SINTESIS DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((TIAZOL-2-ILIMINO)METIL)FENOL

SKRIPSI

Oleh: WIDYA DHANA JUNIAR SUTANTI NIM. 210603110081



PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2025

SINTESIS DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((TIAZOL-2-ILIMINO)METIL)FENOL

SKRIPSI

Oleh: WIDYA DHANA JUNIAR SUTANTI NIM. 210603110081

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
2025

SINTESIS DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((TIAZOL-2-ILIMINO)METIL)FENOL

SKRIPSI

Oleh: **WIDYA DHANA JUNIAR SUTANTI** NIM. 210603110081

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji: Tanggal: 17 Juni 2025

Pembimbing I

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

Mubasyiroh, M.Pd.I NIP.19790502 202321 2 024

Mengetahui, ram Studi Kimia

Rachmawati Ningsih, M.Si

NIP.19810811 200801 2 010

SINTESIS DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((TIAZOL-2-ILIMINO)METIL)FENOL

SKRIPSI

Oleh: **WIDYA DHANA JUNIAR SUTANTI** NIM. 210603110081

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) **Tanggal: 17 Juni 2025**

Ketua Penguji

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

Anggota Penguji I

: Nur Aini, M.Si.

NIP. 19840608 201903 2 009

Anggota Penguji II : Ahmad Hanapi, M.Sc.

NIP. 19851225 202321 1 021

Anggota Penguji III : Mubasyiroh, M.Pd.I.

NIP. 19790502 202321 2 024

Mengesahkan,

Program Studi Kimia

1981081/1 200801 2 010

HALAMAN PERSEMBAHAN

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, karunia, kelancaran, dan kemudahan dalam setiap langkah perjalanan ini, hingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Dengan penuh rasa hormat dan cinta, karya ini kupersembahkan untuk kedua orang tuaku tercinta, yang telah menjadi sumber kekuatan terbesar dalam hidupku. Terima kasih atas segala doa, dukungan moral, dan materi yang tiada henti, serta cinta yang tulus tanpa syarat.

Ucapan terima kasih yang mendalam juga saya persembahkan kepada para dosen, khususnya dosen pembimbing, Bapak Ahmad Hanapi M.Sc dan Ibu Mubasyiroh M.Pd.I yang dengan tulus membagikan ilmu, memberikan bimbingan, dan senantiasa membukakan jalan dalam kelancaran penyusunan skripsi ini. Tak lupa, untuk teman-teman terdekat yang menjadi tempat bersandar, berbagi cerita, dan saling menguatkan dalam banyak hal—terima kasih karena telah menjadi bagian penting dalam perjalanan ini. Untuk teman-teman *Squad* Basa Schiff, terima kasih atas segala bantuan, kerja sama, dan dukungan dalam proses penelitian yang berjalan dengan sangat lancar berkat kalian.

Terakhir, untuk diriku sendiri—terima kasih telah bertahan sejauh ini. Terima kasih telah memilih untuk terus melangkah meskipun banyak rintangan dan rasa lelah yang menghampiri. Perjalanan ini bukan hanya tentang hasil, tetapi juga tentang keberanian untuk bertahan. Semoga setiap langkah yang telah dilalui menjadi pijakan untuk melangkah lebih jauh, dengan hati yang lebih kuat dan tekad yang tak pernah padam.

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Widya Dhana Juniar Sutanti

NIM : 210603110081

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Uji Antioksidan Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan

Basa Schiff 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)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,

Yang membuat pernyataan,

Widya Dhana Juniar Sutanti

NIM. 210603110081

MOTTO

"We don't create our future. We decide an action and create our daily habits, and then as an impact we build our future"

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat nikmat, dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan naskah skripsi yang berjudul "Sintesis dan Uji Antioksidan Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol". Shalawat serta salam semoga selalu tercurah limpahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menerangi dunia dengan cahaya iman dan Islam.

Penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang membantu proses penulisan proposal penelitian ini. Ucapan terima kasih ini, penulis sampaikan kepada:

- 1. Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 2. Ibu Prof. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 4. Bapak Hanapi, M.Sc dan ibu Mubasyiroh, M.Pd.I selaku dosen konsultan yang telah meluangkan waktu dan sabar dalam memberikan bimbingan, arahan, dan motivasi kepada penulis dalam penulisan proposal skripsi ini.
- 5. Ibu Dr. Akyunul Jannah, M.P selaku dosen wali yang telah memberikan pengarahan, nasihat, dan motivasi kepada penulis untuk selalu berusaha dan berdoa dalam menyelesaikan pendidikan ini.
- 6. Semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa materil maupun moril.

Penulis menyadari bahwa naskah seminar hasil ini masih jauh dari sempurna baik dari segi ilmu maupun susunan bahasa. Penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun dari berbagai pihak demi kesempurnaan naskah skripsi. Akhir kata penulis berharap semoga naskah seminar hasil ini dapat bermanfaat khususnya bagi penulis maupun pembaca. Terimakasih.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	
HALAMAN PERSEMBAHAN	
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	ix
MOTTO	
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	
DAFTAR TABEL	
DAFTAR GAMBAR	
DAFTAR LAMPIRAN	
ABSTRAK	
ABSTRACT	
مستحلص البحث	xxvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	
1.2 Rumusan Masalah	
1.3 Tujuan Penelitian	
1.4 Batasan Masalah	
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol	
2.2 Logam Tembaga (Cu(II))	
2.3 Kompleks Basa Schiff	
2.4 Sintesis Senyawa Kompleks Basa Schiff Menggunakan Metode Penggerusai	
2.5 Karakterisasi Senyawa Kompleks Basa Schiff	
2.6 Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff dengan Metode DPPH	
2.7 Sintesis Kompleks Basa Schiff dalam Prespektif Islam	
BAB III METODE PENELITIAN	19
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	
3.2 Alat dan Bahan	
3.3 Rancangan Penelitian	
3.4 Tahapan Penelitian	19
3.5 Cara Kerja	20
3.6 Analisis data	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Senyawa Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)fenol	25
4.2 Uji Sifat Kimia Produk Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)	
fenol	26
4.3 Karakterisasi Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)fenol	
Menggunakan Spektrofotometer FTIR	27
4.4 Karakterisasi Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol	
Menggunakan Spektrofotometer GC-MS	29
4.5 Sintesis Kompleks Tembaga (II) dengan Ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-	
ilimino)metil)fenol Menggunakan Metode Penggerusaan	
4.6 Karakterisasi Kompleks basa Schiff Menggunakan UV-Vis	
4.7 Karakterisasi Kompleks basa Schiff Menggunakan FTIR	
4.8 Penentuan Perbandingan Jumlah Ligan dan Logam Menggunakan Metode J	
4.9 Uji Antioksidan Senyawa Kompleks dengan Metode DPPH	
4.10 Keterkaitan Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam	42

BAB V PENUTUP	45
5.1 Kesimpulan	
5.2 Saran	
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Hasil spektra IR senyawa 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil) fenol (Imanudin,	
	2023)	6
Tabel 4.1	Hasil pengamatan fisik reaktan dan produk sintesis	.26
Tabel 4.2	Perbandingan serapan reaktan dan produk basa Schiff	28
Tabel 4.3	Hasil interpretasi spektra FTIR produk yang dibandingkan dengan penelitian	
	terdahulu	29
Tabel 4.4	Hasil karakterisasi GC-MS senyawa basa Schiff	29
Tabel 4.5	Hasil pengamatan sifat fisik reaktan dan produk hasil sintesis	34
Tabel 4.6	Perbandingan panjang gelombang maksimum ligan basa Schiff dan senyawa	
	kompleks	35
Tabel 4.7	Perbandingan serapan gugus fungsi ligan dan senyawa kompleks	37
Tabel 4.8	Hasil Interpretasi spektra FTIR ligan dengan kompleks dan dibandingkan	
	dengan penelitian terdahulu	37
Tabel 4.9	Nilai IC ₅₀ Ligan Basa Schiff, kompleks basa Schiff dan vitamin C	41

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Mekanisme reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil	i)
	fenol (Imanudin, 2023)	5
Gambar 2.2	Konfigurasi elektron Cu dan Cu ²⁺	6
Gambar 2.3	Hibridisasi Ligan kuad dan Lemah	7
Gambar 2.4	Hibridisasi sp ³ d ²	
Gambar 2.5	Klasifikasi Kekeras-lunakan asam basa (Abdelmohsen et al., 2017)	9
Gambar 2.6	Prediksi struktur senyawa kompleks (a) Kemungkinan 1; (b) Kemungkinan 2; (c) Kemungkinan 3	10
Gambar 2.7	Pemisahan term ² D kompleks oktahedral dengan ion d ⁹ pusat akibat distorsi	
	tetragonal (Effendy, 2007)	
Gambar 2.8	Specrta UV-Vis Awlope (2023)	
Gambar 2.9	Grafik Metode Job	15
Gambar 4.1	Mekanisme reaksi ligan basa Schiff 2-metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)fenol	
Gambar 4.2	Hasil kelarutan produk dengan aquades dan larutan NaOH 2M	
Gambar 4.3	I J	27
Gambar 4.4	(a) Hasil spektra FTIR produk sintesis (Safanah, 2023); (b) Hasil spektra FTIR	28
Gambar 4.5	Kromatogram produk hasil sintesis	30
Gambar 4.6	Hasil spektra massa senyawa hasil sintesis 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)	
		30
Gambar 4.7	Pola fragmentasi senyawa hasil sintesis 2-metoksi-6-((tiazol-2- ilimino) metil)fenol	33
Gambar 4.8	Perbandingan panjang gelombang maksimum ligan basa Schiff dan senyawa	
		35
Gambar 4.9	Perbandingan spektrum FTIR ligan dan senyawa kompleks	36
Gambar 4.10	Kurva metode Job	38
Gambar 4.11	Prediksi struktur berdasarkan hasil FTIR dan metode Job: (a) oktahedral	
	terdistorsi Cu(L) ₂ (Cl) ₂ (b) oktahedral terdistorsi [Cu(L) ₂ (H ₂ O) ₂].Cl ₂ (c)	
	oktahedral terdistorsi [Cu(L) ₂ (H ₂ O)(Cl)].Cl (d) [Cu(L) ₂].Cl ₂	39
Gambar 4.12	Spektra panjang gelombang maksimum DPPH	40

DAFTAR LAMPIRAN

L. 1 Rancangan Penelitian	
L. 2 Diagram Alir	
L. 3 Perhitungan	
L. 4 Hasil Karakterisasi	
L. 5 Data Hasil Uji Antioksidan	73
L. 6 Dokumentasi	
L. 7 Anggaran Penelitian	

ABSTRAK

Sutanti, W. D. J. 2025. Sintesis dan Uji Antioksidan Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc.; Pembimbing II: Mubasyiroh, M.Pd.I.

Kata Kunci: Ligan basa Schiff, kompleks Cu(II), penggerusan, karakterisasi, antioksidan.

Basa Schiff adalah senyawa yang dihasilkan dari reaksi kondensasi antara amina primer dengan gugus karbonil (aldehida atau keton). Melalui atom donor N dan O yang dimiliki basa Schiff atom tersebut dapat berkoordinasi dengan logam sehingga dapat digunakan sebagai ligan dan membentuk senyawa kompleks. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakter serta aktivitas antioksidan senyawa kompleks Cu (II) dengan basa Schiff dari o-vanilin dan 2-aminotiazol

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa kompleks Cu (II) dengan ligan basa Schiff dari o-vanilin dan 2-aminotiazol dan ion logam tembaga(II) berupa garam CuCl₂.2H₂O. Sintesis senyawa ligan basa Schiff dan kompleksnya dilakukan menggunakan metode penggerusan. Hasil sintesis basa Schiff diuji sifat fisik meliputi bentuk, warna, dan titik leleh. Sedangkan sifat kimia meliputi kelarutan dalam NaOH 2M dengan pembanding akuades. Karakterisasi senyawa ligan basa Schiff dilakukan menggunakan spektrofotmeter UV-Vis, FTIR, dan GCMS. Sedangkan untuk produk senyawa kompleks diuji sifat fisik meliputi bentuk, warna, dan titik leleh. Karakterisasi produk senyawa kompleks dilakukan menggunakan UV-Vis, FTIR, dan metode Job. Kemudian dilakukan uji antioksidan untuk senyawa kompleks dan ligan basa Schiffnya menggunakan metode DPPH.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol memiliki wujud padatan berwarna kuning dengan titik leleh 108–111°C dan larut dalam NaOH 2M. Karakterisasi FTIR menunjukkan serapan khas gugus C=N pada bilangan gelombang 1597 cm⁻¹, yang merupakan ciri senyawa basa Schiff. Karakterisasi menggunakan GC-MS menunjukkan ligan basa Schiff memiliki ion molekular sebesar m/z 234. Sementara itu, kompleks yang dihasilkan berbentuk padatan coklat kemerahan dengan titik leleh lebih tinggi, yaitu >134°C. Analisis UV-Vis menunjukkan puncak baru pada daerah *visible* yaitu pada panjang gelombang 455,67 nm yang terbentuknya kompleks. Hasil FTIR kompleks juga menunjukkan adanya puncak baru pada 493 cm⁻¹ (Cu-N) yang menandakan terbentuknya ikatan koordinasi antara Cu(II) dan ligan. Berdasarkan metode Job, diperoleh bahwa rasio ion Cu(II) dan ligan dalam kompleks adalah 1:2. Hasil uji antioksidan menunjukkan nilai IC₅₀ senyawa kompleks lebih baik dari ligannya.

ABSTRACT

Sutanti, W. D. J. 2025. Synthesis and Antioxidant Testing of Cu(II) Complex Compounds with Schiff Base 2-methoxy-6-((thiazol-2-ylimino)methyl)phenol. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi. M.Sc.; Supervisor II: Mubasyiroh, M.Pd.I.

Keywords: Schiff base ligand, Cu(II) complex, green synthesis, characterization, antioxidant.

Schiff bases are compounds formed through the condensation reaction between a primary amine and a carbonyl group (aldehyde or ketone). Due to the presence of donor atoms, nitrogen (N) and oxygen (O), Schiff bases can coordinate with metal ions, making them suitable as ligands for the formation of metal complexes. This study aims to determine the characteristics and antioxidant activity of the Cu(II) complex with a Schiff base derived from ovanillin and 2-aminothiazole.

In this research, the Cu(II) complex was synthesized using a Schiff base ligand derived from o-vanillin and 2-aminothiazole, with copper(II) ions provided in the form of $CuCI_2 \cdot 2H_2O$ salt. The synthesis of the Schiff base ligand and its complex was carried out using a grinding method. The physical properties of the synthesized Schiff base were examined, including its form, color, and melting point. Meanwhile, its chemical properties were evaluated based on solubility in 2M NaOH compared to distilled water. The characterization of the Schiff base ligand was performed using UV-Vis spectrophotometry, FTIR, and GC-MS. For the complex compound, its physical properties, including form, color, and melting point, were also examined. The characterization of the complex was conducted using UV-Vis, FTIR, and the Job's method. Furthermore, the antioxidant activity of both the Schiff base ligand and its complex was assessed using the DPPH method.

The research results showed that the Schiff base ligand 2-methoxy-6-((thiazol-2-ylimino)methyl)phenol is a yellow solid with a melting point of 108–111°C and is soluble in 2M NaOH. FTIR characterization exhibited a characteristic absorption band of the C=N group at 1597 cm⁻¹, which is typical of Schiff base compounds. GC-MS analysis indicated that the ligand has a molecular ion peak at m/z 234. Meanwhile, the resulting complex is a reddish-brown solid with a higher melting point, exceeding 134°C. UV-Vis analysis showed a new peak in the visible region at a wavelength of 455.67 nm, indicating the formation of the complex. The FTIR spectrum of the complex also revealed a new band at 493 cm⁻¹ (Cu–N), confirming the formation of a coordination bond between Cu(II) and the ligand. Based on the Job's method, the molar ratio of Cu(II) ion to the ligand in the complex was determined to be 1:2. Antioxidant activity tests showed that the IC50 value of the complex was better than that of the free ligand.

مستحلص البحث

سوتانتي، دبليو دي جيه 2025. تخليق واختبار مضادات الأُكسدة للمركبات المعقدة من النحاس الثنائي مع ربيطة قاعدة شيف 2-ميثوكسي-6-((ثيازول-2-إيليمينو)ميثيل)فينول. أُطرُوحَة. برنامج دراسة الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة إسلامية حكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المرشد .الأول: أحمد حنايي، ماجستير؛ المشرف الثاني: مباسيروه، عضو هيئة التدريس في كلية الشرطة

الكلمات الرئيسية:ربيطات قاعدة شيف، معقدات النحاس الثنائي، التخليق الأخضر، التوصيف، مضادات الأكمىدة.

قواعد شيف هي مركبات تنتج من تفاعل التكثيف بين الأمين الأولي ومجموعة الكربونيل (الألدهيد أو الكيتون). ومن خلال الذرات المانحة N و N الموجودة في قاعدة شيف، تستطيع هذه الدرات التنسيق مع المعدن بحيث يمكن استخدامها كربيطة وتكوين مركبات معقدة. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد طبيعة ونشاط مضادات الأكسدة لمركبات معقد النحاس (Cu(II) قواعد شيف من أو فانيلين و2-أمينوثيازول.

في هذه الدراسة تم تحضير مركبات معقدة من النحاس (Cu(II) ربيطات قواعد شيف من أيونات معدن أو فانيلين و2-أمينوثيازول و Cu(II) شكل ملح CuCl2.2H2O. تم تحضير مركبات ربيطات قواعد شيف ومعقداتها باستخدام طريقة الطحن. تم اختبار نتائج تركيب قاعدة شيف للخصائص الفيزيائية بما في ذلك الشكل واللون ونقطة الانصهار. وفي الوقت نفسه، تشمل الخصائص الكيميائية النوبان في MaOH مع الأكواد كمقارن. تم إجراء توصيف مركبات ربيطات قاعدة شيف باستخدام مطياف الأشعة فوق البنفسجية المرئية، وGCMS، و CCMS، وفي الوقت نفسه، بالنسبة للمنتجات المركبة المعقدة، يتم اختبار الخصائص الفيزيائية بما في ذلك الشكل واللون ونقطة الانصهار. تم إجراء توصيف المنتجات المركبة المعقدة باستخدام طرق UV-Vis و JOb. وبعد ذلك، تم إجراء اختبارات مضادات الأكسدة للمركبات المعقدة وربيطاتها ذات القاعدة شيف باستخدام طريقة DPPH.

وأظهرت نتائج الدراسة أن الربيطة الأساسية شيف 2-ميثوكسي-6-((ثيازول-2-إيليمينو)ميثيل)فينول عبارة عن مادة صلبة صفراء ذات نقطة انصهار تتراوح بين 111-108 درجة مئوية وقابلة للذوبان في 2 مولار من هيدروكسيد الصوديوم. تظهر خصائص FTIR الامتصاص النموذجي لمجموعة النصهار تتراوح بين 1598 سم أ، وهو ما يميز مركبات قاعدة شيف. يُظهر التوصيف باستخدام كروماتوغرافيا الغاز-مطياف الكتلة أن ربيطة قاعدة شيف تحتوي على أيون جزيئي 234 234 . وهو ما يميز مركبات قاعدة شيف. يُظهر التوصيف باستخدام كروماتوغرافيا الغاز-مطياف الكتلة أن ربيطة قاعدة شيف تحتوي على أيون جزيئي 234 234 . وفي الوقت نفسه، فإن المركب الناتج عبارة عن مادة صلبة بنية حمراء ذات نقطة انصهار أعلى، أي >134 درجة مئوية. وأظهر تحليل الأشعة فوق البنفسجية والمرئية تحولاً في الطول الموجي بعد تكوين المركب، أي من 338.37 نانومتر إلى 339.02 نانومتر ، ومن 585.02 نانومتر و 280.23 نانومتر و 585.07 نانومتر و 585.07 نانومتر و 280.25 نانومتر ما يدل على التفاعل بين الربيطة وأيونات المعدن. وتظهر نتائج FTIR للمركب أيضًا ذروة جديدة عند 493 سم (Cu-N) مما يشير إلى تكوين رابطة تنسيق بين كسين الربيطة وأيونات المعدن. وتظهر نتائج Cu(II) على أن نسبة أيونات (Cu(II) والربيطات في المركب هي 1:2.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Basa Schiff merupakan hasil kondensasi antara amina primer dengan senyawa karbonil. Secara struktural, basa Schiff ini dikenal sebagai imina atau azometina (–HC=N–), yang merupakan turunan dari aldehida atau keton, di mana gugus karbonil (C=O) pada aldehida atau keton digantikan oleh gugus imina atau azometina (Zamrotin, 2022). Senyawa basa Schiff merupakan senyawa yang memiliki banyak manfaat khususnya dibidang kesehatan. Para peneliti telah melakukan penelitian terhadap senyawa basa Schiff dan mendapatkan hasil senyawa ini berpotensi sebagai antibakteri, antifungal (Ashraf et al., 2011), antimalaria (Brodowska et al., 2014), antikanker (Sadia et al., 2021) dan juga sebagai antioksidan (Lemilemu et al., 2021).

Senyawa basa Schiff selain memiliki manfaat dalam bidang kesehatan senyawa ini juga dapat digunakan sebagai ligan untuk membentuk kompleks. Senyawa basa Schiff mampu menjadi ligan dikarenakan memiliki gugus azometina yang dapat bertindak sebagai ligan netral pada logam transisi, terutama dengan ion logam seperti Ni (II), Cu (II), Co (II), dan Fe (II) sebagai akseptor (Sembiring & Abadi Kiswandono, 2020). Ligan basa Schiff menunjukkan potensi besar untuk membentuk kompleks yang stabil dengan ion logam transisi, sehingga sering digunakan dalam proses kompleksasi ion logam. Kompleks ion logam basa Schiff memiliki aplikasi yang luas di berbagai bidang, terutama dalam bidang biologi dan kesehatan. Salah satu mekanisme yang mendasari pemanfaatannya adalah melalui teori khelat (*Chelation theory*). Efek ini menjadikan kompleks logam basa Schiff sebagai agen yang lebih potensial dalam pengembangan antikanker (Howsaui et al., 2021), antibiotik, antijamur, dan agen antimikroba lainnya dan dapat dibuktikan dari beberapa penelitian yang menunjukkan kompleks ion logam basa Schiff memiliki aktivitas yang lebih baik dibandingkan dengan liganya (Sinicropi et al., 2022).

Logam Cu(II) merupakan ion logam yang dapat membentuk ikatan koordinasi dengan ligan basa Schiff. Kompleks Cu(II) memiliki keunggulan yakni stabil terhadap udara dan kelembaban, serta memiliki tanda spektra yang informatif dan mudah diperoleh. Kompleks Cu(II) juga reaktif dalam larutan pada saat setelah pencampuran, menjadikannya berguna dalam berbagai reaksi kimia. Salah satu keunggulan utama kompleks Cu(II) adalah fleksibilitas stereokimia yang tinggi, karena dapat mengadopsi berbagai geometri koordinasi yang lebih luas dibandingkan ion transisi lainnya. Hal ini disebabkan oleh konfigurasi elektronik d⁹ yang aktif, di mana satu elektron tidak berpasangan menempati salah satu orbital d.

