Software version: 3.00 (339)

Operator: Rika

Sample Name: Komplek Cu 30 menit

Collection Time 8/29/2024 10:20:11 AM

Peak Table

Peak Style

Peaks

Peak Threshold

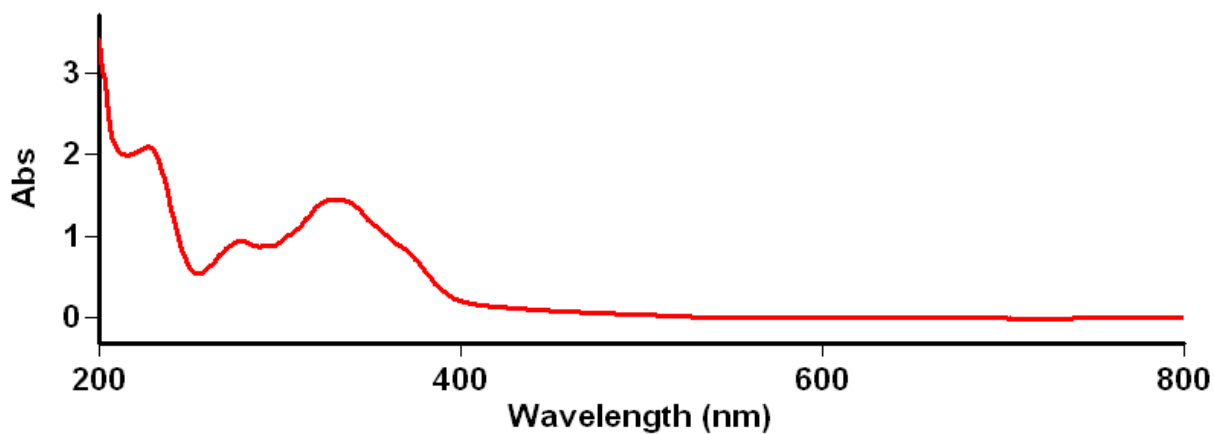
0.0100

Range

800.0nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
328.1	1.519
278.9	0.992
227.9	2.202

- Kompleks 45 menit**



Scan Analysis Report

Report Time : Thu 29 Aug 10:22:18 AM 2024

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Zakka\Lamdha Maks Kompleks Cu 45 menit Nia (29-08-2024).DSW

Software version: 3.00 (339)

Operator: Rika

Sample Name: Komplek Cu 45 menit

Collection Time 8/29/2024 10:22:23 AM

Peak Table

Peak Style

Peaks

Peak Threshold

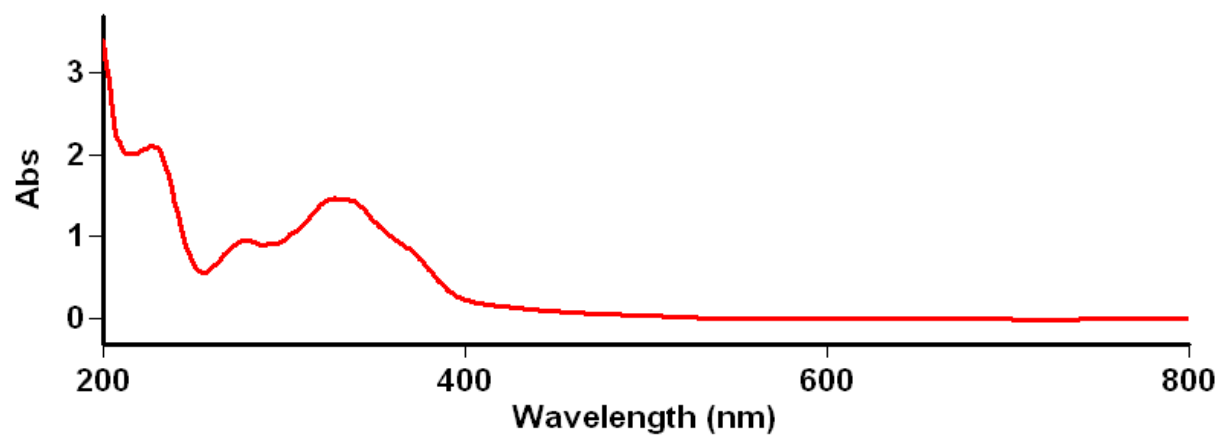
0.0100

Range

800.0nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
329.0	1.439
278.0	0.935
227.0	2.094