Ligan basa Schiff yang berikatan dengan logam Cu (II) menghasilkan kompleks yang memberikan aktivitas lebih baik jika dibandingkan dengan ligan basa Schiffnya maupun pada logam lainnya, terutama pada aktivitas antioksidan. Awolope et al. (2023) telah menguji aktivitas antioksidan dari kompleks basa Schiff dengan menggunakan beberapa ion logam salah satunya yaitu ion logam Cu (II). Ligan basa Schiff yang digunakan berasal dari hasil

sintesis antara ethane-1.2- diamine dengan 4-hydroxy3-methoxy benzaldehyde. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, didapatkan kompleks basa Schiff dengan ion logam Cu (II) memiliki nilai antioksidan lebih tinggi dibandingkan dengan ligannya dengan mendapatkan nilai IC₅₀ sebesar 3.24 ± 1.37 ppm sedangkan pada ligan basa Schiffnya mendapatkan nilai IC₅₀ sebesar 5.59 ± 1.16 ppm. Ejidike & Ajibade (2015) telah melakuakn penelitian antioksidan menggunakan metode DPPH pada senyawa kompleks basa Schiff dengan ligan yang digunakan berupa senyawa (3E)-3-[(2-{(E)-[1-(2,4-dihydroxyphenyl)ethylidene]amino}ethyl) Imino]-1-phenylbutan-1-one. Hasil yang didapatkan menunjukkan kompleks basa Schiff dengan logam Cu (II) memiliki aktivitas antioksidan lebih baik dibandingkan liganya dengan nilai IC₅₀ sebesar 2.08 \pm 0.47 μ M sedangkan nilai IC₅₀ pada ligan sebesar 4.24 \pm 1.23 μ M. Pada penelitian yang dilakukan oleh Sumalatha et al., (2020) memberikan hasil aktivitas antioksidan pada kompleks basa Schiff ion logam Cu (II) lebih tinggi dibandingnya dengan kompleks basa Schiff logam Co (II) maupun Ni (II). Ligan yang digunakan pada penelitian ini dihasilkan dari reaksi antara senyawa 4-(trifluoromethoxy)benzenamine dengan 5-Chloro salicylaldehyde. Aktivitas antioksidan pada kompleks basa Schiff ion logam Cu (II) mendapatkan nilai IC₅₀ sebesar 3.68 µM, sedangkan pada Co (II) mendapatkan nilai IC₅₀ sebesar 4.39 µM dan pada Ni (II) mendapatkan nilai IC₅₀ sebesar 7.05 µM. Semakin kecil nilai IC₅₀ maka semakin tinggi aktivitas antioksidannya. Ketiga penelitian tersebut telah membuktikan bahwasanya kompleks basa Schiff logam Cu (II) memiliki aktivitas antioksidan lebih tinggi dibandingkan dengan ligan basa Schiffnya dan juga jenis logam lainnya.

Metode *green synthesis* merupakan metode yang banyak dikembangkan oleh para peneliti karena sintesis ini lebih ramah lingkungan. Salah satu metode *green synthesis* adalah metode penggerusan. Metode penggerusan (*grinding method*) dalam sintesis kimia adalah teknik yang menggunakan energi mekanik dari gesekan atau benturan untuk menginduksi reaksi kimia, biasanya dengan menggunakan mortar dan pestel atau *ball mill* (Achar et al., 2017). Metode *green synthesis* memiliki beberapa keuntungan yaitu ramah lingkungan, murah, sederhana, aman serta mampu meminimalisir pencemaran lingkungan (Malipeddi et al., 2011). Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT yang tertuang pada surah A'raf ayat 56 yang berbunyi:

Artinya : "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 A'raf 7:56)

Berdasarkan tafsir al-Mishbah menjelaskan bahwa kerusakan merupakan bentuk pelampauan batas. Allah menciptakan alam dalam keadaan baik untuk kebutuhan makhluk, dan memerintahkan manusia untuk menjaganya. Para nabi diutus untuk memperbaiki kehidupan yang rusak, sehingga merusak kembali setelah diperbaiki adalah perbuatan yang lebih buruk, dan merusak hal yang masih baik pun tetap dilarang. Larangan ini mencakup

seluruh aspek kehidupan: hubungan sosial, kesehatan jasmani dan rohani, ekonomi, hingga lingkungan. Semua diciptakan Allah untuk dimanfaatkan demi kesejahteraan manusia, dengan tujuan utama untuk menyembah-Nya. Karena itu, manusia harus bertanggung jawab atas perbuatannya (Shihab, 2002a). Metode *green synthesis* ini merupakan salah satu usaha untuk menghindari terjadinya kerusakan lingkungan, hal ini dapat menjadi bentuk upaya untuk menjaga dan merawat bumi sesuai dengan firman Allah SWT pada ayat tersebut.

Berdasarkan penjelasan di atas, penelitian ini dilakukan untuk mensintesis kompleks basa Schiff dengan logam Cu (II) menggunakan metode penggerusan. Hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis), dan penentuan perbandingan jumlah ligan dan logam yang terikat dalam senyawa kompleks menggunakan metode variasi kontinu. Uji aktivitas antioksidan dilakukan menggunakan metode DPPH.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dari penelitian ini antara lain yaitu :

- 1. Bagaimana karakter senyawa kompleks basa Schiff yang disintesis dari ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan garam CuCl₂.2H₂O?.
- 2. Bagaimana aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff yang disintesis dari ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan garam CuCl₂.2H₂O?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini antara lain yaitu :

- 1. Mengetahui karakter produk sintesis senyawa kompleks basa Schiff yang disintesis dari ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan garam CuCl₂.2H₂O.
- 2. Mengetahui aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff yang disintesis dari ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan garam CuCl₂.2H₂O.

1.4 Batasan Masalah

- 1. Ligan basa Schiff yang digunakan merupakan hasil sintesis *o*-vanilin dengan 2-aminotiazole.
- 2. Logam yang digunakan pada sintesis kompleks ialah Cu(II) dengan garam CuCl₃.2H₂O.
- 3. Metode sintesis yang digunakan adalah metode penggerusan.
- 4. Karakterisasi hasil produk menggunakan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), dan *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis).
- 5. Uji aktivitas antioksidan dilakukan menggunakan DPPH.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan menjadi referensi untuk penelitian selanjutnya, khususnya dalam aplikasi kompleks yang terbentuk. Kompleks basa Schiff ini berpotensi meningkatkan aktivitas biologis senyawa basa Schiff. Penelitian ini memberikan informasi mengenai potensi antioksidan kompleks basa Schiff dalam menangkal radikal bebas DPPH.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Ligan adalah anion atau molekul netral yang dapat menyumbangkan pasangan elektron kepada atom pusat yang bertindak sebagai basa Lewis. Salah satu ligan netral yang saat ini banyak diteliti adalah ligan basa Schiff, karena pada ligan basa Schiff sendiri memiliki gugus imina (C=N) yang mampu berkoordinasi dengan atom logam dan membentuk ikatan koordinasi yang kuat. Salah satu ligan basa Schiff yang dapat digunakan adalah Ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol. Ligan tersebut merupakan senyawa golongan basa Schiff yang terbentuk dari reaksi kondensasi antara o-vanilin dan 2-aminotiazol. 2-Aminotiazol merupakan senyawa penyedia amina primer yang memiliki gugus fungsi -NH₂, sedangkan o-vanilin adalah senyawa penyedia aldehida yang memiliki gugus C=O. Reaksi antara senyawa o-vanilin dan 2-aminotiazol menghasilkan senyawa imina yang mempunyai gugus C=N sebagai ciri khas dari terbentuknya senyawa basa Schiff. Ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol menyediakan PEB pada atom N yang nantinya akan berkoordinasi dengan logam. Atom nitrogen sendiri memiliki elektronegativitas yang rendah sehingga mampu menghasilkan tumpang tindih elektron yang baik. Mekanisme reaksi antara o-vanilin dan 2-aminotiazol ditunjukkan pada Gambar 2.1

Gambar 2. 1 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil) fenol (Imanudin, 2023)

2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol

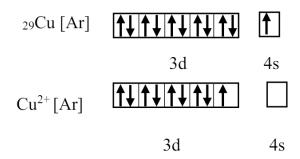
Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh (Imanudin, 2023), ligan ini memiliki karakter fisik berupa padatan berwarna kuning dengan rentang titik lebur antara 109-110 °C. Karakteristik serapan gugus fungsi dari ligan basa Schiff ini, yang terdeteksi oleh spektroskopi FTIR, dapat dilihat pada Tabel 2.1. Selain itu, hasil analisis menggunakan MS menunjukkan spektra massa dari senyawa ini memiliki puncak ion molekuler pada m/z 234.

Tabel 2. 1 Hasil spektra IR senyawa 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil) fenol (Imanudin, 2023)

Gugus Fungsi	Bilangan gelombang produk (cm ⁻¹)	Literatur (cm ⁻¹) (Socrates, 2001)
-OH Stretching	3400	4000-3200
C _{sp2} -H Streching aromatik	3032	3100-3000
C _{Sp3} -H Strech alifatik	2844	3000-2800
C=N Streching	1596	1588
C=C aromatik	1468	1535-1465
C-O-C asimetrik	1257	1275-1185
C-O Stretching	1199	1300-1000
Csp2-H bending aromatik	880	860-780

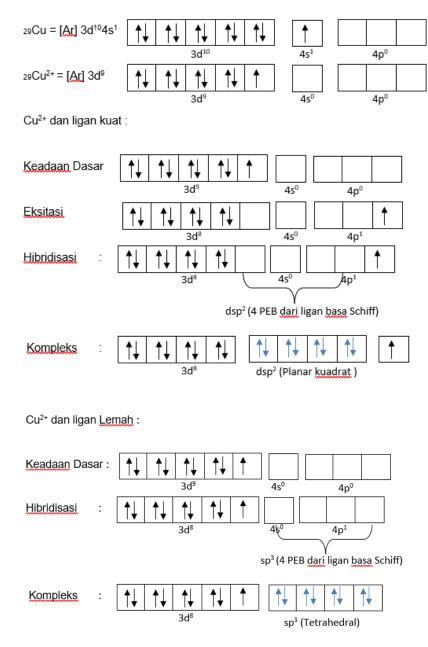
2.2 Logam Tembaga (Cu(II))

Logam tembaga (Cu) merupakan salah satu ion logam transisi yang sangat penting dalam kimia koordinasi karena kemampuannya untuk membentuk kompleks dengan berbagai ligan. Tembaga dapat berada dalam beberapa bilangan oksidasi, seperti +1, +2, dan +3, namun bilangan oksidasi +2 (Cu(II)) adalah yang paling stabil dan umum dijumpai dalam senyawa kompleks (Lee,1994). Cu(II) memiliki konfigurasi elektronik d⁹, yang menyebabkan senyawa kompleksnya sering bersifat paramagnetik dan memiliki warna khas yang mudah dikenal. Konfigurasi elektron pada logam Cu dan Cu²⁺ ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2. 2 Konfigurasi elektron Cu dan Cu²⁺

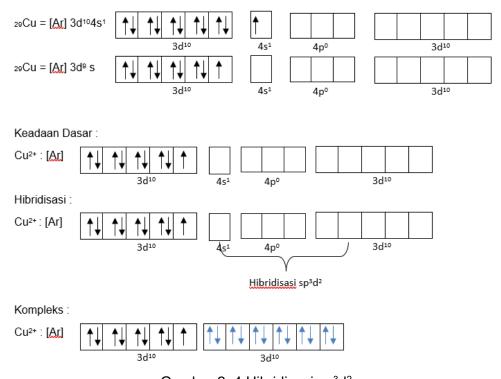
Kompleks Cu(II) dapat terbentuk dengan ligan yang mengandung atom donor seperti nitrogen (N), oksigen (O), dan sulfur (S). Bentuk geometri kompleks ini dapat bervariasi, termasuk planar persegi, piramida persegi, atau oktahedral terdistorsi, tergantung pada bilangan koordinasinya yang dapat berupa empat, lima, atau enam (Cotton & Wilkinson, 1989) selain bilangan koordinasinya ligan yang menyumbang PEB juga mempengaruhi bentuk dari geometri suatu senyawa, ligan tersebut dapat berupa ligan kuat maupun ligan lemah. Ligan kuat akan menyebabkan eksitasi elekton dan akan menghasilkan hibridisasi yang berbeda dengan ligan lemah. Perbedaan hibridisasi dapat ditunjukan pada Gambar 2.3.



Gambar 2. 3 Hibridisasi Ligan kuad dan Lemah

Proses hibridisasi melibatkan pembentukan ikatan antara atom pusat dan ligan menggunakan orbital hibrida. Orbital hibrida ini terbentuk melalui proses hibridisasi, yaitu kombinasi linear dari orbital dengan tingkat energi yang berbeda, sehingga menghasilkan orbital baru dengan tingkat energi yang sama (Effendy, 2007). Dalam kompleks Cu (II), hibridisasi dapat melibatkan orbital d dari tembaga dan orbital p dari ligan. Jenis hibridisasi yang terjadi dipengaruhi oleh kekuatan medan ligan. Ketika logam Cu (II) berintraksi dengan ligan kuat maka akan menyebabkan eksitasi elektron dan menghasilkan hibridisasi dsp² dengan bentuk geometri planar kuadrat. Sedangkan ketika logam Cu(II) berintraksi dengan ligan lemah tidak akan terjadi eksitasi dan akan menghasilkan hibridisasi dsp³ dengan bentuk geometri tetrahedral namun untuk bentuk geometri tetrahedral pada logam Cu(II) dengan d9 tidak disukai karena terdapat elektron yang menempati orbital *degenerate* dengan energi yang

sama sehingga dalam bentuk tetrahedral mengakibatkan keadaan yang tidak stabil. Ketidakstabilan tersebut akan mengakibatkan kompleks mengalami distori Jhan Teller. Maka ketika ligan lemah, kompleks akan cenderung membentuk geometri oktahedral terdistorsi dengan hibridisasi d²sp³ yang cenderung lebih stabil karena efek dari distorsi Jhan Teller. Hibridisasi oktahedral terdistorsi dapat dilihat pada Gambar 2.4. Atom donor Pasangan Elektron Bebas (PEB) pada ion logam pusat tidak selalu identik. Sebagai contoh, pada kompleks [Cu(py)₂(NCS)₂], ligan yang berbeda secara geometri memaksa kompleks mengalami distorsi Jahn-Teller. Distorsi ini merupakan mekanisme alami kompleks untuk mencapai stabilitas konfigurasi elektronnya. Akibatnya, geometri kompleks mengalami perubahan, dengan pemanjangan atau penyempitan ikatan pada posisi aksial dan ekuatorial (Janes & Moore, 2004).



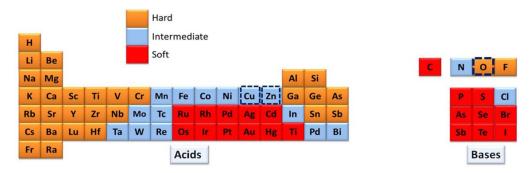
Gambar 2. 4 Hibridisasi sp³d²

Selain aplikasi dalam kimia, kompleks Cu(II) juga memiliki peran penting dalam bidang biologi dan medis. Penelitian terbaru menunjukkan bahwa kompleks Cu(II) memiliki aktivitas biologis yang signifikan, termasuk sifat antimikroba dan antikanker. Aktivitas ini menjadikan kompleks Cu(II) sebagai kandidat potensial dalam pengembangan obat dan terapi medis, seperti kemoterapi dan agen yang meningkatkan respons tubuh terhadap stres oksidatif (Sinicropi et al., 2022). Penggunaan garam tembaga seperti CuCl₂, Cu(OAc)₂, dan CuSO₄ biasa digunakan dalam sintesis kompleks ini. Fahriyah (2021) telah melakukan sintesis ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil) imino)metil)fenol dengan garam Cu(CH₃COO)₂.H₂O menggunakan metode sonikasi dan menghasilkan komples Cu(II) yang memiliki warna coklat gelap dan titik leleh diatas 130° C. Sifat fisika yang dihasilkan berbeda dari reaktan yang digunakan.

2.3 Kompleks Basa Schiff

Senyawa kompleks terbentuk dari interaksi antara logam dan ligan melalui ikatan kovalen koordinasi, yang terjadi karena adanya interaksi asam-basa Lewis. Dalam hal ini, ligan bertindak sebagai donor pasangan elektron (basa Lewis), sementara atom logam bertindak sebagai akseptor pasangan elektron (asam Lewis). Ligan basa Schiff, yang terbentuk melalui reaksi kondensasi antara amina primer dan senyawa karbonil seperti aldehida atau keton, sangat efektif dalam membentuk kompleks dengan logam transisi (Soldatović, 2018).

Senyawa basa Schiff memiliki gugus imina (C=N) yang dapat berfungsi sebagai ligan karena mampu mendonor pasangan elektron pada pembentukan kompleks. Dalam suatu senyawa kompleks basa Schiff, ligan pada basa Schiff mampu mendonorkan lebih dari satu pasangan elektronnya dari atom O dan N ke orbital d ion logam transisi. Pada kompleks Cu²⁺ dengan ligan basa Schiff, interaksi antara atom N dan O dengan logam Cu²⁺ menghasilkan pembentukan ikatan kovalen koordinasi yang stabil. Atom N dari gugus imina, yang bersifat borderline/intermediate, cenderung berinteraksi lebih kuat dengan logam Cu²⁺ dibandingkan dengan atom O dari gugus fenolat yang bersifat basa lebih keras (Jolly, 1984). Hal ini sesuai dengan prinsip Hard Soft Acid Base (HSAB), yang menyatakan bahwa asam keras akan mudah berinteraksi dengan basa keras, sedangkan asam lemah mudah berintraksi dengan basa lemah (Fitriah et al., 2012). Ion Cu²⁺ memiliki karakteristik borderline/intermediate, sehingga lebih memilih donor elektron dengan sifat yang sama seperti N. Sementara itu, atom O yang lebih bersifat basa keras tetap dapat berikatan dengan logam melalui interaksi σ, yang lebih dominan bersifat ionik. Kombinasi dari kedua interaksi ini meningkatkan stabilitas kompleks yang terbentuk, terutama dalam pembentukan cincin khelat. Hal ini memungkinkan pembentukan kompleks yang stabil. Gambar 2.5 menunjukkan klasifikasi asam dan basa menurut prinsip HSAB.



Gambar 2. 5 Klasifikasi Kekeras-lunakan asam basa (Abdelmohsen et al., 2017)

Logam transisi, dengan subkulit d yang tidak terisi penuh, memiliki kemampuan untuk menerima pasangan elektron dari ligan, membentuk berbagai struktur koordinasi yang stabil. Ciri ini menjadikan logam transisi seperti besi, tembaga, dan nikel sebagai komponen penting dalam pembentukan senyawa kompleks dengan ligan basa Schiff. Berdasarkan teori asambasa keras dan lunak, interaksi antara logam dan ligan dapat terjadi dengan mempertimbangkan sifat kelunakan atom donor dalam ligan dan ion logam. Cu²+ dapat

berkoordinasi dengan baik melalui ikatan dengan O maupun N, membentuk kompleks yang stabil. Senyawa kompleks ini cenderung stabil karena kemampuan ligan basa Schiff untuk membentuk khelat dengan ion logam, menghasilkan cincin khelat 5 atau 6 yang sangat stabil. Ketika Cu²⁺ berkoordinasi dengan ligan basa Schiff, kompleks yang terbentuk dapat memiliki geometri kuadrat-planar (4 ligan) atau oktahedral (6 ligan). Konfigurasi ini dipengaruhi oleh teori medan kristal (Crystal Field Theory). Geometri kuadrat planar umumnya dijumpai pada kompleks logam dengan konfigurasi d⁸. Namun, ion Cu²⁺ dengan konfigurasi d⁹ juga dapat membentuk geometri ini jika berada dalam medan ligan yang cukup kuat, sehingga memaksa elektron berpasangan dan menghasilkan konfigurasi spin rendah. Sementara itu, kompleks Cu²⁺ dengan geometri oktahedral dapat memiliki konfigurasi spin tinggi atau rendah, tergantung pada kekuatan medan ligan (Effendy, 2007). Ligan basa Schiff dikenal sebagai ligan medan kuat, sehingga berpotensi menghasilkan konfigurasi spin rendah pada kompleks Cu²⁺. Stabilitas kompleks basa Schiff yang dihasilkan oleh konfigurasi spin rendah ini memberikan senyawa ini berbagai keunggulan dalam aplikasi. Sebagai contoh, kompleks basa Schiff dapat digunakan sebagai katalis dalam reaksi oksidasi, serta memiliki potensi dalam bidang medis sebagai agen antijamur, anti-HIV, antikanker, antimikroba, dan antibakteri (Sinicropi et al., 2022).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Rahayu (2021) yang telah mensintesis kompleks Cu(II) dengan ligan basa Schiff 2-[(4-Metilfeniliminometil]-6 metoksifenol. Telah memprediksi struktur dari kompleks Cu dengan ligan basa Schiff 2-[(4-Metilfeniliminometil]-6 metoksifenol berdasarkan hasil analisis Uv-Vis, FTIR dan metode job sehingga didapatkan prediksi yang dapat dilihat pada Gambar 2.6

Gambar 2. 6 Prediksi struktur senyawa kompleks (a) Kemungkinan 1; (b) Kemungkinan 2; (c) Kemungkinan 3.

2.4 Sintesis Senyawa Kompleks Basa Schiff Menggunakan Metode Penggerusan

Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dapat dilakukan menggunakan metode *green synthesis*. Salah satu metode *green synthesis* yang banyak diminati adalah metode tanpa menggunakan pelarut yaitu metode penggerusan. Metode ini memberikan manfaat yang menarik karena rendah biaya dan ramah lingkungan (Zhang et al., 2021). Metode penggerusan menghasilkan energi aktivasi yang menghasilkan suatu reaksi kimia dan berkaitan langsung dengan jumlah energi pada sistem (Kouznetsov et al., 2016). Ketika penggerusan dilakukan, terjadi transfer energi berupa panas dengan jumlah yang sedikit melalui gesekan yang diberikan (Zangade & Mokle, 2011). Hal ini menjadi pendorong terjadinya reaksi antar molekul yang mengakibatkan peningkatan percepatan laju reaksi. Reaksi dalam keadaan padat terjadi lebih efisien dan lebih selektif dibandingkan dengan fase larutan yang sesuai, hal ini dikarenakan molekul dalam kristal lebih tersusun rapat dan teratur (Sana et al., 2012).

Sintesis kompleks basa Schiff dengan metode penggerusan sebelumnya telah dilakukan oleh Boruah et al. (2021). Kompleks basa Schiff (Na[VO₂L]) dihasilkan dari mereaksikan ligan basa Schiff H₂L yang berasal dari reaksi penggerusan senyawa salisiladehida dan dietiltriamina dengan senyawa VOSO₄.5H₂O dengan menggunakan metode penggerusan dan menghasilkan %rendemen sebesar 98%. Metode penggerusan ini lebih efisien dari metode konvensional. Metode konvensional membutuhkan waktu 24 jam untuk sintesis bereaksi dengan sempurna sementara untuk metode penggerusan hanya memerlukan waktu 45 menit (Boruah et al., 2021).

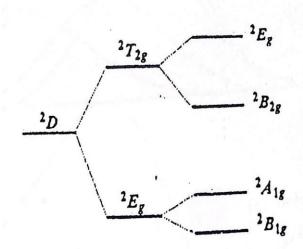
2.5 Karakterisasi Senyawa Kompleks Basa Schiff

2.5.1 Spektrofotometri *Ultra Violet-Visible* (UV-Vis)

Spektrofotometer UV-Vis merupakan metode analisis yang menggunakan pengukuran panjang gelombang serta intensitas sinar UV dan *Visible* sebagai area serapan yang akan diadsorbsi oleh sampel (Handoyo Sahumena et al., 2020). Prinsip kerja dari alat ini yakni sumber sinar pada spektrofotometer UV-Vis merupakan sinar polikromatis yang diubah menjadi sinar monokromatis dengan melawati monokromator. Sinar monokromatis yang dihasilkan akan diteruskan melalui sel yang berisi sampel. Sampel akan menyerap sebagian sinar yang datang sementara sebagain lainnya akan diteruskan menuju fotosel. Fotosel ini akan mengubah energi cahaya menjadi energi listrik. Energi listrik tersebut akan memberikan sinyal pada detektor yang setelahnya akan diubah menjadi nilai serapan (absorbansi) dari zat yang dianalisa (Miarti & Legasari, 2022). Sinar UV memiliki panjang gelombang 200-400 nm sementara pada sinar tampak panjang gelombang yang dimiliki 400-800 nm. Spektrofotometer UV-Vis menghasilkan spektrum yang lebar dan hanya menginformasikan sedikit tentang struktur yang bisa didapatkan dari spektrum ini. Spektrum yang dihasilkan lebih dapat digunakan untuk pengukuran secara kuantitatif. Konsentrasi dari analit pada larutan dapat

ditentukan dengan mengukur absorban pada panjang gelombang tertentu menggunakan hukum Lambert-Beer (Dachriyanus, 2004). Interaksi sinar UV dan *visible* dengan senyawa kromofor menghasilkan transisi elektronik dari elektron-elektron ikatan, baik ikatan sigma (σ) dan pi (π) maupun elektron non ikatan (n) yang ada dalam molekul organik. Transisi yang terjadi mengakibatkan elektron yang berasal dari tingkat energi dasar menuju ke tingkat energi yang lebih tinggi (Suhartati, 2017).

Pada sintesis kompleks basa Schiff yang terbentuk jika di karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis akan menunjukkan hasil karakterisasi panjang gelombang yang berbeda antara ligan dengan kompleks basa Schiffnya. Pada senyawa kompleks, adsorbsi terjadi karena adanya transisi elektron antara orbital d yang terisi dan orbital d yang kosong. Pada ion bebas, orbital d berada pada tingkat energi yang sama. Interaksi antara atom pusat dan ligan menyebabkan pembelahan orbital d (*splitting*). Transisi ini dapat terjadi bergantung pada energi ikatan antara atom pusat (ion logam) dengan ligan (Rahayu, 2021). Pada kompleks dengan ion pusat Cu(II) umumnya memiliki geometri oktahedral terdistorsi dan persegi planar sesuai dengan kekuatan medan ligan. Pada oktahedral terdistorsi akan terjadi pembelahan orbital d (*splitting*) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7.

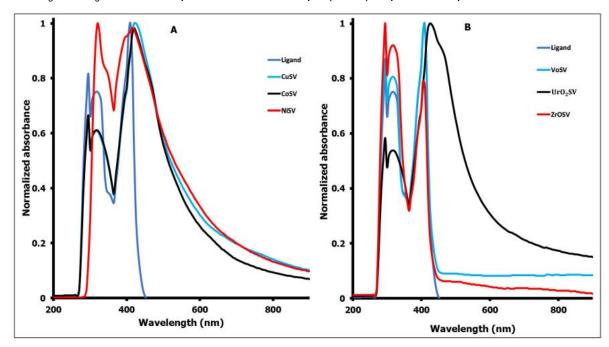


Gambar 2. 7 Pemisahan term ²D kompleks oktahedral dengan ion d⁹ pusat akibat distorsi tetragonal (Effendy, 2007)

Berdasarkan pemisahan orbital d ini maka kemungkinana transisi yang terjadi yaitu transisi ${}^2B_{1g} \rightarrow {}^2E_g$, ${}^2B_{1g} \rightarrow {}^2B_{2g}$, dan ${}^2B_{1g} \rightarrow {}^2A_{1g}$. Namun terkadang tiga transisi tersebut tidak menghasilkan tiga puncak, melainkan hanya teramati pada dua atau satu puncak saja. Fenomena ini dapat terjadi karena terjadinya tumpang tindih antar puncak (Effendy, 2007). Untuk transisi dengan geometri persegi planar memiliki transisi elektron yang sama dengan oktahedral terdistorsi (Antony et al., 2013)

Karakterisasi kompleks basa Schiff menggunakan UV-Vis telah dilakukan oleh Sumalatha (2020) yang telah mensintesis kompleks basa Schiff Cu(II) dengan ligan basa Schiff hasil sintesis dari senyawa *4-(trifluoromethoxy)benzenamine* dengan *5-Chloro salicylaldehyde*. Kompleks yang dihasilkan dilarutkan dalam senyawa DMSO. Hasil

karakterisasi pada spektrofotometer UV-Vis menunjukkan pita serapan untuk ligan sebesar 253 nm (transisi $\pi \to \pi^*$) dan 290 nm (transisi n $\to \pi^*$). Setelah pembentukan kompleks, pita serapan bergeser menjadi 260 nm (transisi $\pi \to \pi^*$) dan 340 (transisi n $\to \pi^*$), selain transisi tersebut didapatkan pada kompleks mengalami $\,$ transisi d $\,
ightarrow$ d yang menunjukkan pita serapan pada panjang gelombang 585 nm dengan transis ${}^2B_{1g} o {}^2E_g$. Peneliti lain yang dilakukan Awlope (2023)telah mensintesis senyawa Schiff 4,4'-{ethane-1,2basa diylbis[nitrilo(Z)methylylidene]}bis(2-methoxyphenol) (SV) dengan beberapa ion pusat salah satunya Cu(II). Pada kompleks CuSV hasil UV-Vis menunjukkan pada senyawa kompleks memiliki serapan baru pada 440 nm dan 565 nm. Serapan ini menunjukkan transisi ${}^{2}B_{1g} \rightarrow {}^{2}E_{g}$ dan ${}^{2}B_{1g} \rightarrow {}^{2}A_{1g}$. Hasil dari spectra UV-Vis Awlope (2023) dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 8 Specrta UV-Vis Awlope (2023)

2.5.2 Spektrofotometri Fourier Transform-Infrared (FTIR)

Spektrometri *Fourier Transform-Infrared* (FTIR) merupakan spektrofotometer yang digunakan unutuk menganalisis dan mengidentifikasi gugus fungsi dan jenis ikatan dari molekul organik dan anorganik melalui vibrasi molekul yang dihasilkan (Sanjiwani et al., 2020). Spektrofotometer FT-IR memanfaatkan radiasi inframerah yang terdiri dari beberapa range frekuensi, namun radiasi ini tidak dapat dilihat oleh mata. Pengukuran spektrum inframerah dilakukan pada panjang gelombang 2.5 - 50 µm atau bilangan gelombang 4000 - 200 cm⁻¹ yaitu pada daerah cahaya inframerah tengah. Energi yang diberikan oleh radiasi ini akan menghasilkan vibrasi atau getaran pada molekul (Dachriyanus, 2004). Prinsip kerja dari spektrofotometer FT-IR adalah terjadinya interaksi radiasi elektromagnetik berupa sinar inframerah (IR) yang dikenakan pada sampel melalui interferometer. Molekul pada sampel akan menyerap radiasi inframerah dan menghasilkan vibrasi, molekul yang bervibrasi akan

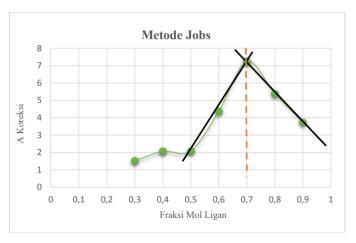
mengemisikan sejumlah energi dan akan terdeteksi oleh detektor. Detektor tersebut akan menghasilkan interferogram yang nantinya dibaca oleh komputer (Dewi, 2022). Spektra yang dihasilkan akan menunjukan bilangan gelombang yang dapat digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari suatu senyawa yang terkandung dalam sampel. Cara identifikasi gugus fungsi suatu senyawa dapat dilakukan dengan mencocokkan bilangan gelombang yang ditampilkan pada spektra dengan database serapan inframerah. Pita absorbsi inframerah memiliki ciri khas yang spesifik untuk setiap tipe ikatan kimia atau gugus fungsi. Metode ini sangat berguna untuk mengidentifikasi senyawa organik dan organometalik (Dachriysnus, 2004).

Karakterisasi kompleks basa Schiff menggunakan FTIR telah dilakukan (Iftikhar et al., 2018) telah mensintesis kompleks Cu(II) dengan 2-((4-(2vang ligan hydroxybenzylideneamino) phenoxy)methoxy) phenylimino) methyl). Penelitian membandingkan hasil karakterisasi FTIR dari ligan basa Schiff dan didapatkan spektrum IR dari ligan basa Schiff menunjukkan pita serapan kuat yang khas dalam rentang 1618-1615 cm⁻¹, yang berhubungan dengan peregangan azometina (C=N). Pita ini bergeser ke frekuensi yang lebih rendah (1612-1605 cm⁻¹) pada kompleks Cu(II) karena adanya khelasi antara nitrogen imina dengan atom logam. Vibrasi peregangan C-O yang muncul pada 1338-1327 cm⁻¹ di ligan basa Schiff juga bergeser ke frekuensi yang lebih rendah (1315-1314 cm⁻¹) dalam kompleks, yang menunjukkan terbentuknya ikatan antara ion logam dan atom oksigen karboksilato. Selain itu, pita karakteristik yang biasanya diamati dalam rentang 3450-3435 cm⁻¹ akibat vibrasi peregangan OH tidak terlihat dalam spektrum kompleks, menunjukkan deprotonasi fungsi fenolik dan mengkonfirmasi pembentukan kompleks. Bukti kuat dari pembentukan ikatan ini berasal dari munculnya pita baru dalam spektrum semua kompleks logam pada daerah frekuensi rendah ((Cu-N) 528-503 cm⁻¹ dan (Cu-O) 440-410 cm⁻¹), yang tidak ada dalam spektrum ligan basa Schiff bebas.

2.5.3 Penentuan Perbandingan Jumlah ligan dan logam dengan Menggunakan Metode Variasi Kontinu

Metode variasi kontinu, yang juga dikenal sebagai metode Job, adalah teknik untuk mengidentifikasi stoikiometri perbandingan logam dan ligan dalam sintesis senyawa kompleks. Prosedur ini melibatkan pencampuran logam dan ligan dengan konsentrasi yang sama, kemudian membandingkan volume logam dan ligan sementara menjaga volume campuran tetap. Campuran tersebut kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk menentukan absorbansi maksimal. Ketika absorbansi maksimal tercapai, itulah yang menunjukkan stoikiometri perbandingan logam dan ligan (Harris, 1997). Prinsip dari metode variasi kontinu adalah rasio perbandingan volume logam dan ligan yang bervariasi dari 0 hingga 1 dengan menjaga total konsentrasi tetap sama (Dharmayanti, 2015). Hasil pengukuran absorbansi pada variasi kontinu komposisi ligan dan logam diinterpretasikan

dalam grafik. Rahayu (2021) telah melakukan sintesis senyawa kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) dan ligan basa Schiff 2-[(4-Metillfenilimino)metil]-6-metoksifenol. Hasil sintesis yang didapatkan lalu ditentukan perbandingan jumlah ligan dan logamnya dengan menggunakan metode variasi kontinu dan didapatkan grafik yang ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Grafik Metode Job

Dari hasil grafik tersebut dapat dilihat bahwa titik potong yang didapatkan pada senyawa kompleks berada pada fraksi mol ligan 0,7. Setelah dilakukan perthitungan didapatkan perbandingan logam Cu²⁺ dengan ligan 2-metoksi6-((fenilimino)metil)fenol sebesar 1:2 hal ini menyatakan bahwa 1 mol logam dapat mengikat 2 mol ligan.

2.6 Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Basa Schiff dengan Metode DPPH

Uji aktivitas antioksidan adalah metode yang digunakan untuk mengevaluasi kemampuan suatu senyawa dalam menangkal atau menetralisir radikal bebas. Radikal bebas adalah molekul atau atom yang memiliki elektron yang tidak berpasangan, sehingga sangat reaktif dan dapat menyebabkan kerusakan pada sel-sel biologis. Antioksidan berperan penting dalam mencegah atau memperlambat kerusakan yang disebabkan oleh radikal bebas dengan mendonasikan elektron atau atom hidrogen, sehingga mengubah radikal bebas menjadi molekul yang lebih stabil.

Uji aktivitas antioksidan dapat dilakukan dengan berbagai metode, salah satunya adalah uji DPPH, yang merupakan metode yang paling umum digunakan. Prinsip dasar dari uji ini adalah pengukuran perubahan warna larutan DPPH yang berwarna ungu menjadi kuning setelah bereaksi dengan senyawa antioksidan (Chandra Shekhar & Anju, 2014). Semakin besar perubahan warna yang terjadi, semakin tinggi kemampuan senyawa tersebut dalam menangkap radikal bebas. Proses ini terjadi karena senyawa antioksidan mendonasikan elektron atau atom hidrogen kepada DPPH, yang menyebabkan stabilisasi radikal bebas. Aktivitas antioksidan pada senyawa basa Schiff dapat diuji menggunakan metode DPPH. Aktivitas antioksidan ditentukan berdasarkan nilai IC₅₀ yang dihitung berdasarkan persen (%) aktivitas antioksidan. Semakin kecil nilai IC₅₀ menunjukkan semakin tinggi aktivitas antioksidan

suatu senyawa. Iftikhar et, al (2018) telah menguji aktivitas antioksidan Kompleks basa Schiff logam Cu (II) dan mendapatkan hasil aktivitas yang signifikan pada kompleksnya yaitu mendapatkan nilai IC_{50} 13.95 dan 38.91 ppm sedangkan pada senyawa basa Schiff menunjukkan antioksidan yang rendah dengan nilai IC_{50} sebesar 198.37; >300; dan 108.65. Kompleks basa Schiff memiliki aktifitas antioksidan lebih tinggi diakibatkan efek penarikan elektron dari ion Cu(II) yang menfasilitasi pelepasan hidrogen untuk mengurangin radikal DPPH.

2.7 Sintesis Kompleks Basa Schiff dalam Prespektif Islam

Sintesis dilakukan untuk membuat senyawa yang dapat ditemukan di alam namum memiliki keterbatasan dalam jumlah kesediaannya maupun panjangnya proses mendapatkannya. Sebagai makhluk ciptaan Allah SWT yang diberi kelebihan berupa akal haruslah manusia memanfaatkan dengan sebaik baiknya. Sesungguhnya kelebihan yang telah diberikan ini merupakan salah satu cara yang diberikan oleh Allah SWT kepada hamba-Nya yang berakal untuk selalu mengingat kebesaran-Nya dan senantiasa memikirkan semua ciptaan-Nya tidak ada yang sia-sia. Tanda kekuasaan Allah dapat ditemukan oleh mereka yang mau menggunakan akal pikirannya bersamaan dengan berdzikir kepada Allah. sebagaimana disebutkan dalam surah Ali-Imran 190-191:

Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal. (Yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka," (Q.S Ali-Imran 3: 190-191)

Kata al-albab adalah bentuk jamak dari با lubb yaitu saripati sesuatu. Ulul albab yaitu orang orang yang memiliki akal murni yang dapat menghasilkan kerancuan dalam berfikir dengan merenungkan fenomena alam semesta yang akan sampai kepada bukti nyata tentang keesaan dan kekuasaan Allah SWT Shihab (2002) mejelaskan bahwa ayat tersebut menerangkan tentang sebagian dari ciri-ciri manusia yang dinamai sebagai Ulul albab yaitu orang-orang berakal yang dapat menggunakannya untuk berfikir dengan memperhatikan segala benda dan barang yang ada di alam ini, sehingga benda dan barang yang halus serta tersembunyi dapat dipikirkan guna dan manfaatnya. Apabila akal digunakan dengan semestinya, niscaya tidak ada benda-benda dan barang-barang di dunia ini yang sia-sia bagi manusia. Seperti halnya penciptaan logam Cu (II). Logam Cu (II) sendiri terkandung dalam tubuh manusia dan merupakan mikronutrien yang penting, namun apabila dalam dosisi yang tinggi logam ini akan bersifat toksik (Bost et al., 2016). Manusia dapat mensintesis kompleks

Cu (II) dengan ligan basa Schiff sehingga logam Cu (II) dapat lebih stabil dan diharapkan dapat memberikan aktivitas biologis yang lebih baik. Hal tersebut merupakan salah satu bentuk berfikir dan bersyukur manusia terhadap ciptaan-Nya.

Secara tidak langsung Allah SWT telah memberikan petunjuk terkait sintesis dari kompleks ini, yang telah ditunjukkan pada surat Yasin ayat 36 :

Artinya : "Mahasuci (Allah) yang telah menciptakan semuanya berpasang-pasangan, baik dari apa yang ditumbuhkan oleh bumi dan dari diri mereka sendiri, maupun dari apa yang tidak mereka ketahui." (Q.S Yasin 36: 36)

Menurut Saputra et al. (2020) menyatakan bahwa Prof. Quraisy Shihab menafsirkan surah yasin ayat 36 dengan tafsiran "Sungguh mengagumkan Allah yang menciptakan untuk segala sesuatu pasangan-pasangan, apa itu tumbuhan-tumbuhan ada yang betina dan ada yang jantan, manusia juga ada yang laki-laki dan ada yang perempuan, dan apa yang tidak kamu ketahui, banyak makhluk yang diciptakan Allah yang kita tidak atau belum tahu sebenarnya dia juga berpasang-pasangan, atom itu berpasangan, semua dijadikan Allah berpasang-pasangan, supaya kamu tahu dan sadar bahwa karena Allah berbeda dengan semua wujud dan semua wujud berpasangan maka itu antara lain bahwa Allah tidak memiliki pasangan. Pasangan itu bisa jadi dua yang sama bisa juga dua hal yang berbeda dan saling membutuhkan, seperti pasangan suami dan istri karena pada hakekatnya lelaki dan perempuan dalam kehidupan berumah tangga itu seimbang walau berbeda". Dari penafsiran tersebut dikatakan ada suatu hal yang belum diketahui bahwa hal tersebut juga berpasangan. Hal tersebut mengindikasikan bahwa ada sesuatu senyawa yang belum diketahui bahwa mereka dapat berpasangan. Akhirnya berkat olah pikirnya manusia berhasil menemukannya secara sintesis dan memberikan manfaat yang baik.

Seiring berkembangnya zaman, sintesis kompleks basa Schiff telah ditemukan, dimana logam transisi dipasangkan dengan liga senyawa basa Schiff. Salah satu logam yang sering digunakan adalah logam Cu(II). Kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) memiliki peran penting dalam bidang biologi dan medis. Sinicropi et al (2022) meneliti kompleks Cu(II) dengan ligan basa Schiff dan memberikan hasil kompleks tersebut memiliki aktivitas biologis yang signifikan, termasuk sifat antimikroba dan antikanker. Aktivitas ini menjadikan kompleks Cu(II) sebagai kandidat potensial dalam pengembangan obat dan terapi medis, seperti kemoterapi dan agen yang meningkatkan respons tubuh terhadap stres oksidatif (Sinicropi et al., 2022).

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober-Februari 2025 dan dilakukan di Laboratorium Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi UV-Vis di Laboratorium Kimia Instrumentasi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR, dan GC-MS dilakukan di Laboratorium Kimia Jurusan Kimia Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca arloji, *beaker glass* 50mL dan 100 mL, tabung reaksi, labu ukur 50 mL dan 100 mL, pipet volume 1mL dan 3mL, pipet ukur 10 mL, pipet tetes, pipa kapiler, kuvet, spatula, batang pengaduk, mortar dan alu, mortar agate, bola hisap, botol semprot, desikator, neraca analitik, termometer 200°C, vortex, seperangkat alat sonikator probe (sonikasi), *Melting Point Aparatus* (MPA) STUART tipe SMP 11, FTIR VARIAN tipe FT 1000, GC-MS QP2010SSHIMADZU, dan UV-Vis Varian Carry 50.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi *o*-valilin, 2-aminotiazol, garam logam CuCl₂.2H₂O, NaOH, *alumunium foil*, akuades, KBr, kloroform, metanol pro analisis (PA), 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH).

3.3 Rancangan Penelitian

Terdapat beberapa tahapan penelitian dalam penelitian ini, yakni sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dari o-valilin dan 2-aminotiazol dengan metode penggerusan. Selanjutnya dilakukan uji titik leleh senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan melting point apparatus (MPA) STUART tipe SMP11 untuk mengetahui sifat fisiknya, dan uji sifat kimianya dilarutkan dengan NaOH 2M. Kemudian dilakukan karakterisasi spektra senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol menggunakan spektofotometer FTIR, UV-Vis, dan GC-MS. Selanjutnya Sintesis kompleks dari ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan CuCl₂.2H₂O dengan metode penggerusan. Hasil produk sintesis tersebut di karakterisasi lanjut menggunakan FTIR dan UV-Vis. Lalu dilakukan penentuan perbandingan jumlah ligan dan logam yang terikat dalam senyawa kompleks menggunakan metode variasi kontinu. Uji aktivitas antioksidan dilakukan dengan metode DPPH.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini meliputi :

1. Sintesis ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dari *ortho*-vanilin : 2-aminotiazole (mol 1:1) dilakukan dengan metode penggerusan selama 120 menit.