• Kompleks 60 menit



Scan Analysis Report

Report Time : Thu 29 Aug 10:24:23 AM 2024
Method:
Batch: D:\Mahasiswa On Going\Zakka\Lamdha Maks Kompleks Cu 60 menit Nia (29-08-2024).DSW
Software version: 3.00(339)
Operator: Rika

Sample Name: Komplek Cu 60 menit

Collection Time 8/29/2024 10:24:28 AM

Peak Table
Peak Style Peaks
Peak Threshold 0.0100
Range 800.0nm to 200.0nm

Wavelength (nm)	Abs
328.1	1.463
278.9	0.957
227.9	2.110

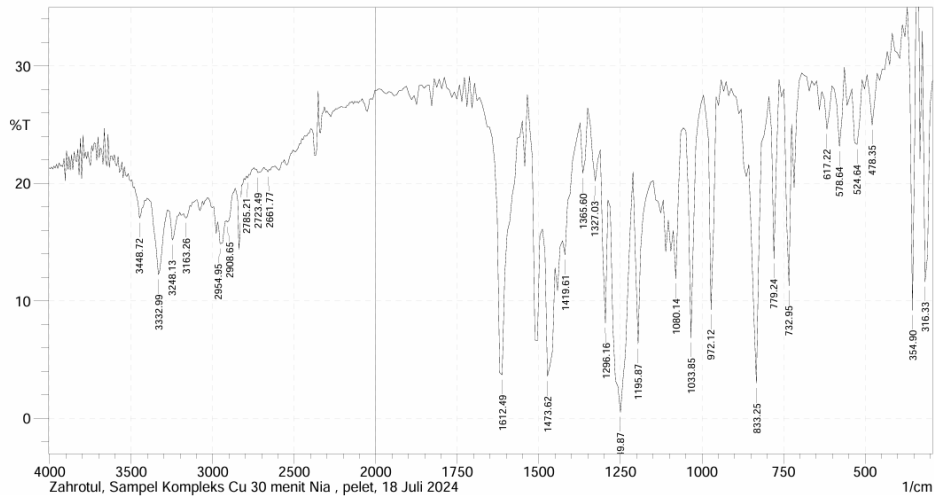
L.3.7.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