- 2. Uji sifat fisik senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol, meliputi wujud, warna dan titik leleh.
- 3. Uji sifat kimia senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan NaOH 2M dan akuades.
- 4. Karakterisasi senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol menggunakan spektofotometer UV-Vis, FT-IR dan GC-MS.
- 5. Sintesis kompleks dari ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan ion logam CuCl₂.2H₂O dengan metode Penggerusan.
- 6. Analisis kualitatif senyawa kompleks produk hasil sintesis menggunakan UV-Vis.
- 7. Karakterisasi senyawa kompleks produk hasil sintesis menggunakan FTIR.
- 8. Penentuan perbandingan jumlah ligan dan logam menggunakan metode variasi kontinu.
- 9. Uji aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis ligan basa Schif 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan Metode Penggerusan (Imanudin, 2023)

2-Aminotiazol sebanyak 0.03 mol (3,1052 gram) dan 0.03 mol *o*-vanilin (4,6106 gram) digerus dalam mortar pada suhu ruang dengan waktu penggerusan selama 120 menit. Produk yang terbentuk dikeringkan dalam desikator dan ditimbang sampai beratnya konstan. Rendemen dihitung dengan menggunakan persamaan 3.1.

3.5.2 Karakterisasi Ligan

3.5.2.1 Uji sifat fisik senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol (Imanudin, 2023)

Uji sifat fisik yang dilakukan berupa pengamatan bentuk dan warna serta titik lebur. Titik lebur ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol ditentukan dengan menggunakan *melting point apparatus*. ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dimasukkan dalam pipa kapiler hingga Panjang ±0.5 cm (ditutup bagian ujung pipa kapiler). Pipa kapiler yang berisi ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dan termometer dipasangkan ke alat MPA. MPA dinyalakan serta diatur suhu kenaikannya hingga 20 °C/menit. Kemudian, diturunkan suhu menjadi 10 °C/menit. Jika suhu yang teramati telah mencapai perkiraan titik leleh senyawa menurut teori, maka kenaikan suhu diatur menjadi 1 °C/menit. Diamati proses pelelehan produk sintesis hingga produk sintesis mencair.

3.5.2.2 Uji sifat kimia senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan NaOH 2M dan akuades (Imanudin, 2023)

Kelarutan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol diujikan dalam pelarut NaOH 2M dan akuades. Sebanyak masing-masing 0,005 g produk sintesis dimasukkan ke dalam dua tabung reaksi yang berbeda, kemudian pada tabung 1 ditambahkan 3 mL NaOH 2M dan pada tabung ke dua ditambahkan 3 mL aquadest. Kedua tabung dikocok dan diamati perubahan yang terjadi.

3.5.2.3 Karakterisasi Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol menggunakan Spektrofotometer UV-Vis (Imanudin, 2023).

Senyawa produk sintesis dilarutkan dalam metanol dengan konsentrasi 0,5 mM. Setelah itu larutan produk sampel dimasukkan ke dalam kuvet dan dianalisis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm dengan spektrofotometer UV-Vis Varian Carry 50. Sehingga diperoleh spektrum dan panjang gelombang maksimumnya.

3.5.2.4 Karakterisasi Gugus Fungsi Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2 ilimino)metil)fenol dengan Spektrofotometer FTIR (Imanudin,2023)

Gugus fungsi ligan basa Schiff diidentifikasi mengunakan alat Spektofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000. Hasil sintesis dicampur dengan KBr dengan perbandingan 2:98 kemudian digerus dengan mortar agate. Kemudian campuran dipres supaya membentuk pelet dengan bentuk seperti PIL, kemudian pelet diletakkan pada *cell holder* kemudian dimasukkan dalam instrumen FTIR. Terakhir, dibuat spektra IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

3.5.2.5 Karakterisasi Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan Spektrofotometer GC-MS (Imanudin,2023)

Sebanyak 1 µL senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dilarutkan dengan pelarut kloroform dengan konsentrasi 70.000 ppm. Kemudian larutan senyawa produk sintesis yang telah dilarutkan dengan kloroform diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam tempat QP2010S SHIMADZU dengan kondisi oprasional sebagai berikut :

Jenis kolom : AGILENTJ&W VF-5MS

Panjang kolom : 30 meter

Detektor : FGCCP 3800 (GC) Saturn 2200 (MS)

Oven : Terprogram 100° C (5 menit) \rightarrow 310° (15 menit)

Temperatur Injektor : 310°C
Tekanan gas : 20,8 kPa

Kecepatan aliran gas : 0,49 mL/menit (Konstan)

Gas pembawa : Helium

Kromatogram dan spektra MS ditunggu beberapa saat sampai terbentuk. Masing-masing hasil kromatogram yang muncul ditentukan (%) kemurniannya menggunakan persamaan 3.2.

%Kemurnian =

 $\frac{\textit{luas area puncak produk}}{\textit{total luas area semua puncak}} \times 100\%.$

3.5.3 Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dan logam CuCl₂.2H₂O dengan metode penggerusan (Mumtazah, 2024)

Sintesis senyawa kompleks dari ligan 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dan garam CuCl₂.2H₂O dilakukan dengan perbandingan 2:1. Ligan 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol sebanyak 0,48305 g (2 mmol) dan CuCl₂.2H₂O sebanyak 0,1722 g (1 mmol) dimasukkan dalam mortar. Kemudian digerus menggunakan alu pada suhu ruang selama 30 menit. Kemudian produk hasil sintesis yang terbentuk dikeringkan dalam desikator dan ditimbang sampai beratnya konstan lalu diamati sifat fisiknya berupa bentuk, warna serta titik leleh menggunakan MPA.

3.5.4 Karakterisasi Senyawa Kompleks

3.5.4.1 Analisis kualitatif senyawa kompleks produk hasil sintesis menggunakan UV-Vis (Ladarama,2022)

Karakterisasi menggunakan spektofotometer UV-Vis digunakan untuk mengidentifikasi panjang gelombang maksimum dari hasil sintesis senyawa kompleks. Hasil sintesis senyawa kompleks dan logam CuCl₂.2H₂O dilarutkan dengan metanol. Diambil sampel yang telah disiapkan untuk dimasukkan ke dalam *cell holder* pada intrumen UV-Vis. Kemudian dikarakterisasi dengan spektofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-800 nm.

3.5.4.2 Karakterisasi senyawa kompleks produk hasil sintesis menggunakan FTIR. (Ladarama,2022)

Gugus fungsi senyawa kompleks diidentifikasi menggunakan alat Spektofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000. Senyawa kompleks hasil sintesis dicampur dengan KBr dengan perbandingan 2:98 kemudian digerus dengan mortar agate. Kemudian campuran di press supaya membentuk pelet dengan bentuk seperti PIL, kemudian pelet di letakkan pada *cell holder* kemudian dimasukkan dalam instrumen FTIR. Terakhir, dibuat spektra IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm-1

3.5.4.3 Penentuan Perbandingan Jumlah Ligan dan Logam Menggunakan Metode Variasi Kontinu (Ladarama,2022)

Penentuan perbandingan jumlah ligan dan logam menggunakan metode variasi kontinu , yakni membuat variasi logam dan ligan dengan konsentrasi yang sama. Garam logam Cu(II) dan ligan basa Schiff masing-masing dilarutkan dalam 100 ml metanol dengan konsentrasi 0,001 M. Selanjutnya kedua larutan divariasi dengan perbandingan volume logam dan ligan (mL): (9:1), (8:2), (7:3), (6:4), (5:5), (4:6), (3:7), (2:8), (1:9), (0:10). Masing-masing larutan divorteks selama 2 menit dan kemuadian diambil sesuai konsentrasi guna untuk diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum senyawa kompleks, kemudian dibuat kurva antar fraksi mol terhadap absorbansi.

3.5.5 Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks Menggunakan Metode DPPH (Nafiah, 2020)

3.5.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum larutan DPPH dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hal ini dilakukan dengan cara menambahkan 1 mL larutan DPPH 0,2 mM ke dalam tabung reaksi berisi 3 mL metanol, kemudian dihomogenkan. Hasil penentuan panjang gelombang maksimal dicatat dan digunakan sebagai panjang gelombang maksimal dalam analisa uji antioksidan selanjutnya.

3.5.5.2 Pengukuran Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks

Pengukuran absorbansi kontrol dilakukan dengan menambahkan 1 mL larutan DPPH 0,2 mM ke dalam tabung reaksi yang berisi 3 mL metanol. Kemudian mulut tabung ditutup dan diinkubasi selama 30 menit dalam ruangan gelap. Absorbansi larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dari tahap sebelumnya

Uji aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff menggunakan variasi konsentrasi 12,5; 25; 50; 100; 200; dan 500 ppm. Masing-masing larutan dipipet sebanyak 3 mL dalam tabung reaksi ulir, selanjutnya ditambahkan 1 mL larutan DPPH 0,2 mM. Mulut tabung ditutup dan diinkubasi pada suhu 37°C selama 30 menit. Kemudian absorbansi masing-masing larutan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dari tahap sebelumnya. Hasil absorbansi diguakan untuk menghitung Nilai persen (%) inhibisi dari masing-masing konsentrasi dengan persamaan:

%inhibisi =
$$\frac{\text{Absorbansi kontrol (Ao)} - \text{Absorbansi sample (Ac)}}{\text{Absobansi kontrol (Ao)}} \times 100\%$$

Hasil persen (%) inhibisi akan diinput sebagai sumbu (y) dan logaritma konsentrasi akan diinput sebagai sumbu (x) pada *software GraphPad Prism 8* menggunakan regresi nonlinear untuk menghasilkan nilai IC₅₀.

3.6 Analisis data

Analisis data meliputi langkah-langkah berikut:

- 1. Hasil uji titik leleh menggunakan MPA yaitu dalam bentuk *range* dari rerata hasil percobaan produk sintesis sebanyak tiga kali pengulangan.
- 2. Hasil uji sifat kimia basa Schiff berupa kelarutan sempurna dengan NaOH 2M dan sedikit larut dalam akuades yang ditandai adanya endapan.
- Hasil karakterisasi FTIR berupa gugus fungsi produk sintesis. Ligan basa Schiff memiliki serapan khas gugus imina pada bilangan gelombang 1690 – 1590 cm⁻¹. Sedangkan senyawa kompleks memiliki serapan khas gugus imina dan Cu-O serta Cu-N pada bilangan gelombang 600 – 400 cm⁻¹.

- 4. Hasil karakterisasi dengan GC berupa kemurnian produk sintesis. Sedangkan hasil karakterisasi dengan MS berupa ion molekuler yang m/z-nya setara dengan berat molekul.
- 5. Hasil uji kuantitatif menggunakan metode Job berupa perbandingan mol logam dan ligan pada senyawa kompleks.
- 6. Hasil uji aktivitas antioksidan dianalisis pada *software GraphPad Prism 8* menggunakan regresi nonlinear dengan sumbu (x) merupakan bentuk logaritma konsentrasi dan sumbu (y) merupakan persen (%) inhibisi.
- 7. Hasil uji aktivias antioksidan berupa hasil IC₅₀ dengan satuan ppm.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Sintesis senyawa ligan basa Schiff dilakukan dengan metode penggerusan, metode ini merupakan salah satu metode *green synthesis*. Sintesis ini dilakukan tanpa pelarut dan juga katalis hal ini termasuk aspek *green synthesis* yang memiliki keunggulan seperti proses yang sederhana, waktu reaksi yang singkat, dan biaya murah (Liu et al., 2022). Metode penggerusan ini melibatkan transfer energi mekanik menjadi energi panas yang terjadi diakibatkan adanya gesekan, dan menghasilkan transfer energi aktivasi tumbukan antar molekul. Pada sintesis ini menghasilkan ligan basa Schiff 2-metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)fenol dari hasil tumbukan antara reaktan *o*-vanilin yang bertindak sebagai elektrofil, dengan gugus C=O dan senyawa 2-aminotiazol yang bertindak sebagai nukleofil yang memiliki gugus -NH₂. Reaksi antara kedua senyawa tersebut menghasilkan senyawa yang memiliki ciri khas gugus C=N (imina) yang menandakan telah terbentuknya senyawa basa Schiff (Imanudin, 2023).

Mekanisme dari pembentukan senyawa 2-metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)fenol ditunjukkan pada Gambar 4.1.

2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Gambar 4. 1 Mekanisme reaksi ligan basa Schiff 2-metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)fenol Reaksi pembentukan basa Schiff terjadi dalam dua tahap. Pada tahap pertama, yaitu tahap adisi, atom karbon pada gugus karbonil yang memiliki muatan parsial positif karena pengaruh atom oksigen yang elektronegatif akan mudah diserang oleh gugus amina (-NH₂). Gugus amina ini menyerang karbon pada gugus karbonil o-vanilin dan membentuk senyawa antara. Selanjutnya, pada tahap kedua, yaitu tahap eliminasi, dimana senyawa antara tersebut akan melepaskan molekul air (H₂O) dan menghasilkan produk basa Schiff berupa 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol (Imanudin, 2023).

Tabel 4. 1 Hasil pengamatan fisik reaktan dan produk sintesis

Pengamatan	O-vanilin	2-Aminotiazol	2-metoksi-6-((tiazol-2- ilimino)metil)fenol
Wujud	Kristal (padatan)	Serbuk (padatan)	Serbuk (padatan)
Warna			
	Kuning cerah	Coklat	Kuning
Titik leleh (°C)	43-45ª	86-89ª	108-111
Massa (gram)	4,6107 g	3,0972 g	6,9408 g
%Rendemen	-	-	98,7494

Keterangan: a = Imanudin, 2023

Produk hasil sintesis dikarakterisasi berdasarkan sifat fisiknya, seperti wujud, warna, dan titik lebur, yang dapat dilihat pada Tabel 4.1. Berdasarkan tabel tersebut, diketahui bahwa o-vanilin berbentuk padatan dengan warna kuning cerah, sementara 2-aminotiazol berbentuk padatan berwarna coklat. Produk hasil sintesis memiliki wujud yang sama, yaitu padatan, namun warnanya berbeda, yaitu kuning. Perbedaan karakteristik ini menunjukkan bahwa senyawa baru telah terbentuk pada produk sintesis. Uji titik lebur pada produk sintesis memperkuat dugaan terbentuknya senyawa baru, karena didapatkan perbedaan titik lebur antara reaktan dengan hasil produk sintesis. O-vanilin memiliki titik leleh 43-45°C ,2-aminotiazol memiliki titik lebur 86-89°C sedangkan hasil sintesis memiliki titik leleh 108-111°C. Perbedaan titik lebur dari reaktan dan produk memperkuat dugaan terbentuknya senyawa produk.

4.2 Uji Sifat Kimia Produk Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Uji sifat kimia pada produk hasil sintesis bertujuan untuk memverifikasi pembentukan senyawa basa Schiff pada produk dengan melarutkan produk pada larutan NaOH 2M. Sebagai senyawa fenolat, basa Schiff bersifat asam lemah. Interaksi antara gugus fenol pada basa Schiff dengan ion hidroksida (OH⁻) yang bersifat basa kuat dalam larutan NaOH 2M akan menghasilkan garam fenolat yang larut dalam air. Oleh karena itu, kelarutan produk sintesis dalam NaOH 2M mengindikasikan adanya gugus fenol dan mendukung terbentuknya senyawa basa Schiff. Sebaliknya, ketidaklarutan produk dalam akuades menunjukkan bahwa senyawa tersebut memiliki karakter non polar yang mengakibatkan sulit berinteraksi dengan molekul air yang polar, sehingga cenderung tidak larut. Berdasarkan Gambar 4.2, produk sintesis terbukti larut sempurna dalam larutan NaOH 2M, ditandai dengan terbentuknya larutan berwarna kuning jernih tanpa adanya endapan. Sebaliknya, produk tidak larut dalam aquades dan membentuk endapan.



Gambar 4. 2 Hasil kelarutan produk dengan aquades dan larutan NaOH 2M

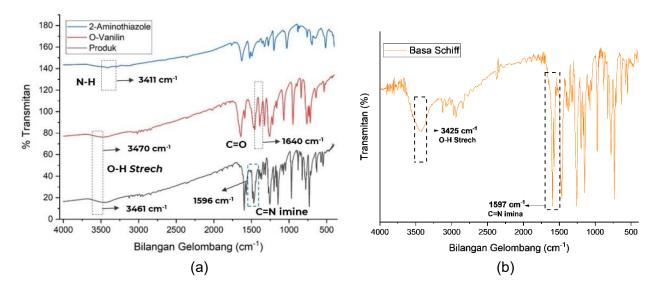
Basa Schiff merupakan senyawa fenolat, berdasarkan teori asam basa *Bronsted*-Lowry basa Schiff bersifat asam karena memiliki proton yang dapat didonorkan dari gugus fenol. Ketika dilarutkan dalam larutan NaOH 2M, proton asam ini akan diterima oleh ion hidroksida (OH⁻) yang bersifat basa kuat, membentuk ion fenolat yang bermuatan negatif dan molekul air. Ion fenolat ini akan berintraksi dengan Na⁺ dan membentuk garam fenolat yang larut dalam air. Reaksi dari produk hasil sintesis dengan NaOH dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Gambar 4. 3 Reaksi antara produk dengan NaOH

4.3 Karakterisasi Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6((tiazol-2-ilimino)metil)fenol Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) dilakukan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional yang terdapat dalam senyawa. Teknik ini memanfaatkan absorpsi radiasi inframerah oleh molekul, yang menyebabkan vibrasi ikatan kimia, sehingga menghasilkan spektrum yang khas untuk setiap gugus fungsional. Analisis spektrum FTIR pada penelitian ini bertujuan untuk memastikan terbentuknya senyawa basa Schiff, yang merupakan senyawa turunan imina dengan ikatan C=N, sebagai hasil reaksi antara senyawa 2-aminotiazol dengan o-vanilin. Spektrum FTIR dari senyawa produk yang dihasilkan dalam penelitian ini dibandingkan dengan spektrum reaktan yang telah dilaporkan dalam penelitian sebelumnya. Perbandingan ini dilakukan untuk memverifikasi keberhasilan sintesis dan mengkonfirmasi bahwa senyawa yang dihasilkan merupakan basa Schiff. Gambar

4.4 menunjukkan spektrum FTIR reaktan dan produk yang telah dilaporkan oleh Saffanah (2023) yang dibandingkan dengan spektra yang dihasilkan dari hasil produk sintesis pada penelitian ini. Spektrum tersebut memberikan gambaran awal mengenai pergeseran puncak absorpsi yang terjadi setelah reaksi, khususnya pada daerah bilangan gelombang yang menunjukkan adanya ikatan C=N, yang merupakan ciri khas dari senyawa basa Schiff.



Gambar 4. 4 (a) Hasil spektra FTIR produk sintesis (Safanah, 2023); (b) Hasil spektra FTIR

Tabel 4. 2 Perbandingan serapan reaktan dan produk basa Schiff

Cueus		Bilangan Gel	n Gelombang (cm ⁻¹)	
Gugus – Fungsi	o-vanilin ^a	2-aminotiazol ^a	Basa Schiff ^a	Produk Hasil Sintesis
-O-H- strech	3470	-	3461	3425
-C=N- imina	-	-	1596	1597
-C=O	1640	-	-	-
N-H	-	3411	-	-

a = Saffanah 2023

Berdasarkan Gambar 4.4, spektra FTIR penelitian terdahulu dengan produk yang dihasilkan menunjukkan kemiripan yang signifikan, namun terdapat perbedaan yang jelas jika dibandingkan dengan spektra reaktan. Perbedaan ini terutama terlihat pada munculnya serapan khas gugus imina (C=N), yang menjadi indikator utama terbentuknya senyawa basa Schiff. Pada penelitian sebelumnya, serapan gugus C=N dilaporkan pada bilangan gelombang 1596 cm⁻¹, sedangkan pada produk sintesis yang dihasilkan dalam penelitian ini, serapan tersebut muncul pada 1597 cm⁻¹. Hal ini mengindikasikan bahwa ikatan C=N telah terbentuk dengan baik, yang menjadi ciri khas senyawa basa Schiff. Selain itu, spektra FTIR juga menunjukkan hilangnya serapan gugus fungsi reaktan, yaitu gugus karbonil (C=O) dan amina (NH₂), yang mengkonfirmasi bahwa kedua gugus tersebut telah bereaksi membentuk gugus fungsi baru, yaitu imina (C=N). Data mengenai perbandingan serapan gugus fungsi antara

reaktan dan produk sintesis dapat dilihat pada Tabel 4.2, sedangkan untuk data lengkap perbandingan interpretasi serapan FTIR produk dengan penelitian terdahulu dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4. 3 Hasil interpretasi spektra FTIR produk yang dibandingkan dengan penelitian terdahulu.

Guana Eupasi	Bila	ıngan Gelombang (cn	1 ⁻¹)
Gugus Fungsi	Produk sintesis	Basa Schiff ^a	Literatur
-OH Strech	3425	3461	4000-3200 ^b
C _{sp} ² -H Strech	3124	3100	3100-3000 ^b
C _{sp} 3-H <i>asimetrik</i>	2939	2942	3010-2905 ^b
C _{sp} ³ -H simetrik	2846	2841	2870-2840 ^b
-C=N imina	1597	1596	1770-1600°
-C=N ring strech	1573	1569	1600-1430°
C=C aromatik	1465	1467	1520-1465 ^b
C-O-C asimetrik	1203	1335	1225-1200 ^b
C-O strech fenol	1257	1257	1260-1000 ^d
C _{sp} ² -H bending	825	824	860-780 ^b
C-S-C simetrik	779	777-731	757 ^e

Keterangan: a= Saffanah, 2023; b= Socrates et al., 2001; c=Silverstein et al., 2005; d= Pavia et al., 2001; e= Al-Saidi & Amer, 2017

4.4 Karakterisasi Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol Menggunakan Spektrofotometer GC-MS

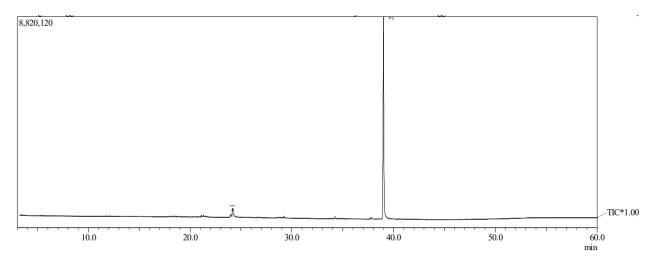
Karakterisasi basa Schiff menggunakan GC-MS bertujuan untuk memverifikasi keberadaan senyawa target, menentukan kemurnian, serta mengidentifikasi berat molekul dan strukturnya. Pada tahap kromatografi gas (GC), senyawa dalam campuran dipisahkan berdasarkan kemampuan volatilitas dan interaksinya dengan kolom, menghasilkan puncak kromatogram yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 yang mencerminkan jumlah relatif masingmasing komponen. Luas area puncak digunakan untuk menghitung kemurnian senyawa target, seperti yang terlampir dalam Tabel 4.4. Selanjutnya, spektrometri massa (MS) mengionisasi senyawa hasil pemisahan dan menghasilkan spektra massa yang menampilkan rasio (m/z) yang ditunjukkan pada Gambar 4.6. Berat molekul senyawa ditentukan dari puncak ion molekular, sedangkan pola fragmentasi pada spektra mengungkap informasi kemungkinan struktural pada senyawa.

Tabel 4. 4 Hasil karakterisasi GC-MS senyawa basa Schiff

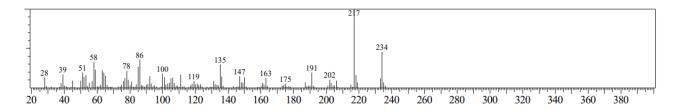
		Hasil GC-MS	
Senyawa	Waktu retensi (menit)	%Area	lon molekul (m/z)
Produk	39,016	97,63	234
Pengotor	24,157	2,37	212

Berdasarkan Gambar 4.5, kromatogram produk sintesis menunjukkan 2 puncak dengan waktu retensi dan luas area berbeda. Puncak tertinggi pada waktu retensi 39,016 menit diduga kuat merupakan senyawa target 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol, dengan persentase luas area 97,63%. Hal ini didukung oleh kesesuaian nilai m/z ion molekular yang terdeteksi dengan berat molekul teoritis senyawa target yaitu 234

g/mol. Pada spektra massa yang ditunjukan pada Gambar 4.6, base peak teramati pada m/z 217, yang menginformasikan fragmen dengan kelimpahan dan stabilitas tertinggi dibandingkan puncak lainnya. Identifikasi struktur senyawa didukung oleh dugaan pola fragmentasi yang tertera pada Gambar 4.7, yang menggambarkan mekanisme pecahnya ikatan spesifik pada senyawa target.



Gambar 4. 5 Kromatogram produk hasil sintesis



Gambar 4. 6 Hasil spektra massa senyawa hasil sintesis 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Pola fragmentasi lain :

Pola fragmentasi lain:

Gambar 4. 7 Pola fragmentasi senyawa hasil sintesis 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Beberapa hasil tersebut mengkonfirmasi bahwa puncak dominan pada kromatogram merupakan senyawa basa Schiff yang diharapkan, sementara satu puncak minor lainnya kemungkinan merupakan pengotor, dikarenakan nilai m/z yang dihasilkan tidak sesuai dengan berat molekul reaktan maupun senyawa target yang diinginkan.

4.5 Sintesis Kompleks Tembaga (II) dengan Ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol Menggunakan Metode Penggerusaan

Sintesis senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol dilakukan menggunakan metode penggerusan yang melibatkan proses terjadinya konversi energi mekanik menjadi energi panas akibat adanya tumbukan antar

molekul ligan dengan logam, dimana ion tembaga(II) (Cu²+) dari CuCl₂·2H₂O bertindak sebagai pusat logam dalam pembentukan kompleks. Pada proses ini, ligan basa Schiff berperan sebagai donor elektron. Energi mekanik dari penggerusan mempercepat reaksi substitusi ligan ini tanpa memerlukan pelarut atau pemanasan eksternal, sesuai prinsip *green chemistry*. Adapun sifat fisik produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.5

Tabel 4. 5 Hasil pengamatan sifat fisik reaktan dan produk hasil sintesis

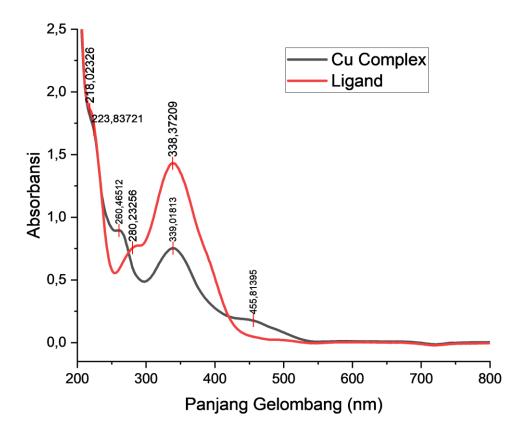
Pengamatan	Basa Schiff	Garam CuCl.2H₂O	Produk hasil sintesis
Wujud	Serbuk	Serbuk	Serbuk
Warna			
	Kuning	Hijau kebiruan	Coklat kemerahan
Massa (gram)	0,48	0,17	0,5837
Titik leleh (°C)	93,3-96,3 ^a	100 ^a	>134
Kelarutan	Metanol dan etanol	Metanol dan etanol	Metanol

a : Saffanah (2023)

Berdasarkan Tabel 4.5 didapatkan bahwa produk hasil sintesis memiliki wujud yang sama dengan reaktan namun menghasilkan warna yang berbeda, dimana ligan basa Shiff memiliki warna kuning sedangkan untuk garam CuCl₂.2H₂O memiliki warna hijau kebiruan, dan hasil dari produk sintesis berwarna coklat kemerahan. Perbedaan warna ini dapat menjadi indikasi awal senyawa baru telah terbentuk yaitu senyawa kompleks. Titik leleh yang dihasilkan produk sintesis senyawa kompleks lebih besar dari kedua reaktan, titik leleh yang dihasilkan senyawa kompleks sebesar >134 sedangkan untuk ligan basa Schiff memiliki titik leleh sebesar 93,3-96,3°C dan untuk garam CuCl₂.2H₂O memliki titik leleh sebesar 100°C. Perbedaan titik leleh dari reaktan tersebut juga menjadi salah satu indikasi bahwa senyawa kompleks telah terbentuk dengan peningkatan kestabilan termal akibat ikatan koordinasi liganlogam. Selain itu juga kelarutan produk hasil sintesis hanya dapat larut pada metanol dan tidak larut dalam etanol. Adanya perbedaan dari warna, titik leleh dan kelarutan dapat diduga bahwa senyawa baru telah terbentuk.

4.6 Karakterisasi Kompleks basa Schiff Menggunakan UV-Vis

Analisis UV-Vis dilakukan untuk melihat perubahan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) pada ligan setelah membentuk senyawa kompleks dengan logam. Pengukuran dilakukan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis dalam rentang 200–800 nm menggunakan pelarut metanol. Hasilnya menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum ligan bergeser setelah berikatan dengan logam, yang terlihat dari perbedaan data pada Tabel 4.6 dan Gambar 4.8.



Gambar 4. 8 Perbandingan panjang gelombang maksimum ligan basa Schiff dan senyawa kompleks

Tabel 4. 6 Perbandingan panjang gelombang maksimum ligan basa Schiff dan senyawa kompleks

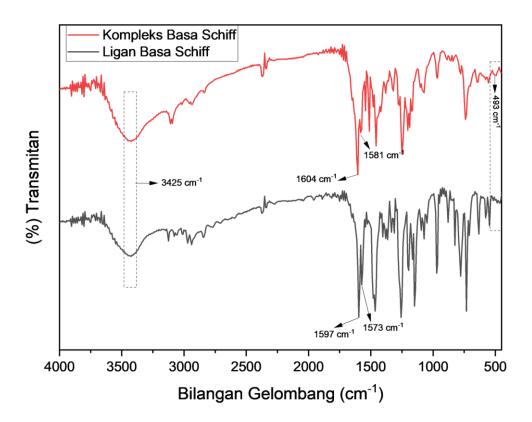
Senyawa	Transisi Serapan (nm)	Transisi pita
Ligan Basa Schiff	218,02; 280,23; 338,37	$\pi ightarrow \pi^{\star}; \pi ightarrow \pi^{\star}; n ightarrow \pi^{\star}$
Kompleks Basa Schiff	223,84; 260,46; 339,02; 455,81	$m{\pi} ightarrow m{\pi}^*$; LMCT ; n $ ightarrow m{\pi}^*$; d-d;

Berdasarkan Tabel 4.6, dapat diamati bahwa ligan basa Schiff menunjukkan λ_{maks} pada 218,02 nm dan 280,23 nm. Nilai λ_{maks} ini mengindikasikan adanya transisi $\pi \to \pi^*$ yang berasal dari kromofor C=C aromatik dan kromofor C=N pada gugus azometin (Ejidike & Ajibade, 2017). Selanjutnya pada ligan terdeteksi serapan λ_{maks} pada 338,37 nm yang menunjukkan adanya transis $n \to \pi^*$. Sedangkan pada senyawa kompleks terdeteksi empat serapan λ_{maks} . Serapan pertama teramati pada 223,84 yang mengindikasikan adanya transisi $\pi \to \pi^*$ dengan serapan tinggi yang berasal dari C=C aromatik pada ligan. Kemudian terdapat serapan baru yaitu 260,46 nm, yang menunjukkan transisi *ligand to metal charge transfer* (LMCT). Pada umumnya serapan LMCT berada pada daerah UV dengan intensitas tinggi dikarenakan transisinya diperbolehkan, tetapi dalam kasus logam pada bilangan oksidasi tinggi serta ligan yang memiliki PEB dengan energi realtif tinggi serapan akan berada pada daerah *visible*

(Atkins, 2010). Cu(II) memiliki bilangan oksidasi rendah sehingga serapan LMCT muncul pada daerah UV. Serapan selanjutnya muncul pada 339,02 nm, menunjukkan transisi n $\rightarrow \pi^*$. Serapan berikutnya terdeteksi pada daerah 455,67 yang menunjukkan serapan d-d yang memiliki intensitas rendah karena transisi d-d merupakan transisi yang *forbidden* berdasarkan aturan Laporte. Berdasarkan Gambar 2.7 serapan d-d yang memungkinakan terjadi yakni ${}^2B_{1g}$ $\rightarrow {}^2E_g$, ${}^2B_{1g} \rightarrow {}^2B_{2g}$, dan ${}^2B_{1g} \rightarrow {}^2A_{1g}$. Hasil yang didapatkan menunjukkan satu puncak serapan, kemungkinan terjadinya tumpang tindih antar puncak (Effendy, 2007). Dengan terdapatnya transisi LMCT dan serapan d-d dapat mengkonfirmasi bahwa kompleks telah terbentuk.

4.7 Karakterisasi Kompleks basa Schiff Menggunakan FTIR

Karakterisasi senyawa kompleks menggunakan spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi, mengidentifikasi ikatan koordinasi logam-ligan, serta memvalidasi keberhasilan pembentukan senyawa kompleks. Analisis ini mencakup rentang bilangan gelombang 4000–300 cm⁻¹. Pergeseran serapan gugus fungsi atau munculnya puncak baru pada daerah *fingerprint*, mengindikasikan adanya interaksi antara ion logam Cu(II) dengan atom donor dari ligan. Perbandingan spektra antara ligan bebas dan senyawa kompleks dapat diamati pada Gambar 4.9.



Gambar 4. 9 Perbandingan spektrum FTIR ligan dan senyawa kompleks

Tabel 4. 7 Perbandingan serapan gugus fungsi ligan dan senyawa kompleks

Gugus Eungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		
Gugus Fungsi	Ligan Basa Schiff	Kompleks Basa Schiff	
-OH strech	3425	3425	
-C=N <i>imina</i>	1597	1604	
-C=N <i>Ring</i>	1573	1581	
Cu-N	-	493	
C-O strech fenol	1257	1249	

Tabel 4. 8 Hasil Interpretasi spektra FTIR ligan dengan kompleks dan dibandingkan dengan penelitian terdahulu

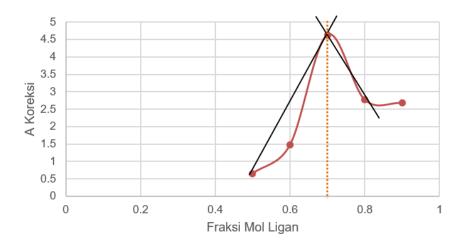
Cuque fungei	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
Gugus fungsi	Ligan Basa Schiff	Kompleks Basa Schiff	Literatur	
-OH strech	3425	3425	4000-3200 ^a	
Csp3-H asimetrik	2939	2939	3010-2905ª	
-C=N imina	1597	1604	1770-1600 ^b	
C=N ring	1573	1581	1600-1430 ^b	
C=C aromatik	1465	1458	1520-1465ª	
C-O-C	1203	1203	1225-1200ª	
C-O strech fenol	1257	1249	1260-1000°	
C-S-C	779	779	757 ^d	
Cu-N	-	493	474 ^e	

Keterangan: a= Socrates et al., 2001; b=Silverstein et al.,2005; c= Pavia et al., 2001; d= Al-Saidi & Amer, 2017; e= Ejidike & Ajibade, 2017

Berdasarkan data FTIR yang disajikan dalam Tabel 4.7 dan 4.8, spektrum senyawa kompleks menunjukkan munculnya serapan baru pada bilangan gelombang 493 cm⁻¹ yang mengindikasikan adanya vibrasi ikatan Cu-N (logam-nitrogen). Serapan Cu-N pada 493 cm⁻¹ dikaitkan dengan interaksi ion Cu(II) dan atom nitrogen dari gugus C=N imina dan C=N ring. Hasil dari penelitian terdahulu oleh Saffanah (2023) yang menggunakan reagen yang sama melaporkan rentang serapan Cu-N pada 399-416 cm⁻¹. Penelitian lain yang dilakukan oleh Ejidike & Ajibade (2017) yang mengamati serapan Cu-N pada 474 cm⁻¹ dari kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II). Pembentukan ikatan koordinasi ini diperkuat oleh pergeseran bilangan gelombang vibrasi ulur C=N imina dan C=N ring pada ligan. Sebelum berkoordinasi, gugus C=N ligan terdeteksi pada bilangan gelombang 1597 cm⁻¹. Namun, setelah pembentukan kompleks, serapan ini mengalami pergeseran ke bilangan gelombang yang lebih kuat yaitu 1604 cm⁻¹, selain itu juga terjadi pergeseran bilangan gelombang C=N ring dari bilangan gelombang 1573 cm⁻¹ menjadi 1581 cm⁻¹ yang mengkonfirmasi partisipasi atom nitrogen dalam pembentukan ikatan koordinasi dengan ion Cu(II). Pergeseran bilangan gelombang C=N kearah yang lebih tinggi memiliki kemungkinan diakibatkan karena terjadinya ikatan balik (back bonding) yang mengakibatkan ikatan C=N menjadi lebih pendek dan lebih kaku . Koordinasi logam dengan Nitrogen dapat dijelaskan berdasarkan teori Hard Soft Acid Base (HSAB), di mana ion Cu(II), yang bersifat asam *intermediate*, cenderung berinteraksi dengan atom nitrogen yang memiliki sifat basa serupa (Fitriah et al., 2012). Hal ini menjelaskan mengapa hanya terjadi pergeseran pada panjang gelombang ikatan C=N. Sementara itu, tidak terjadi pergeseran pada ikatan -OH karena oksigen dalam gugus -OH memiliki sifat basa keras (Abdelmohsen et al., 2017). Namun terdapat pergeseran C-O *strech fenol* yang memiliki kemungkinan bahwa logam memiliki interaksi dengan oksigen. Pergeseran pita C-O fenol ke frekuensi lebih rendah (melemahnya ikatan) tanpa perubahan signifikan pada pita O-H memungkinakan terjadinya interaksi elektrostatik antara Cu^{2+} dan oksigen fenolik. Cu(II) bermuatan +2 menciptakan medan elektrostatik kuat yang berinteraksi dengan muatan parsial negatif pada oksigen fenolik (-δ), menyebabkan polarisasi ikatan C-O. Interaksi ini mengurangi kerapatan elektron pada ikatan C-O. Meskipun O-H tidak terdeprotonasi, medan elektrostatik Cu^{2+} menginduksi redistribusi elektron dalam gugus fenol, yang tercermin pada perubahan C-O tanpa memengaruhi O-H (Chen et al., 2024).

4.8 Penentuan Perbandingan Jumlah Ligan dan Logam Menggunakan Metode Job

Metode Job digunakan untuk menentukan perbandingan stoikiometri antara ion logam dan ligan dalam sintesis senyawa kompleks melalui analisis serapan UV-Vis. Metode ini didasarkan pada prinsip bahwa perubahan absorbansi maksimum suatu kompleks bergantung pada variasi fraksi mol komponen penyusunnya. Dengan demikian, nilai fraksi mol yang menunjukkan absorbansi maksimum dapat digunakan untuk menentukan rasio molar logamligan dalam kompleks yang terbentuk. Pada penelitian ini, larutan ion Cu(II) yang diperoleh dari CuCl₂·2H₂O dan ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol dilarutkan dalam metanol dengan variasi perbandingan molar yang berbeda. Selanjutnya, absorbansi setiap campuran diukur pada panjang gelombang kompleks yaitu pada 339 nm dan hasilnya diplot dalam kurva Job yang tertera pada Gambar 4.10.



Gambar 4. 10 Kurva metode Job

Gambar 4.10 menyajikan grafik absorbansi terkoreksi (A) sebagai fungsi fraksi mol ligan, yang menggambarkan hubungan antara komposisi molar campuran reaktan dengan intensitas serapan senyawa kompleks yang terbentuk. Dalam metode Job, perbandingan

stoikiometri kompleks dapat ditentukan dengan mengidentifikasi titik fraksi mol di mana absorbansi maksimum tercapai. Analisis ini dilakukan dengan menggunakan metode garis singgung, yaitu dengan menarik garis singgung dari sisi kiri dan kanan puncak kurva. Titik potong antara kedua garis singgung ini, yang kemudian diproyeksikan ke sumbu X, menunjukkan nilai fraksi mol ligan yang berperan dalam pembentukan kompleks. Berdasarkan hasil analisis grafik, titik potong tersebut terletak pada fraksi mol ligan sebesar 0,7. Nilai ini menunjukkan bahwa dalam campuran optimum, 70% dari total mol berasal dari ligan, sementara 30% berasal dari ion logam Cu(II). Berdasarkan perhitungan fraksi mol tersebut, rasio molar antara ion logam Cu²⁺ dan ligan dalam kompleks yang terbentuk adalah 1:2. Artinya, setiap satu mol ion logam Cu(II) berkoordinasi dengan dua mol ligan 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol.

Gambar 4. 11 Prediksi struktur berdasarkan hasil FTIR dan metode Job: (a) Persegi planar Cu(L)₂ (b) oktahedral terdistorsi Cu(L)₂(Cl) ₂ (c) oktahedral terdistorsi [Cu(L)₂(H₂O)₂].Cl₂ (d) oktahedral terdistorsi [Cu(L)₂(H₂O)(Cl)].Cl (e) persegi planar [Cu(L)₂].Cl₂

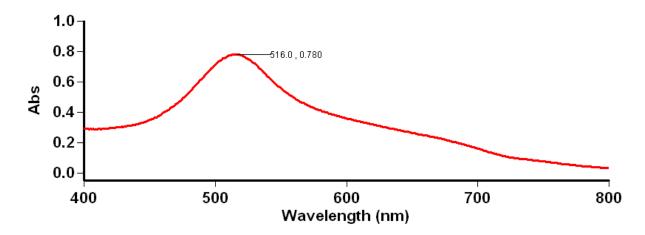
Berdasarkan hasil UV-Vis, FTIR, dan metode Job, dapat diprediksikan struktur kompleks yang dihasilkan dan ditujukkan pada Gambar 4.11. Kemungkinan geometri dari

kompleks dengan ion pusat Cu(II) adalah geometri persegi planar dan oktahedral terdistorsi. Berdasarkan hasil UV-Vis pada senyawa kompleks, terdapat *splitting* orbital d dengan ditandai terdeteksinya puncak serapan pada daerah *visible*, hal ini dapat memperkuat dugaan senyawa kompleks memiliki geometri persegi planar ataupun oktahedral terdistorsi. Pada prediksi (a) geometri yang terbentuk adalah persegi planar dengan ion pusat berkoordinasi dengan 4 PEB ligan. Sedangkan pada (b), (c), dan (d) bentuk geometri ini berkoordinasi dengan 6 PEB, 4 PEB berasal dari ligan dan 2 PEB dari garam CuCl₂.2H₂O baik dari atom Cl, H₂O maupun dari keduanya. Sedangkan pada prediksi (e) kompleks membentuk kelat tridentat dikarenkan pada hasil FTIR terdapat pergeseran C-O *vibratin phenol* yang memiliki kemungkinan O pada fenol ikut berintraksi dengan logam yang menyebabkan ikatan C-O melemah.

4.9 Uji Antioksidan Senyawa Kompleks dengan Metode DPPH

4.9.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum DPPH

Panjang gelombang maksimum DPPH ditentukan berdasarkan serapan maksimum larutan DPPH pada spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 400-800nm. Hasil analisis menunjukkan bahwa DPPH memiliki serapan maksimum pada panjang gelombang maksimal sebesar 516 nm. Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Ejidike & Ajibade (2015) panjang gelombang maksimum yang digunakan adalah 517nm dengan warna komplementer ungu. Hasil dari penentuan panjang gelombang maksimum ini nantinya akan digunakan untuk uji aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff, Kompleks dan vitamin C. Spektrum UV-Vis untuk panjang gelombang maksimum DPPH ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4. 12 Spektra panjang gelombang maksimum DPPH

4.9.2 Pengukuran Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks Basa Schiff

Metode 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) digunakan sebagai parameter efektif dan efisien untuk mengukur aktivitas antioksidan *in vitro* melalui mekanisme penangkapan radikal bebas. Prinsipnya, DPPH (berwarna ungu) yang berstatus sebagai radikal stabil akan tereduksi menjadi senyawa DPPH-H (berwarna kuning) setelah bereaksi dengan senyawa

antioksidan (H-D) yang mendonorkan atom hidrogen atau elektron. Reaksi ini dapat digambarkan sebagai:

$$DPPH \cdot + H-D \rightarrow DPPH-H + D \cdot$$
(Ungu) (Kuning)

Dalam pengujian aktivitas antioksidan suatu sampel, penggunaan larutan kontrol adalah penting untuk menentukan persentase aktivitas antioksidan. Absorbansi larutan kontrol, yang diperoleh melalui analisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis, merepresentasikan absorbansi awal dari larutan radikal DPPH sebelum penambahan sampel dan dilambangkan sebagai Ao. Nilai Ao ini mencerminkan kuantitas radikal DPPH awal sebelum reaksi dengan sampel. Selanjutnya, absorbansi larutan DPPH setelah penambahan sampel dilambangkan sebagai Ao. Perbedaan antara Ao dan Ao merupakan dasar perhitungan persentase aktivitas antioksidan sampel. Semakin besar perbedaan antara nilai absorbansi kontrol (Ao) dan absorbansi sampel (Ao), mengindikasikan semakin efektif sampel dalam menetralkan radikal DPPH menjadi bentuk DPPH-H. Uji aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff dan ligan basa Schiff dilakukan dengan menggunakan variasi konsentrasi sebesar 12,5; 25; 50; 100; 200; dan 500 ppm. Sebagai pembanding, vitamin C juga diuji dengan variasi konsentrasi yang lebih rendah, yaitu 1,25; 2,5; 5; 10; 20; dan 30ppm mengingat potensi aktivitas antioksidannya yang lebih tinggi.