- Variasi 30 menit

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA UGM

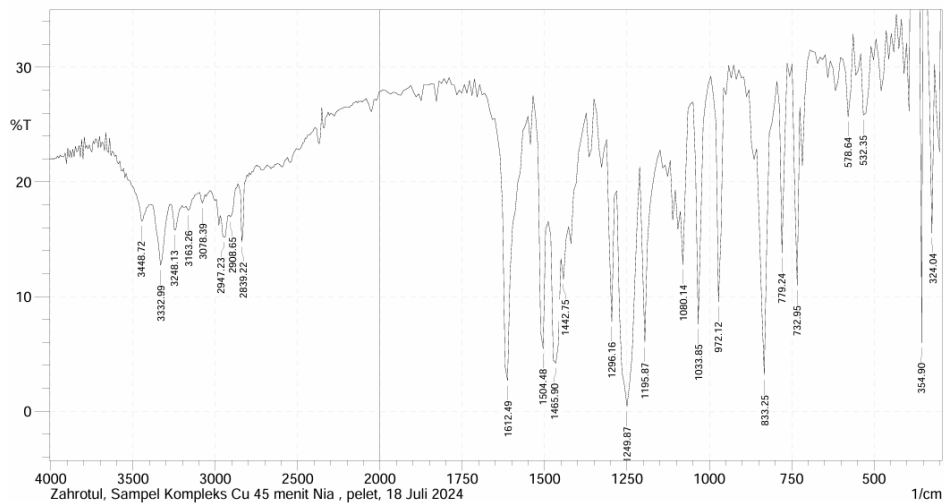


- 45 menit

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA UGM

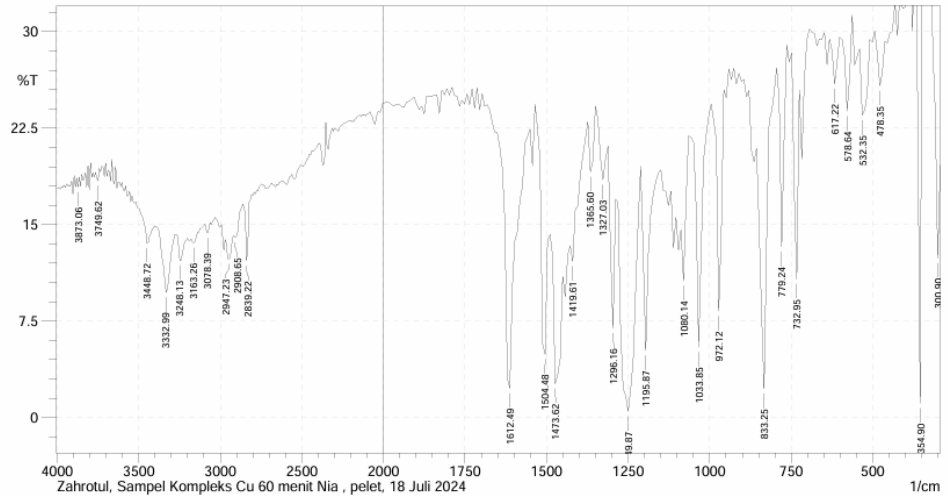


- 60 menit

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA UGM



L.3.7.3 Karakterisasi Senyawa Menggunakan AAS

SpectrAA Report.

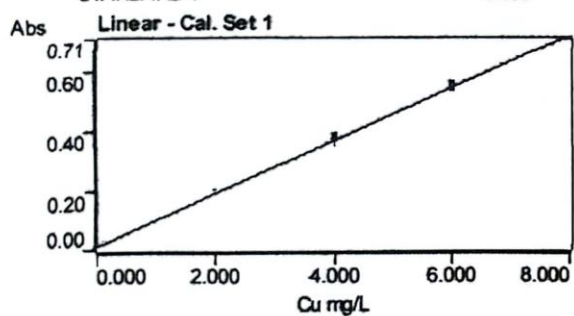
2:51 PM 8/1/2024

LABORATORIUM INSTRUMEN
JURUSAN KIMIA
UIN MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG

Analyst moh. taufiq
Date Started 1:56 PM 5/27/2024
Worksheet Nia
Comment kompleks Cu
Methods Cu
Computer name KIMIA-C4F298F75
Serial Number: EL07103453

Method: Cu (Flame)

Sample ID	Conc mg/L	Mean Abs
CAL ZERO	0.000	-0.0003
STANDARD 1	2.000	0.1987
STANDARD 2	4.000	0.3752
STANDARD 3	6.000	0.5441
STANDARD 4	8.000	0.7091



Curve Fit = Linear
Characteristic Conc = -0.092 mg/L
r = 0.9993
Calculated Conc = -0.145 2.111 4.111 6.026 7.897
Residuals = 0.145 -0.111 -0.111 -0.026 0.103

Abs = 0.08821 x C + 0.01251

std 4ppm	4.001	0.3655
kompleks Cu	0.635m	0.0685

L.3.7.4 Karakterisasi Atom Nitrogen menggunakan Metode Kjeldahl



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN

INSTITUT PERTANIAN BOGOR UNIT LABORATORIUM TERPADU

Akreditasi KAN No.LP-156-IDN: LK-326-IDN: LSP-020-IDN: LSHACCP-009-IDN: LSGMMP-009-IDN:PUP-038-IDN
Gedung Pascasarjana Wing Kimia Lantai Dasar, Kampus IPB Baranangsiang, Jl. Pajajaran Bogor 16129
Phone 0251-8323571 Website: <https://laborpadu.ipb.ac.id/> Email: laborpadu@ipb.ac.id

FR-20.2-LT-1.0	LABORATORY TEST REPORT	Page 2 of 2
----------------	-------------------------------	-------------

Certificate No.	: LT-10-24-1453	Sampling Date	: -
Laboratory No.	: BM/VIII/24/2956	Received Date	: 12-08-2024
Sample Matrix	: Powder Material	Finish Date	: 28-08-2024
Sample Id	: Kompleks Basa Schiff Cu (II)	Sampling	: Customer
Packaging	: Sealed Plastic Clip		

Parameter*	Result	Unit	Method
Total Nitrogen	5.15	%w/w	IK.LP-04.16-LT-1.0
REMARKS: *) Outside the scope of accreditation Laboratory is not responsible for the sampling process			

Certificate No.	: LT-10-24-1453	Sampling Date	: -
Laboratory No.	: BM/VIII/24/2957	Received Date	: 12-08-2024
Sample Matrix	: Powder Material	Finish Date	: 28-08-2024
Sample Id	: Kompleks Basa Schiff Zn (II)	Sampling	: Customer
Packaging	: Sealed Plastic Clip		

Parameter*	Result	Unit	Method
Total Nitrogen	4.10	%w/w	IK.LP-04.16-LT-1.0
REMARKS: *) Outside the scope of accreditation Laboratory is not responsible for the sampling process			

August 28, 2024
Head of Laboratory,

Dr. Mohammad Khotib, M.Si
NIP. 19781018 200701 1 002