Untuk mengetahui adanya aktivitas antioksidan suatu sampel dengan uji DPPH, dapat menggunakan parameter uji berdasarkan nila IC $_{50}$ yang berasal dari perhitungan %inhibisi yang didapatkan. IC $_{50}$ sendiri adalah konsentrasi yang dapat meredam 50% radikal bebas DPPH. Semakin kecil nilai IC $_{50}$ maka semakin kuat aktivitas antioksidannya (Widyasanti et al., 2016). Nilai IC $_{50}$ diperoleh dari pengolahan data antara log konsentrasi dan %inhibisi menggunakan regresi non liniar (*Regression for analayzing doseresponse data*) software *GraphPad Prism* 8.

Tabel 4. 9 Nilai IC₅₀ Ligan Basa Schiff, kompleks basa Schiff dan vitamin C

Sampel	IC ₅₀ (ppm)	Kekuatan
Ligan Basa Schiff	352	Lemah
Kompleks Basa Schiff	101,1	Sedang
Vitamin C	4,58	Kuat

Hasil analisis yang terangkum dalam Tabel 4.9 menunjukkan bahwa nilai IC_{50} kompleks basa Schiff lebih rendah dibandingkan dengan ligan basa Schiff. Temuan ini mengindikasikan bahwa kompleks basa Schiff memiliki aktivitas antioksidan yang secara signifikan lebih kuat daripada ligan pembentuknya. Peningkatan aktivitas antioksidan ini diduga berasal dari stabilisasi struktur elektronik ligan setelah berkoordinasi dengan ion logam. Koordinasi dengan ion logam dapat meningkatkan kemampuan ligan untuk mendonorkan atom hidrogen dalam

menetralkan radikal bebas (Ejidike & Ajibade, 2015). Pada senyawa kompleks yang terikat oleh beberapa ligan basa Schiff memiliki kemampuan untuk menetralkan radikal lebih baik, karena H radikal yang didonorkan lebih banyak dibanding dengan senyawa ligan itu sendiri (Awolope et al., 2023). Selain itu Cu(II) dapat berperan sebagai reduktor yang mampu menarik elektron yang tidak berpasangan pada senyawa radikal dan menetralkan radikal bebas (Saif et al., 2016). Dari kedua kemampuan tersebutlah yang menyebabkan aktivitas antioksidan pada kompleks menjadi lebih baik dibandingkan dengan ligannya. Nilai IC₅₀ kompleks basa Schiff yang tercatat sebesar 101,1 ppm termasuk dalam kategori antioksidan sedang, karena berada pada rentang nilai IC_{50} 101-250 ppm (Latu & Wahid Suleman, 2023). Meskipun demikian, aktivitas antioksidan kompleks basa Schiff ini masih berada di bawah potensi vitamin C yang menunjukkan nilai IC₅₀ sebesar 4,58 ppm. Akan tetapi, hasil ini tetap menegaskan bahwa kompleks basa Schiff memiliki potensi sebagai agen antioksidan yang lebih baik dari ligan basa Schiffnya. Temuan ini sesuai dengan studi yang dilakukan oleh Awolope et al. (2023) yang mendapatkan nilai IC₅₀ ligan 5.59 ± 1.16 µg/ml sedangkan untuk nilai IC₅₀ Kompleks 3.24 ± 1.37 μg/ml hal ini juga menunjukkan bahwa kompleks basa Schiff memiliki aktivitas antioksidan yang lebih unggul. Selain itu Ejidike & Ajibade (2015) juga mendapatkan nilai IC₅₀ ligan 4.24 ± 1.23 μM sedangkan nilai IC₅₀ Kompleks 2.08 ± 0.47 μM.

4.10 Keterkaitan Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Penelitian ini berhasil mensintesis senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino)metil)fenol dan kompleksnya dengan ion Cu(II) melalui metode *green synthesis* berbasis penggerusan. Proses sintesis yang dilakukan tanpa pelarut dan katalis sehingga ramah lingkungan. Karakterisasi FTIR mengonfirmasi terbentuknya ikatan C=N khas basa Schiff pada ligan (1598 cm $^{-1}$) dan vibrasi Cu-N pada kompleks (424 cm $^{-1}$). Sementara itu, spektrum UV-Vis kompleks menunjukkan serapan d \rightarrow d pada 585 nm, mengindikasikan koordinasi antara logam dan ligan telah terbentuk. Uji aktivitas antioksidan dengan metode DPPH menunjukkan peningkatan signifikan pada kompleks (IC $_{50}$ = 101,1 ppm) dibandingkan ligan bebas (IC $_{50}$ = 352 ppm), meskipun masih di bawah vitamin C (4,58 ppm). Peningkatan aktivitas ini disebabkan oleh stabilisasi struktur elektronik ligan setelah koordinasi dengan Cu(II), yang memfasilitasi donasi elektron ke radikal bebas. Hasil metode Job menunjukkan rasio logam-ligan 1:2 yang menjadikan kompleks memiliki efisiensi lebih baik dalam meredam radikal bebas dibandingkan dengan ligan pembentuknya.

Hasil penelitian ini sejalan dengan ajaran Islam yang menekankan hikmah penciptaan alam semesta dan pentingnya berikhtiar dalam kehidupan. Allah SWT menciptakan alam semesta beserta segala isinya dengan penuh perencanaan, keharmonisan, dan hikmah yang mendalam. Setiap ciptaan-Nya, baik yang tampak maupun yang masih tersembunyi, mengandung manfaat besar untuk kemaslahatan manusia. Penemuan dari penelitian ini menunjukkan bahwa ketika suatu senyawa direaksikan, ia menghasilkan senyawa baru yang

lebih bermanfaat. Hal ini menunjukkan bahwa Allah SWT tidak menciptakan sesuatu dengan sia-sia, setiap unsur di alam semesta memiliki tujuan mulia dan manfaat tersendiri yang harus diungkap oleh manusia melalui penelitian, pengamatan, dan akal pikiran yang telah Allah anugerahkan. Sebagaimana firman-Nya dalam QS. Sad: 27:

Artinya: "Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian ini adalah anggapan orangorang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka (QS. Sad:27)".

Ayat di atas memiliki makna setiap ciptaan Allah SWT, baik yang berada di langit maupun di bumi, serta segala isinya, mengandung hikmah dan rahasia yang bermanfaat bagi kebaikan manusia. Ada nilai-nilai positif dalam setiap makhluk ciptaan-Nya, baik yang telah disadari oleh manusia maupun yang masih tersembunyi (Al-Maroghi & Ahmad Mustofa, 1974). Semua yang ada di dunia ini diciptakan oleh Allah dengan kesempurnaan, ketelitian, keindahan, dan keteraturan. Ini menunjukkan bahwa Allah tidak menciptakan sesuatu secara sembarangan, melainkan dengan tujuan dan arah yang jelas serta penuh makna (Shihab, 2009). Dengan kata lain, semua ciptaan Allah adalah cerminan dari kebijaksanaan-Nya yang luar biasa, di mana segala sesuatunya memiliki peran penting dalam menjaga keseimbangan dan kemaslahatan hidup manusia. Penelitian terhadap senyawa kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) bukan hanya upaya ilmiah, tetapi juga bentuk *tafakkur* yang diperintahkan dalam QS. Al-Jaatsiyah: 13:

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

menurut tafsir Al-Maragi (1993) bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah SWT ciptakan dengan sia-sia, bahkan semua ciptaan-Nya adalah *haq* (benar), yang mengandung hikmah dan maslahat yang besar. Sehingga manusia sebagai khalifah di bumi, hendaknya memikirkan tentang penciptaan alam tersebut . Ayat ini mengajarkan bahwa manusia wajib menggunakan akal dan ilmu pengetahuan untuk memahami fenomena alam dan menyingkap rahasia alam semesta sebagai wujud syukur atas nikmat Allah. Dengan demikian, upaya penelitian dan eksplorasi ilmiah bukan hanya bentuk ikhtiar, tetapi juga merupakan wujud pengabdian kepada Allah SWT dalam rangka memakmurkan bumi dan meningkatkan kualitas hidup umat manusia.

Secara ilmiah, penelitian ini membuktikan keunggulan metode *green synthesis* dalam mensintesis senyawa kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) dengan efisiensi tinggi, stabilitas termal yang baik, dan aktivitas antioksidan yang meningkat signifikan setelah koordinasi logam. Secara teologis, temuan ini merefleksikan kebenaran QS. Sad (38): 27

bahwa alam diciptakan dengan hikmah, serta QS. Al-Jaatsiyah (45): 13 yang mendorong umat Islam untuk menggunakan akal dalam menggali rahasia alam. Integrasi sains dan agama dalam penelitian ini menunjukkan bahwa upaya memahami mekanisme kimia dan mengembangkan senyawa bermanfaat adalah bagian dari ibadah melalui pemanfaatan nikmat ilmu dan alam.

Penelitian yang telah dilakukan juga mencerminkan nilai-nilai maqāṣid syarī'ah yang merupakan tujuan luhur dari pensyariatan Islam. Menurut ulama Asy-Syatibi, Maqāsid syarī ah bertujuan untuk mewujudkan kemaslahatan dan menolak kemafsadahan dalam seluruh aspek kehidupan manusia, baik di dunia maupun di akhirat (Sarwat, 2019). Imam Al-Ghazali menyatakan bahwasanya pada maqāṣid syarī'ah terdapat lima pokok kebutuhan primer yang harus dijaga, yakni hifdh al-dîn (menjaga agama), hifdh al-nafs (menjaga jiwa), hifdh al-'aql (menjaga akal), hifdh al-nasl (menjaga keturunan), dan hifdh al-mâl (menjaga harta). Dalam penelitian ini, terdapat tiga aspek utama maqāsid syarīʿah yang tercermin. Pertama, hifz alnafs (menjaga jiwa). Hasil pengujian menunjukkan bahwa kompleks tembaga(II) dari basa Schiff memiliki aktivitas antioksidan yang lebih tinggi dibandingkan ligannya. Aktivitas antioksidan berperan penting dalam menetralisasi radikal bebas yang dapat merusak sel dan jaringan tubuh, sehingga secara langsung berkontribusi pada upaya menjaga kesehatan dan kelangsungan hidup. Upaya menjaga kesehatan ini merupakan implementasi dari maqāṣid darūriyyāh, yakni kebutuhan pokok yang harus dipenuhi untuk menjamin keberlangsungan hidup manusia (Sutisna et al., 2021). Kedua kegiatan penelitian ini mencerminkan hifz al-'agl (menjaga akal). Pengembangan dan penerapan ilmu pengetahuan dalam memahami struktur kimia, reaktivitas senyawa, dan aktivitas biologisnya merupakan bentuk optimalisasi fungsi akal yang dikaruniakan oleh Allah SWT. Ketiga penelitian ini juga dapat dimaknai sebagai wujud dari *ḥifz al-dīn* (menjaga agama). Penelitian yang bertujuan membawa manfaat bagi umat manusia dan dilakukan dengan niat yang ikhlas merupakan bentuk ibadah, karena segala aktivitas yang bernilai kebaikan dan dilakukan atas dasar keimanan kepada Allah termasuk dalam kategori amal şalih. Dengan demikian, penelitian ini tidak hanya berkontribusi pada kemajuan kimia dan medis tetapi juga menjadi sarana memaknai kebesaran Allah, sekaligus langkah dalam mewujudkan kesejahteraan manusia sesuai prinsip Islam yang rahmatan lil alamin.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

- 1. Senyawa kompleks yang dihasilkan memiliki karakteristik berwarna coklat kemerahan dengan titik leleh >134. Karakterisasi menggunakan spektrum UV-Vis menunjukkan adanya pergeseran antara ligan dan senyawa kompleks, yaitu dari 338,37 nm menjadi 339,02 nm, dari 218,02 nm dan 280,23 nm menjadi 223,83 nm dan 260,06 nm. Serta terbentuk serapan baru pada senyawa kompleks pada panjang gelombang 455,67 yang mengindikasikan bahwa pembentukan senyawa kompleks telah berhasil terjadi setelah ligan berinteraksi dengan ion logam Cu(II). Hasil analisis FTIR menunjukkan adanya serapan baru pada bilangan gelombang 493 cm⁻¹ yang menandakan pembentukan ikatan antara Cu-N. Selain itu, pergeseran bilangan gelombang pada masing-masing gugus fungsi turut memperkuat bukti terbentuknya senyawa kompleks tersebut. Metode Job menunjukkan bahwa ion logam Cu(II) berikatan dengan dua ligan basa Schiff.
- 2. Senyawa kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) memiliki aktivitas yang lebih baik dari ligan pembentuknya dengan nilai IC_{50} 101,1ppm sedangkan pada ligan nilai IC_{50} 352pm

5.2 Saran

- 1. Perlu dilakukan karakterisasi senyawa kompleks memnggunakan XRD single kristal untuk mengetahui struktur pasti senyawa kompleks, serta dilakukan kristalisasi senyawa kompeleks untuk mendapatkan senyawa murni dari produk sintesis tersebut.
- 2. Perlu dilakukan ujii aktifitas biologis lainnya seperti uji toksisitas, antibakteri dan lainlain.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdelmohsen, A. H., Rouby, W. M. A. E., Ismail, N., & Farghali, A. A. (2017). Morphology Transition Engineering of ZnO Nanorods to Nanoplatelets Grafted Mo8O23-MoO2 by Polyoxometalates: Mechanism and Possible Applicability to other Oxides. *Scientific Reports*, 7(1). https://doi.org/10.1038/s41598-017-05750-x
- Achar, T. K., Bose, A., & Mal, P. (2017). Mechanochemical synthesis of small organic molecules. *Beilstein Journal of Organic Chemistry*, 13, 1907–1931. https://doi.org/10.3762/bjoc.13.186
- Al-Maragi. (1993). Tafsir Al-Maragi Juz: 25, 26, dan 27. CV Toha Putra.
- Al-Saidi, S. F., & Amer, N. (2017). The Molecular Structural and Spectroscopic Study (IR, Raman, UV and NMR) for 2-Carbaldehyde oxime-5-nitrothiophene Molecule bt the DFT Meethode. *J. Pahrm*, *1*, 103–109.
- Antony, R., Theodore David Manickam, S., Saravanan, K., Karuppasamy, K., & Balakumar, S. (2013). Synthesis, spectroscopic and catalytic studies of Cu(II), Co(II) and Ni(II) complexes immobilized on Schiff base modified chitosan. *Journal of Molecular Structure*, 1050, 53–60. https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2013.07.006
- Ashraf, M., Mahmood, K., Wajid, A., Maah, M., & Yusoff, I. (2011). Synthesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases. *IPCBEE*, 10.
- Atkins, P. (2010). Inorganic Chemistry (Fifth). W. H. Freeman and Company.
- Awolope, R. O., Ejidike, I. P., & Clayton, H. S. (2023a). Schiff base metal complexes as a dual antioxidant and antimicrobial agents. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, *13*(3), 132–140. https://doi.org/10.7324/JAPS.2023.91056
- Awolope, R. O., Ejidike, I. P., & Clayton, H. S. (2023b). Schiff base metal complexes as a dual antioxidant and antimicrobial agents. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, *13*(3), 132–140. https://doi.org/10.7324/JAPS.2023.91056
- 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*, 74(12), 2055–2068. https://doi.org/10.1080/00958972.2021.1942861
- Bost, M., Houdart, S., Oberli, M., Kalonji, E., Huneau, J. F., & Margaritis, I. (2016). Dietary copper and human health: Current evidence and unresolved issues. In *Journal of Trace Elements in Medicine and Biology* (Vol. 35, pp. 107–115). Elsevier GmbH. https://doi.org/10.1016/j.jtemb.2016.02.006
- Brodowska, K. M., Lodyga-Chruscinska, E., & Brodowska, K. (2014). *Schiff bases-Interesting range of applications in various fields of science*. https://www.researchgate.net/publication/285986148
- Chandra Shekhar, T., & Anju, G. (2014). Antioxidant Activity by DPPH Radical Scavenging Method of Ageratum conyzoides Linn. Leaves. In *American Journal of Ethnomedicine* (Vol. 1, Issue 4). www.ajethno.comhttp://www.ajethno.com
- Chen, Z., Świsłocka, R., Choińska, R., Marszałek, K., Dąbrowska, A., Lewandowski, W., & Lewandowska, H. (2024). Exploring the Correlation Between the Molecular Structure and Biological Activities of Metal–Phenolic Compound Complexes: Research and Description of the Role of Metal Ions in Improving the Antioxidant Activities of Phenolic Compounds. In *International Journal of Molecular Sciences* (Vol. 25, Issue 21). Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI). https://doi.org/10.3390/ijms252111775
- Cotton, F. A., & Wilkinson, G. (1989). Basic Inorganic Chemistry.

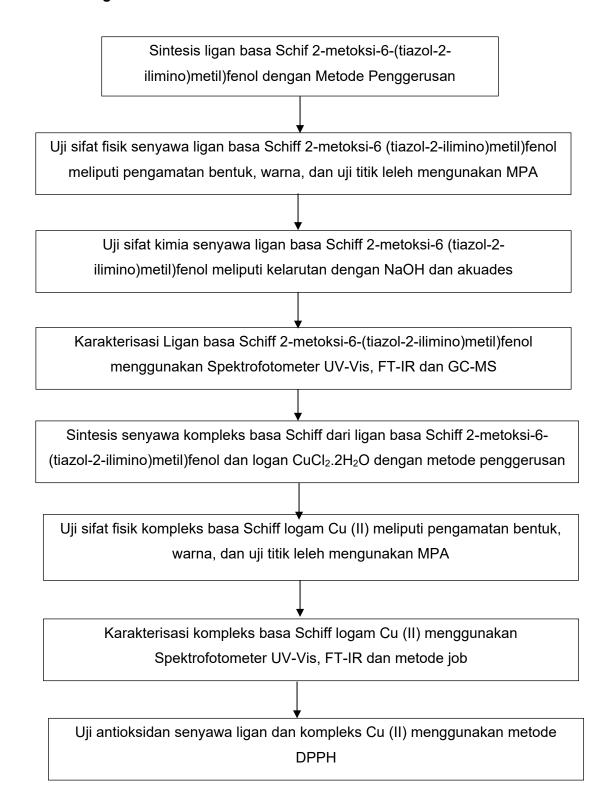
- Dachriyanus. (2004). *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (LPTIK) Universitas Andalas.
- Dewi, A. S. (2022). Standarisasi Metode Deteksi dan Identifikasi Mikroplastik Berbasis FTIR-Imaging Microscopy dengan Pendekatan Mapping. Universitas Katolik Soegijapranta.
- Dharmayanti, A. (2015). Synthesis of Active Complex Manganese (II) with Ligand 2(4-Nitrophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazole.
- Effendy. (2007). Kimia Koordinasi (Jilid Satu). Bayumedia Publishing.
- Ejidike, I. P., & Ajibade, P. A. (2015). Synthesis, characterization and biological studies of metal(II) complexes of (3E)-3-[(2-{(E)-[1-(2,4-Dihydroxyphenyl) ethylidene]amino}ethyl)imino]-1-phenylbutan-1-one schiff base. *Molecules*, 20(6), 9788–9802. https://doi.org/10.3390/molecules20069788
- Ejidike, I. P., & Ajibade, P. A. (2017). Synthesis, Spectroscopic, Antibacterial and Free radical scavenging studies of Cu(II), Ni(II), Zn(II) and Co(II) complexes of 4,4'-{ethane-1,2-diylbis[nitrilo(1E)eth-1-yl-1-ylidene]}dibenzene-1,3-diol Schiff base.
- Fahriyah, L. D. (2021). Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu (II) dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-(((4-metoksifenil) imino)metil)fenol. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Fitriah, H., Mahatmanti, F. W., & Wahyuni, D. S. (2012). Pengaruh Konsentrasi pada Pembuatan Membran Kitosan terhadap Selektivitas Ion Zn(II) dan Fe(II). *J. Chem. Sci*, 1(2). http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs
- Handoyo Sahumena, M., Nurrohwinta Djuwarno, E., Farmasi, J., Farmasi, F., Halu Oleo, U., HEA Mokodompit, J., Hijau Bumi Tridharma Anduonohu Kendari, K., Olahraga dan Kesehatan, F., Kunci, K., UV-Vis, S., & Mefenamat, A. (2020). Identifikasi Jamu yang Beredar di Kota Kendari menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Journal Syifa Sciences and Clinical Research*, 2(2). http://ejurnal.ung.ac.id/index.php/jsscr,E-
- Harris, D. C. (1997). *Quantitative Chemical Analysis: Vol. Vol. III.* W. H. Freeman and Company.
- Howsaui, H. B., Sharfalddin, A. A., Abdellattif, M. H., Basaleh, A. S., & Hussien, M. A. (2021). Synthesis, spectroscopic characterization and biological studies of mn(li), cu(ii), ni(ii), co(ii) and zn(ii) complexes with new schiff base of 2-((pyrazine-2-ylimino)methyl)phenol. *Applied Sciences (Switzerland)*, 11(19). https://doi.org/10.3390/app11199067
- Iftikhar, B., Javed, K., Khan, M. S. U., Akhter, Z., Mirza, B., & Mckee, V. (2018). Synthesis, characterization and biological assay of Salicylaldehyde Schiff base Cu(II) complexes and their precursors. *Journal of Molecular Structure*, 1155, 337–348. https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2017.11.022
- Imanudin. (2023). *Green Synthesis, Karakterisasi dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff dari O-Vanilin dan 2-Aminotiazol*. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Janes, R., & Moore, E. A. (2004). *Metal-Ligand Bonding*. Royal Society of Chemistry.
- Jolly, W. L. (1984). Modern Inorganic Chemistry. McGraw-Hill.
- Kouznetsov, V. V., Merchán-Arenas, D. R., Martínez-Bonilla, C. A., Macías, M. A., Roussel, P., & Gauthier, G. H. (2016). Grinding and milling: Two efficient methodologies in the solvent-free phosphomolybdic acid-catalyzed and mechanochemical synthesis of cis-4-amido-N-yl-2-methyl-tetrahydroquinolines. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 27(12), 2246–2255. https://doi.org/10.5935/0103-5053.20160117
- Latu, S., & Wahid Suleman, A. (2023). Penentuan Aktivitas Antioksidan Ekstrak Etanol Daun Klebet (Ficus superba Miq) dengan Metode DPPH (1,1-difenil-2-pikrihidrazil). *Journal of Pharmacy UMUS*, *4*(02), 23–30.

- Lemilemu, F., Bitew, M., Demissie, T. B., Eswaramoorthy, R., & Endale, M. (2021). Synthesis, antibacterial and antioxidant activities of Thiazole-based Schiff base derivatives: a combined experimental and computational study. *BMC Chemistry*, *15*(1). https://doi.org/10.1186/s13065-021-00791-w
- Liu, Y., Wang, L., & Yin, D. (2022). Catalyst- and solvent-free synthesis, characterization, biological activity of Schiff bases and their metal (II) complexes derived from ferrocene. https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-2317280/v1
- Malipeddi, H., Das, P., & Karigar, A. (2011). Green technique-solvent free synthesis and its advantages. *IJRAP*, 2, 1079–1086.
- Miarti, A., & Legasari, L. (2022). Ketidakpastian Pengukuran Analisa Kadar Biuret, Kadar Nitrogen, dan Kadar Oil pada Pupuk Sriwidjaja Palembang. *Jurnal Cakrawala Ilmiah*, 2.
- Nafiah, S. A. (2020). *Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Toksisitas Senyawa Basa Schiff dari O-Vanilin dan Anilina*. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Rahayu, N. R. (2021). Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu (II) dengan Ligan Basa Schiff 2-[(4-Metilfenilimino) metil]-6 metoksifenol. UIN MAulana Malik Ibrahim Malang.
- Sadia, M., Khan, J., Naz, R., Zahoor, M., Wadood Ali Shah, S., Ullah, R., Naz, S., Bari, A., Majid Mahmood, H., Saeed Ali, S., Ansari, S. A., & Sohaib, M. (2021). Schiff base ligand L synthesis and its evaluation as anticancer and antidepressant agent. *Journal of King Saud University Science*, *33*(2). https://doi.org/10.1016/j.jksus.2020.101331
- Saif, M., El-Shafiy, H. F., Mashaly, M. M., Eid, M. F., Nabeel, A. I., & Fouad, R. (2016). Synthesis, characterization, and antioxidant/cytotoxic activity of new chromone Schiff base nano-complexes of Zn(II), Cu(II), Ni(II) and Co(II). *Journal of Molecular Structure*, 1118, 75–82. https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2016.03.060
- Sana, S., Reddy, K. R., Rajanna, K. C., Venkateswarlu, M., & Ali, M. M. (2012). Mortar-Pestle and Microwave Assisted Regioselective Nitration of Aromatic Compounds in Presence of Certain Group V and VI Metal Salts under Solvent Free Conditions. *International Journal* of Organic Chemistry, 02(03), 233–247. https://doi.org/10.4236/ijoc.2012.23032
- Sanjiwani, N. M. S., Paramitha, D. A. I., Wibawa, A. A. C., & Ariawan, I. M. D. (2020). Pembuatan Hair Tonic Berbahan Dasar Lidah Buaya dan Analisis dengan FTIR. *Widyadari*, *21*, 249–262.
- Saputra, R., Ahmad Dimisa, A., Agung Rakhmadi, F., Fisika Fakultas Sains dan Teknologi, P., Ilmu Al-Qur, P., dan Tafsir Fakultas Ushuluddin dan Pemikiran Islam, an, & Sunan Kalijaga Jl Marsda, U. (2020). Anti-Partikel Misteri Qur'an Surat Yasin Ayat 36. Prosiding Konferensi Integrasi Interkoneksi Islam Dan Sains, 2, 23–24.
- Sarwat, A. (2019). Magashid Syariah. Rumah Fiqih Publishing.
- Sembiring, Z., & Abadi Kiswandono, A. (2020). Senyawa Kompleks Fe(II)-Basa Schiff: Sintesis, Karakterisasi Spektroskopi dan Studi Termal. *ANALIT:ANALYTICAL AND ENVIRONMENTAL CHEMISTRY*, 5(02), 123–134. https://doi.org/10.23960/aec.v5.i2.2020.p123-134
- Shihab, M. Q. (2002a). *Tafsir al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an* (Vol. 5). Lentera Hati.
- Shihab, M. Q. (2002b). *Tafsir al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an* (Vol. 2). Lentera Hati.
- Shihab, M. Q. (2009). *Tafsir al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an* (Vol. 12). Lentera Hati.

- Sinicropi, M. S., Ceramella, J., Iacopetta, D., Catalano, A., Mariconda, A., Rosano, C., Saturnino, C., El-Kashef, H., & Longo, P. (2022). Metal Complexes with Schiff Bases: Data Collection and Recent Studies on Biological Activities. In *International Journal of Molecular Sciences* (Vol. 23, Issue 23). MDPI. https://doi.org/10.3390/ijms232314840
- Soldatović, T. (2018). Mechanism of Interactions of Zinc(II) and Copper(II) Complexes with Small Biomolecules. In *Basic Concepts Viewed from Frontier in Inorganic Coordination Chemistry*. IntechOpen. https://doi.org/10.5772/intechopen.79472
- Suhartati, T. (2017). Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrofotometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik.
- Sumalatha, V., Daravath, S., Rambabu, A., Ramesh, G., & Shivaraj. (2020). Antioxidant, antimicrobial, DNA binding and cleavage studies of novel Co(II), Ni(II) and Cu(II) complexes of N, O donor Schiff bases: Synthesis and spectral characterization. *Journal of Molecular Structure*, 1229. https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2020.129606
- Sutisna, Hasanah, N., & Dewi, A. P. (2021). *Panorama Maqashid Syariah* (Abdurrahman Misno). Media Sains Indonesia.
- Widyasanti, A., Rohdiana, D., & Ekatama, N. (2016). Aktivitas Antioksidan Ekstrak Teh Putih (Camellia sinensis). Dengan Metode DPPH. *FORTECH*, 1(1). http://ejournal.upi.edu/index.php
- Zangade, S., & Mokle, S. (2011). An Efficient and Operationally Simple Synthesis of Some New Chalcones by Using Grinding Technique. *Chemical Sciences Journal*, 2. https://doi.org/10.4172/2150-3494.1000011
- Zhang, P., Liu, C., Yu, L., Hou, H., Sun, W., & Ke, F. (2021). Synthesis of benzimidazole by mortar–pestle grinding method. In *Green Chemistry Letters and Reviews* (Vol. 14, Issue 4, pp. 610–617). Taylor and Francis Ltd. https://doi.org/10.1080/17518253.2021.1991483

LAMPIRAN

L. 1 Rancangan Penelitian



L. 2 Diagram Alir

L.2.1. Sintesis ligan basa Schif 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan Metode Penggerusan

2-Aminotiazol & o-vanilin

Ditimbang 2-aminotiazole sebanyak 3,1052 g

Ditimbang o-Vanilin sebanyak 4,6106 g

Digerus 2-aminotiazole dan *o*-Vanilin dalam mortar pada suhu ruang dengan waktu penggerusan selama 120 menit

Dikeringkan produk dalam desikator

Ditimbang produk hingga berat konstan

Dihitung rendemen

Hasil

L.2.2. Karakterisasi Ligan

L.2.2.1 Uji sifat fisik senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol

2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Dimasukkan ligan 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dalam pipa kapiler hingga Panjang ±0.5 cm (ditutup bagian ujung pipa kapiler).

Dipasangkan Pipa kapiler yang berisi ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dan termometer ke alat MPA.

Dinyalakan MPA.

Diatur suhu kenaikannya hingga 20 °C/menit. Kemudian, diturunkan suhu menjadi 10 °C/menit.

Diatur suhu menjadi 1 °C/menit Jika suhu yang teramati telah mencapai perkiraan titik leleh senyawa menurut teori.

Diamati proses pelelehan produk sintesis hingga produk sintesis mencair Diulang sebanyak 3 kali perlakuaan yang telah dilakukan.

L.2.2.2. Uji sifat kimia senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan NaOH 2M dan akuades

2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Dimasukkan masing-masing 0,005 g kedalam dua tabung reaksi yang berbeda
Ditambahkan 3 mL NaOH 2M pada tabung 1
Ditambhakan 3 mL aquadest pada tabung 2
Dikocok kedua tabung reaksi
Diamati perubahan yang terjadi

Hasil

L.2.2.3 Karakterisasi Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Dilarutkan senyawa produk sintesis dalam etanol dengan konsentrasi 0,5 mM

Dimasukkan sampel ke dalam kuvet

Dianalisis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm dengan spektrofotometer UV-Vis Varian Carry 50

Hasil

L.2.2.4 Karakterisasi Gugus Fungsi Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2 ilimino)metil)fenol dengan Spektrofotometer FTIR

2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Dicampur hasil sintesis dengan KBr dengan perbandingan 2:98

Digerus dengan mortar agate

Dipres agar membentuk pelet dengan bentuk seperti PIL

Diletakkan pada *cell holder* kemudian dimasukkan dalam instrumen FTIR

Dibuat spektra IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

Hasil

L.2.2.5 Karakterisasi Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan Spektrofotometer GC-MS.

2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Dilarutkan 1 μL senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dengan pelarut kloroform dengan konsentrasi 70.000 ppm.

Diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam tempat QP2010S SHIMADZU dengan kondisi oprasional sebagai berikut :

Jenis kolom : AGILENTJ&W VF-5MS

Panjang kolom : 30 meter

Detektor : FGCCP 3800 (GC) Saturn 2200 (MS)

Oven : Terprogram 100°C (5 menit) \rightarrow 310° (15 menit

)

Temperatur Injektor : 310°C
Tekanan gas : 20,8 kPa

Kecepatan aliran gas : 0,49 mL/menit (Konstan)

Gas pembawa : Helium

Ditentukan (%) kemurniannya

Hasil

L.2.3 Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol dan logan CuCl₂.2H₂O dengan metode penggerusan

Ligan 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol & Garam CuCl₂.2H₂O

Ditimbang ligan 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol sebanyak 0,48305 g (2 mmol)

Ditimbang garam CuCl₂.2H₂O sebanyak 0,1722 g (1 mmol) dimasukkan dalam mortar

Digerus kedua senyawa menggunakan alu pada suhu ruang selama 30 menit Produk yang terbentuk dikeringkan dalam desikator dan ditimbang sampai beratnya konstan

Diamati sifat fisiknya berupa bentuk, warna serta titik leleh menggunakan MPA.

L.2.4 Karakterisasi Senyawa Kompleks

L.2.4.1 Analisis kualitatif senyawa kompleks produk hasil sintesis menggunakan UV-Vis

Kompleks Basa Schiff

Dilarutkan senyawa produk sintesis dalam metanol dengan konsentrasi 0,5 mM

Dimasukkan sampel ke dalam kuvet

Dianalisis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm dengan

spektrofotometer UV-Vis Varian Carry 50

Hasil

L.2.4.2 Karakterisasi senyawa kompleks produk hasil sintesis menggunakan FTIR

Kompleks Basa Schiff

Dicampur hasil sintesis dengan KBr dengan perbandingan 2:98

Digerus dengan mortar agate

Dipres agar membentuk pelet dengan bentuk seperti PIL

Diletakkan pada cell holder kemudian dimasukkan dalam instrumen FTIR

Dibuat spektra IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

Hasil

L.2.4.3 Penentuan Perbandingan Jumlah Ligan dan Logam Menggunakan Metode Variasi Kontinu

Ligan 2-metoksi-6-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol & Garam CuCl₂.2H₂O

Dilarutkan ligan dan garam pada 100 ml metanol dengan konsentrasi 0,001 M Divariasi kedua dengan perbandingan volume logam dan ligan (mL): (9:1), (8:2), (7:3), (6:4), (5:5).

Divorteks selama 2 menit

Diambil sesuai konsentrasi guna untuk diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum senyawa kompleks

Dibuat kurva antar fraksi mol terhadap absorbansi.

L.2.5 Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks Menggunakan Metode DPPH

L.2.5.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

DPPH

Ditambahkan 1 mL larutan DPPH 0,2 mM ke dalam tabung reaksi berisi 3 mL metanol

Dihomogenkan

Dicatat hasil penentuan panjang gelombang maksima dan digunakan sebagai panjang gelombang maksimal dalam analisa uji antioksidan selanjutnya

Hasil

L.2.5.2 Pengukuran Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks

L.2.5.2.1 Pengukuran absorbansi kontrol

DPPH

Ditambahkan 1 mL larutan DPPH 0,2 mM ke dalam tabung reaksi yang berisi 3 mL metanol.

Ditutup mulut tabung reaksi dan diinkubasi selama 30 menit dalam ruangan gelap

Diukur absorbansi larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dari tahap sebelumnya

Hasil

L.2.5.2.2 Uji aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff menggunakan variasi konsentrasi 12,5; 25; 50; 100; 200; dan 500 ppm

Kompleks Basa Schiff

Dipipet masing-masing larutan sebanyak 3 mL dalam tabung reaksi Ditambahkan 1 mL larutan DPPH 0,2 mM pada masing-masing larutan.

Ditutup mulut tabungreaksi dan diinkubasi pada suhu 37°C selama 30 menit

Diukur absorbansi masing-masing larutan dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum dari tahap sebelumnya

Dihitung Nilai persen (%) aktivitas antioksidan

L. 3 Perhitungan

L.3.1 Perhitungan Pengambilan Massa o-Vanilin 0,03 mol (1)

Rumus molekul senyawa a (1) = $C_8H_8O_3$

BM senyawa (1) = 152,15 gram/mol

Mol senyawa (1) = 0,03 mol

Massa senyawa (1) = mol x BM

= 0,03 mol x 152,15 gram/mol

= 4,5645 gram

Massa yang ditimbang:

o-Vanili 99%

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

$$\frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{1,5215 \text{ g}}{\text{x}}$$

$$x = \frac{100 \text{ g.4,5645 g}}{99 \text{ g}}$$

$$x = 4,6106 g$$

L.3.2 Perhitungan Pengambilan Massa 2-Amintotiazol 0,03 mol (2)

Rumus molekul senyawa a (1) = $C_3H_4N_2S$

BM senyawa (1) = 100,14 gram/mol

Mol senyawa (1) = 0,03 mol

Massa senyawa (1) = mol x BM

 $= 0.03 \text{ mol } \times 100.14 \text{ gram/mol}$

= 3,012 gram

Massa yang ditimbang:

2-Aminothiazol 97%

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

$$\frac{97\ g}{100\ g} = \frac{3,012\ g}{x}$$

$$x = \frac{100 \text{ g } 1,0014 \text{ g}}{97 \text{ g}}$$

$$x = 3,1052 g$$

L.3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 2-metoksi-6-((tiazol-2- ilimino) metil) fenol

Reaksi = o-vanilin (1) + 2-aminotiazole (2) \rightarrow (E)-2-metoksi-6-((tiazol-2-ilimino) metil) fenol (3) + air

Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	→	Senyawa (3)
Mula- mula	0,03 mol		0,03 mol		-
Bereaksi	0,03 mol		0,03 mol		0,03 mol
Setimbang	-		-		0,03 mol

Rumus molekul senyawa = $C_{11}H_{10}N_2O_2S$

BM senyawa = 234,29 gram/mol

Mol senyawa = 0,03 mol Massa senyawa = mol x BM

= 0,03 mol x 234,29 gram/mol

= 7,0287 gram

L.3.4 Perhitungan Pengambilan Massa Ligan Basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol (1)

Rumus molekul senyawa a (1) = $C_{11}H_{10}N_2O_2S$

BM senyawa (1) = 234,28 gram/mol

Mol senyawa (1) = 0,002 molMassa senyawa (1) = mol x BM

= 0,002 mol x 234,28 gram/mol

= 0,46856 gram

Massa yang ditimbang:

2-Aminothiazol 97%

$$\frac{97 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}}$$
$$\frac{97 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{0,46856 \text{ g}}{\text{x}}$$

$$x = \frac{100 \text{ g. } 0,46856 \text{ g}}{97 \text{ g}}$$

x = 0.48305 g

L.3.5 Perhitungan Pengambilan Massa Garam CuCl₂.2H₂O (2)

Rumus molekul senyawa b (2) = CuCl₂.2H₂O

BM senyawa (2) = 170,49 gram/mol

Mol senyawa (2) = 0,001 molMassa senyawa (2) = mol x BM

Massa yang ditimbang:

CuCl₂.2H₂O 99%

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

$$\frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{0,17049 \text{ g}}{x}$$

$$x = \frac{100 \text{ g} \cdot 0,17049 \text{ g}}{99 \text{ g}}$$

$$x = 0,1722 \text{ g}$$

L.3.6 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Kompleks Basa Schiff (3)

Reaksi = 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol (1) + CuCl₂.2H₂O (2) \rightarrow [Cu(II)(C₁₁H₁₀N₂O₂S)₂Cl₂] (3)

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

Kemungkinan 1:

Rumus molekul senyawa = $[Cu(II)(C_{11}H_{10}N_2O_2S)_2CI_2]$

BM senyawa = 602.97 gram/mol

Mol senyawa = 0,001 mol Massa senyawa = mol x BM

 $= 0,001 \text{ mol } \times 602,97 \text{ gram/mol}$

= 0,603 gram

Kemungkinan 2:

Rumus molekul senyawa = $[Cu(II)(C_{11}H_{10}N_2O_2S)_2(H_2O)_2]$

BM senyawa = 568,09 gram/mol

Mol senyawa = 0,001 molMassa senyawa = mol x BM

= 0,001 mol x 568,09 gram/mol

= 0,56809 gram

Kemungkinan 3:

Rumus molekul senyawa = $[Cu(II)(C_{11}H_{10}N_2O_2S)_2(H_2O)(CI)]$

BM senyawa = 585,527 gram/mol

Mol senyawa = 0,001 molMassa senyawa = mol x BM

= 0,001 mol x 585,527 gram/mol

= 0,5855 gram

L.3.7 Perhitungan Metode Job

Konsentrasi Ligan dan Garam logam: 0,001 M

 $M = \frac{mol}{V}$

 $Mol = M \times V$

 $= 0.001 \text{ M} \times 100 \text{ ml}$

= 0,0001 mmol

L.3.7.1 Perhitungan Pengambilan Massa Ligan Basa Schiff 2-metoksi-4-(tiazol-2-ilimino)metil)fenol

Rumus molekul senyawa = $C_{11}H_{10}N_2O_2S$

BM senyawa = 234,29 gram/mol

Mol senyawa = 0,1 mmol Massa senyawa = mol x BM

 $= 0,0001 \text{ mol } \times 234,29 \text{ gram/mol}$

= 0,0234 gram

Massa yang ditimbang:

2-Aminothiazol 97%

$$\frac{97 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}}$$
$$\frac{97 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{0,0234 \text{ g}}{\text{x}}$$

$$x = \frac{100 \text{ g. } 0,0234 \text{ g}}{97 \text{ g}}$$

$$x = 0.0241 g$$

L.3.7.2 Perhitungan Pengambilan Massa Pengambilan Massa Logam Cu(II)

Rumus molekul senyawa = CuCl₂.2H₂O

BM senyawa = 170,48 gram/mol

Mol senyawa = 0,1 mmol

Massa senyawa = mol x BM

= 0,0001 mol x 170,49 gram/mol

= 0,017049 gram

Massa yang ditimbang:

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

$$\frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{0,017049 \text{ g}}{x}$$

$$x = \frac{100 \text{ g} \cdot 0,017049 \text{ g}}{99 \text{ g}}$$

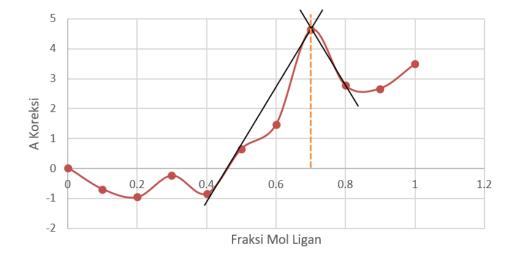
$$x = 0.01722 g$$

L.3.7.3 Hasil Metode Job

Tabung	CuCl ₂ .2H ₂ O (mL)	$C_{11}H_{10}N_2O_2S$ (mL)	Fraksi Mol
1	10	0	0
2	9	1	0.1
3	8	2	0.2
4	7	3	0.3
5	6	4	0.4
6	5	5	0.5
7	4	6	0.6
8	3	7	0.7
9	2	8	0.8
10	1	9	0.9
11	0	10	1

Fraksi Mol Ligan	A Terukur	A Logam	A Ligan	A logam + Ligan	A Koreksi
0	0.1412	0.115	-0.0019	0.1131	0.0281
0.1	0.5384	0.1149	1.25	1.3649	-0.69001
0.2	0.958	0.1008	2.2956	2.3964	-0.95912
0.3	1.4003	0.0868	2.2501	2.3369	-0.23553
0.4	1.8909	0.684	3.8719	4.5559	-0.84264
0.5	2.4605	0.0555	3.5509	3.6064	0.6573
0.6	2.9634	0.0377	3.6801	3.7178	1.47628
0.7	5.7061	0.0247	3.5663	3.591	4.6288
0.8	3.5369	0.0071	3.8331	3.8402	2.76886
0.9	3.6754	-0.0008	10	9.9992	2.67548
1	3.4922	-0.0245	10	9.9755	3.4922

Keterangan : A= Absorbansi



L.3.7.4 Perhitungan Hasil Metode Job

$$X_{Ligan}$$
 = $\frac{M Ligan \times V Ligan}{(M Ligan \times V Ligan) + (M Logam \times V Logam)}$

X_{Ligan} tabung 1

$$= \frac{0,001 \,\mathrm{M} \,\mathrm{x} \,\mathrm{0} \,\mathrm{mL}}{(0,001 \,\mathrm{M} \,\mathrm{x} \,\mathrm{0} \,\mathrm{mL}) + (0,001 \,\mathrm{M} \,\mathrm{x} \,\mathrm{10} \,\mathrm{mL})}$$

$$= \frac{0 \text{ mmol}}{0 \text{ mmol} + 0.01 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,\text{mmol}}{0,01\text{mmol}}$$

= 0

X_{Ligan} tabung 2

$$= \frac{0,001 \text{ M} \times 1 \text{ mL}}{(0,001 \text{ M} \times 1 \text{ mL}) + (0,001 \text{ M} \times 9 \text{ mL})}$$

$$= \frac{0,001 \text{ mmol}}{0,001 \text{ mmol} + 0,009 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,001 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$$

= 0,1

X_{Ligan} tabung 3

$$= \frac{0,001 \,\mathrm{M}\,\mathrm{x}\,\mathrm{2}\,\mathrm{mL}}{(0,001 \,\mathrm{M}\,\mathrm{x}\,\mathrm{2}\,\mathrm{mL}) + (0,001 \,\mathrm{M}\,\mathrm{x}\,\mathrm{8}\,\mathrm{mL})}$$

$$= \frac{0,002 \text{ mmol}}{0,002 \text{ mmol} + 0,008 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,002 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$$

= 0.2

X_{Ligan} tabung 4

$$= \frac{0,001 \text{ M x 3 mL}}{(0,001 \text{ M x 3 mL}) + (0,001 \text{ M x 7 mL})}$$

$$= \frac{0,003 \text{ mmol}}{0,003 \text{ mmol} + 0,007 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,003 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$$

= 0,3

X_{Ligan} tabung 5

$$= \frac{0,001 \text{ M x 4 mL}}{(0,001 \text{ M x 4 mL}) + (0,001 \text{ M x 6 mL})}$$

$$= \frac{0,004 \text{ mmol}}{0,004 \text{ mmol} + 0,006 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,004 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$$

= 0.4

X_{Ligan} tabung 6

$$= \frac{0,001 \text{ M x 5 mL}}{(0,001 \text{ M x 5 mL}) + (0,001 \text{ M x 5 mL})}$$

$$= \frac{0,005 \text{ mmol}}{0,005 \text{ mmol} + 0,005 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,005 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$$

= 0.5

X_{Ligan} tabung 7

$$= \frac{0,001 \text{ M x 6 mL}}{(0,001 \text{ M x 6 mL}) + (0,001 \text{ M x 4 mL})}$$

$$= \frac{0,006 \text{ mmol}}{0,006 \text{ mmol} + 0,004 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,006 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$$

= 0.6

X_{Ligan} tabung 8

$$= \frac{0,001 \text{ M x 7 mL}}{(0,001 \text{ M x 7 mL}) + (0,001 \text{ M x 3 mL})}$$

$$= \frac{0,007 \text{ mmol}}{0,007 \text{ mmol} + 0,003 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,007 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$$

= 0.7

X_{Ligan} tabung 9

$$= \frac{0,001 \text{ M} \times 8 \text{ mL}}{(0,001 \text{ M} \times 8 \text{ mL}) + (0,001 \text{ M} \times 2 \text{ mL})}$$

$$= \frac{0,008 \text{ mmol}}{0,008 \text{ mmol} + 0,002 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,008 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$$

= 0.8

X_{Ligan} tabung 10

$$= \frac{0,001 \text{ M x 9 mL}}{(0,001 \text{ M x 9 mL}) + (0,001 \text{ M x 1 mL})}$$

$$= \frac{0,009 \text{ mmol}}{0,009 \text{ mmol} + 0,001 \text{ mmol}}$$

$$= \frac{0,009 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$$

= 0.9

X_{Ligan} tabung 11

$$= \frac{0,001 \text{ M} \times 10 \text{ mL}}{(0,001 \text{ M} \times 10 \text{ mL}) + (0,001 \text{ M} \times 0 \text{ mL})}$$

$$= \frac{0,01 \text{ mmol}}{0,01 \text{ mmol} + 0 \text{ mmol}}$$

 $= \frac{0,01 \text{ mmol}}{0,01 \text{mmol}}$

= 1

A Koreksi = A terukur – (1 – fraksi ligan) x A logam+ligan

Fraksi ligan (0,1)

$$= 0.1412 - (1 - 0.1) \times 0.1131$$

= 0,0281

Fraksi ligan (0,2)

$$= 0.5384 - (1 - 0.2) \times 1.3647$$

= -0,69001

Fraksi ligan (0,3)

$$= 0.958 - (1 - 0.3) \times 2.3964$$

= -0,95912

Fraksi ligan (0,4)

$$= 1,4003 - (1 - 0,4) \times 2.3369$$

= -0,23553

Fraksi ligan (0,5)

$$= 2,4605 - (1 - 0,5) \times 3.6064$$

= 0.6573

Fraksi ligan (0,6)

$$= 2.9634 - (1 - 0.6) \times 3.7178$$

= 1.47628

Fraksi ligan (0,7)

$$= 5.7061 - (1 - 0.7) \times 3.591$$

= 4.6288

Fraksi ligan (0,8)

$$= 3.5369 - (1 - 0.8) \times 3.8402$$

= 2.76886

Fraksi ligan (0,9) Fraksi ligan (1)

 $= 3.6754 - (1 - 0.9) \times 9.9992$ $= 3.4922 - (1 - 1) \times 9.9755$

= 2.67548 = 3,4922

Perhitungan jumlan ligan

1. Persamaan perhitungan fraksi mol ligan : $\frac{a}{1-a}$

(a = perpotongan garis singgung)

2. Pada Gambar 4.10 kurva metode Job didapatkan perpotongan garis singgung 0,7 sehingga dari persamaan diatas dimasukkan nilai 0,7 menjadi :

 $\frac{a}{1-a} = \frac{0.7}{1-0.7} = 2$ sehingga ligan yang terikat pada ion logam adalah 2 mol

L.3.8 Pembuatan Larutan Uji Antioksidan

L.3.8.1 Larutan DPPH 0,2 mM

Rumus molekul senyawa = $C_{18}H_{12}N_5O_6$

BM DPPH = 394,33 gram/mol

Volume larutan = 10 mL

Mol senyawa = Konsentrasi x Volume

 $= 0.2 \text{ mM} \times 0.010 \text{ L}$

= 0.002 mmol

Massa senyawa = mol x BM

= 0,002 mmol x 394,33 gram/mol

= 0.7887 mg

L.3.8.2 Larutan Stok Senyawa Kompleks

500 ppm sebanyak 25 mL

ppm = mg/L

mg = ppm x L

= 500 ppm x 0.025 L

= 12,5 mg

L.3.8.3 Larutan Senyawa Kompleks 12,5 ppm

V1.M1 = V2.M2

10mL .12,5 ppm = V2. 500 ppm

V2 = 0.25 mL

L.3.8.4 Larutan Senyawa Kompleks 25 ppm

V1.M1 = V2.M2

 $10 \text{ mL} \cdot 25 \text{ ppm} = V2.500 \text{ ppm}$

 $V2 = 0.5 \, \text{mL}$

L.3.8.5 Larutan Senyawa Kompleks 50 ppm

V1.M1 = V2.M2

10 mL . 50 ppm = V2. 500 ppm

V2 = 1 mL

L.3.8.6 Larutan Senyawa Kompleks 100 ppm

V1.M1 = V2.M2

10 mL . 100 ppm = V2. 500 ppm

V2 = 2 mL

L.3.8.7 Larutan Senyawa Kompleks 200 ppm

V1.M1 = V2.M2

10 mL . 200 ppm = V2. 500 ppm

V2 = 4 mL

L.3.8.8 Larutan Senyawa Kompleks 500 ppm

V1.M1 = V2.M2

10 mL . 500 ppm = V2. 500 ppm

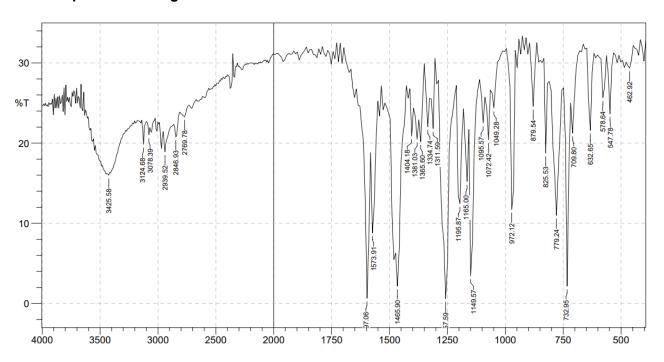
V2 = 10 mL

Konsentrasi larutan senyawa kompleks (ppm)	Volume pipet (dari larutan induk 50 ppm) (mL)	Volume larutan (mL)
12,5	0,25	10
25	0,5	10
50	1	10
100	2	10
200	4	10
500	10	10

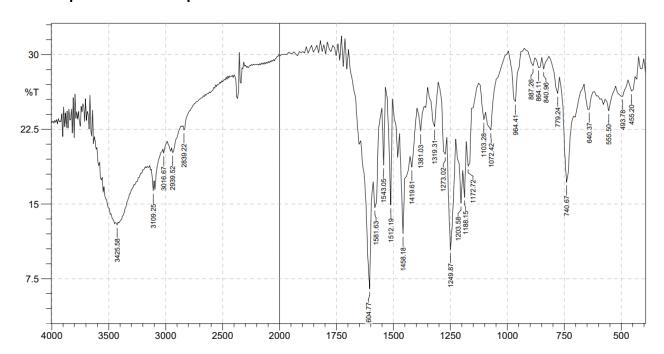
L. 4 Hasil Karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi FTIR

L.4.1.1 Spektra FTIR Ligan Basa Schiff

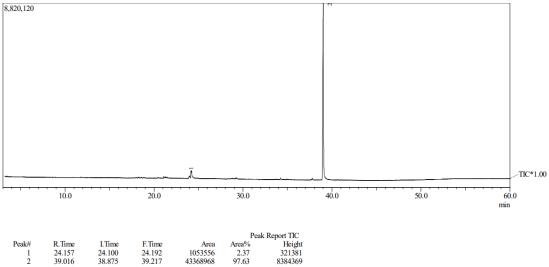


L.4.1.2 Spektra FTIR Kompleks Basa Schiff



L.4.2 Hasil Karakterisasi GC-MS

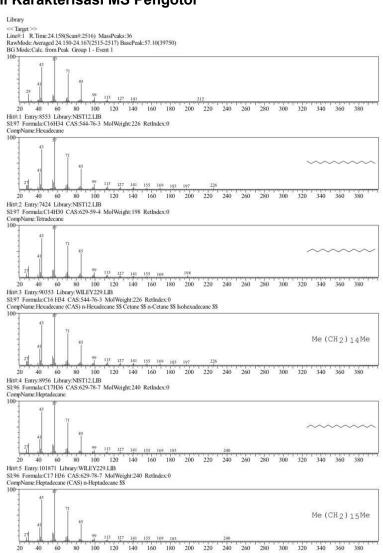
L.4.2.1 Hasil Kromatografi Gas



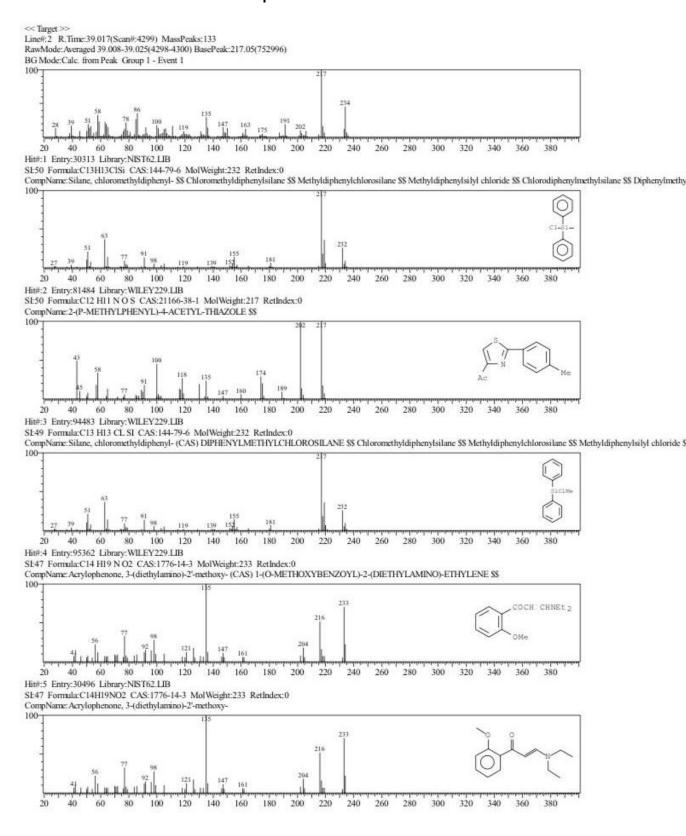
2 39.016 38.875 39.217 43368968 97.63 8384369 44422524 100.00 8705750

L.4.2.2 Hasil MS

L.4.2.2.1 Hasil Karakterisasi MS Pengotor



L.4.2.2.2 Hasil Karakterisasi MS Kompleks Basa Schiff

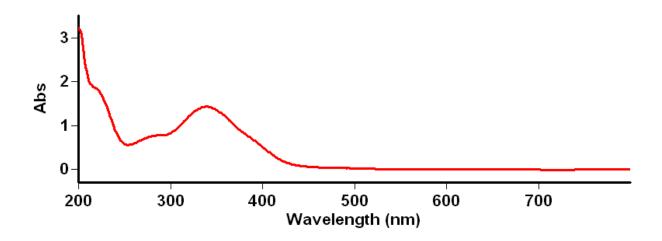


L.4.3 Hasil Karakterisasi UV-Vis

L.4.3.1 Spektra UV-Vis Senyawa Basa Schiff

Lamdha Maks Ligan Basa Schiff 2-aminotiazole Metanol

Tanggal Analisa: 04 Desember 2024



Scan Analysis Report

Report Time : Wed 04 Dec 01:12:59 PM 2024

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Anggun Nur\Lamdha Maks Ligan Basa Schiff 2-aminotiazole Metanol

(04-12-2024).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Basa Schiff Ligan Pelarut Metanol

Collection Time 12/4/2024 1:13:12 PM

Peak Table Peak Style

Peak Style Peaks
Peak Threshold 0.0100

Range 800.0nm to 200.0nm

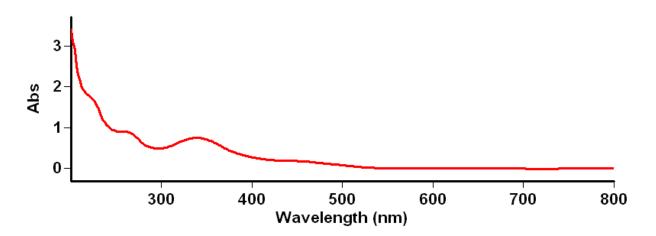
Wavelength (nm) Abs

338.0 1.432

L.4.3.1 Spektra UV-Vis Senyawa Kompleks Basa Schiff

Lamdha Maks Basa Schiff Kompleks 1

Tanggal Analisa: 26 November 2024



Scan Analysis Report

Report Time : Tue 26 Nov 03:03:39 PM 2024

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Widya\Lamdha Maks Basa Schiff Kompleks 1 (26-11-2024).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Basa Schiff kompleks 1

Collection Time 11/26/2024 3:03:48 PM

Peak Table

Peak Style Peaks
Peak Threshold 0.0100

Range 800.1nm to 200.1nm

L. 5 Data Hasil Uji Antioksidan

L.5.1 Hasil Uji Antioksidan Basa Schiff

Konsentrasi	A _c *	A _o **	Log Konsentrasi	%Inhibisi
12.5	0.4743	0.4889	1.0969	2.9863
25	0.4516	0.4896	1.3979	7.7614
50	0.4063	0.489	1.6990	16.9121
100	0.3549	0.4885	2.0000	27.3490
200	0.2961	0.4907	2.3010	39.6576
500	0.2175	0.49	2.6990	55.6122

^{*}Ac adalah absorbansi sampel

Nilai IC₅₀ ditentukan menggunakan aplikasi "*Graphpad prism 8 software*" dengan persamaan regresi non linear

Comparison of Fits Null hypothesis

Alternative hypothesis

P value

Conclusion (alpha = 0.05)

Preferred model F (DFn, DFd)

Different curve for each data set

Best-fit values

 Bottom
 = 0,000

 Top
 = 100,0

 LogIC50
 2,547

 HillSlope
 0,8434

 IC50
 352,0

 Span
 = 100,0

95% CI (profile likelihood)

LogIC50 2,463 to 2,648 HillSlope 0,7039 to 1,001 IC50 290,4 to 444,6

Goodness of Fit

Degrees of Freedom 4
R squared 0,9905
Sum of Squares 18,99
Sy.x 2,179

Constraints

Bottom Bottom = 0 Top Top = 100

One curve for all data sets

Best-fit values

Can't calculate

Different curve for each data set One curve for all data sets

Models have the same DF

Different curve for each data set

^{*}A_o adalah absorbansi kontrol

Bottom	= 0,000	
Тор	= 100,0	
LogIC50	2,547	2,547
HillSlope	0,8434	0,8434
IC50	352,0	352,0
Span	= 100,0	
95% CI (profile likelihood)		
LogIC50	2,463 to 2,648	2,463 to 2,648
HillSlope	0,7039 to 1,001	0,7039 to 1,001
IC50	290,4 to 444,6	290,4 to 444,6
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom		4
R squared	0,9905	0,9905
Sum of Squares	18,99	18,99
Sy.x		2,179
Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Тор	Top = 100	
LogIC50	LogIC50 is shared	
HillSlope	HillSlope is shared	
Number of points		
# of X values	6	
# Y values analyzed	6	

L.5.2 Hasil Uji Antioksidan Kompleks Basa Schiff

Konsentrasi	A _c *	A _o **	Log Konsentrasi	%Inhibisi
12.5	0.9714	1.041	1.0969	6.6859
25	0.85	1.0431	1.3979	18.5121
50	0.6021	1.0425	1.6990	42.2446
100	0.4477	1.0453	2.0000	57.1702
200	0.3477	1.0484	2.3010	66.8352
500	0.3431	1.0468	2.6990	67.2239

^{*}Ac adalah absorbansi sampel **Ao adalah absorbansi kontrol

Comparison of Fits	Can't calculate
Null hypothesis	Different curve for each data set
Alternative hypothesis	One curve for all data sets
P value	
Conclusion (alpha = 0.05)	Models have the same DF
Preferred model	Different curve for each data set
F (DFn, DFd)	

Different	CUITVE	for	each	data	set

Best-fit values

 Bottom
 = 0,000

 Top
 = 100,0

 LogIC50
 2,005

 HillSlope
 0,8250

 IC50
 101,1

95% CI (profile likelihood)

LogIC50 1,735 to 2,363
HillSlope 0,3914 to 1,526
IC50 54,28 to 230,7

= 100,0

Goodness of Fit

Span

Degrees of Freedom 4

 R squared
 0,8953

 Sum of Squares
 342,7

 Sy.x
 9,256

Constraints

Bottom Bottom = 0 Top = 100

One curve for all data sets

Best-fit values

Bottom = 0,000Top = 100,0

 LogIC50
 2,005
 2,005

 HillSlope
 0,8250
 0,8250

 IC50
 101,1
 101,1

Span = 100,0

95% CI (profile likelihood)

LogIC501,735 to 2,3631,735 to 2,363HillSlope0,3914 to 1,5260,3914 to 1,526IC5054,28 to 230,754,28 to 230,7

Goodness of Fit

Degrees of Freedom 4

R squared 0,8953 0,8953 Sum of Squares 342,7 342,7 Sy.x 9,256

Constraints

Bottom Bottom = 0 Top = 100

LogIC50 LogIC50 is shared HillSlope HillSlope is shared

Number of points

of X values 6 # Y values analyzed 6

L.5.3 Hasil Uji Antioksidan Vitamin C

Konsentrasi	A _c *	A o**	Log Konsentrasi	%Inhibisi
1.25	0.781	0.8837	0.0969	11.6216
2.5	0.6869	0.8839	0.3979	22.2876
5	0.4648	0.884	0.6990	47.4208
10	0.0334	0.8842	1.0000	96.2226
20	0.0071	0.8841	1.3010	99.1969
30	0.0049	0.8844	1.4771	99.4460

 $^{{}^*\!}A_c$ adalah absorbansi sampel

Comparison of Fits Can't calculate

Null hypothesis Different curve for each data set

Alternative hypothesis One curve for all data sets

P value

Conclusion (alpha = 0.05) Models have the same DF

Preferred model Different curve for each data set

F (DFn, DFd)

Different curve for each data set

Best-fit values

Bottom = 0,000

Top = 100,0

LogIC50 0,6611

HillSlope 2,438

IC50 4,582

Span = 100,0

95% CI (profile likelihood)

^{**}A_o adalah absorbansi kontrol

LogIC50	0,5318 to 0,7772
HillSlope	1,423 to +infinity
IC50	3,403 to 5,986

Goodness of Fit

Degrees of Freedom 4

 R squared
 0,9732

 Sum of Squares
 221,7

 Sy.x
 7,445

Constraints

Bottom Bottom = 0 Top = 100

One curve for all data sets

Best-fit values

Bottom = 0,000Top = 100,0

 LogIC50
 0,6611
 0,6611

 HillSlope
 2,438
 2,438

 IC50
 4,582
 4,582

Span = 100,0

95% CI (profile likelihood)

LogIC500,5318 to 0,77720,5318 to 0,7772HillSlope1,423 to +infinity1,423 to +infinityIC503,403 to 5,9863,403 to 5,986

Goodness of Fit

Degrees of Freedom 4

R squared 0,9732 0,9732 Sum of Squares 221,7 221,7 Sy.x 7,445

Constraints

Bottom Bottom = 0 Top = 100

LogIC50 LogIC50 is shared HillSlope is shared

Number of points

of X values 6 # Y values analyzed 6

L. 6 Dokumentasi

L.6.1 Sintesis Senyawa Bsa Schiff



L.6.2 Uji Kelarutan



Uji kelarutan menggunakan aquades dan larutan NaOH

L.6.3 Sintesis Senyawa Kompels Basa Schiff



Penimbangan CuCl₂.2H₂O



Penimbangan Ligan



Produk Sintesis

L.6.4 Metode Job



L.6.4 Uji Antioksidan



Uji antioksidan ligan



Uji antioksidan Kompleks



Uji antioksidan vitamin C

L. 7 Anggaran Penelitian

ANGGARAN PENELITIAN SKRIPSI

Nama / NIM	Widya Dhana Juniar S / 210603110081		
Nama Dosen Pembimbing Skripsi	1. Ahmad Hanapi, M.Sc		
	2. Mubasyiroh, M.Pd,I		
Judul Skripsi	Sintesis Uji Antioksidan Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff dari o- Vanillin dan 2-Aminotiazole		

	Uraian	Merk	Vol	Satuan	Harga Satuan (Rp)	Jumlah (Rp)	Sumber Dana	Tempat Pembelian/ Analisa
1	o-Vanillin		1	10 g	-	-	Subsidi	-
2	2- Aminotiazole		1	10 g	-	-	Subsidi	-
								Shagufta
3	CuCl ₂ .2H ₂ O		2	3 g	27.000	54.000	Mandiri	Laboratory
								Indonesia
4	NaOH		1	5 g	7.500	7.500	Mandiri	Phy
	NaOn							Edumedia
5	Metanol		5	100 mL	25.000	125.000	Mandiri	Phy
			5					Edumedia
6	DPPH		1	20 g	225.000	225.000	Mandiri	Nura
0								Gemilang
7	Aquades		2	1,5 L	9.000	18.000	Mandiri	Phy
'								Edumedia
	Analica IIV							Laboratorium
8	Analisa UV- Vis		10	Sampel	2.000	20.000	Mandiri	Kimia UIN
								Malang
	Amaliaa FT							Laboratorium
9	Analisa FT- IR		2	Sampel	85.000	170.000	Mandiri	Terpadu
								UGM
	Analisa GC- MS		1	Sampel	310.000	310.000	Mandiri	Laboratorium
10								Terpadu
								UGM

	Analisa							Laboratorium
11			15	Sampel	2.000	30.000	Mandiri	Kimia UIN
	Metode Job							Malang
	Analiaa							Laboratorium
12	Analisa		36	Sampel	2.000	72.000	Mandiri	Kimia UIN
	Antioksidan							Malang
	Total Pengeluaran				1.031.500			

Malang, 17 Juni 2025 Mengetahui, Dosen Pembimbing Skripsi

<u>Ahmad Hanapi, M.Sc</u> NIP. 19851225 202321 1 021