

**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II)
DENGAN LIGAN BASA SCHIFF DARI REAKTAN *o*-VANILIN DAN *p*-TOLUIDINA**

SKRIPSI

Oleh:
PURWITA PUTRI MIHDADIYA
NIM. 210603110038



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

**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II)
DENGAN LIGAN BASA SCHIFF DARI REAKTAN *o*-VANILIN DAN *p*-TOLUIDINA**

SKRIPSI

Oleh:
PURWITA PUTRI MIHDADIYA
NIM. 210603110038

**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, KARAKTERISASI, DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II)
DENGAN LIGAN BASA SCHIFF DARI REAKTAN *o*-VANILIN DAN *p*-TOLUIDINA**

SKRIPSI

Oleh:
PURWITA PUTRI MIHDADIYA
NIM. 210603110038

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 18 Juni 2025

Pembimbing I



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

Pembimbing II



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

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**



**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II)
DENGAN LIGAN BASA SCHIFF DARI REAKTAN *o*-VANILIN DAN *p*-TOLUIDINA**

SKRIPSI

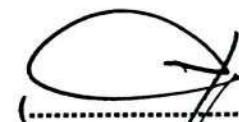
Oleh:
PURWITA PUTRI MIHDADIYA
NIM. 210603110038

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**
Tanggal: 18 Juni 2025

Ketua Penguji : Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P
NIP. 19750410 200501 2 009


(.....)

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


(.....)

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


(.....)

Anggota Penguji III : Dr. M. Mukhlis Fahruddin, M.S.I
NIPT. 201402011409


(.....)

Mengetahui,

Ketua Program Studi



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Purwita Putri Mihdadiya
NIM : 210603110038
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis, Karakterisasi dan Uji Antioksidan Senyawa Kompleks Cu(II)
Dengan Ligan Basa Schiff dari Reaktan o-Vanilin dan p-Toluidina.

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

Malang, 18 Juni 2025
Yang membuat pernyataan,



Purwita Putri Mihdadiya
NIM. 210603110038

HALAMAN PERSEMPAHAN

Allhamdulillahirobbil 'alamin.

Puji syukur kepada Allah Swt. yang telah menghendaki saya untuk merasakan nikmatnya menuntut ilmu. Saya persembahkan karya saya yang masih jauh dari kata sempurna kepada:

Kedua orang tua saya, Bapak Abdul Majid dan Ibu Tiasih yang selalu memanjatkan doa-doanya untuk anaknya, selalu memberikan dukungan baik materi maupun non-materi, serta selalu memberikan motivasi untuk menyelesaikan apa yang sudah dimulai. Adik saya Maulana Fajrul Nijam yang selalu menjadi penghibur saya dikala saya sedang jenuh dengan dunia perkuliahan.

Seluruh dosen kimia UIN Malang khususnya Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc serta Bapak Dr. Mukhlis Fahruddin, M.S.I selaku pembimbing saya yang telah membibing saya dengan sabar dan telaten, serta memberikan motivasi untuk menyelesaikan tugas akhir ini. Kemudian kepada Ibu Akyunnul Jannah, S.Si, M.P dan Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen penguji yang telah membimbing dan memberikan motivasi. Tak lupa dengan laboran-laboran yang turut membantu saya khususnya Bpak M. Chalid Al Ayubi, S.Si yang telah membimbing saya terkait prosedur penggunaan alat di laboratorium organik.

Teman-teman seperjuangan kimia 2021 khususnya *team basa Schiff* yang telah berjuang bersama dalam proses penyelesaian skripsi ini.

MOTTO

Tidak ada perjalanan yang mudah, tetapi setiap langkah yang diambil mendekatkan saya pada impian. Kesuksesan bukan soal kecepatan, melainkan tentang konsistensi dalam menyelesaikan apa yang telah dimulai.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Alhamdulillah, penulis panjatkan puji syukur kepada Allah Swt. dan tak lupa selawat serta salam penulis haturkan kepada baginda kita yakni Nabi Muhammad saw. yang telah memberikan suri tauladan kepada umatnya, sehingga penulis dapat melakukan studi di Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, serta dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini dengan judul "**Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Antioksidan Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff dari Reaktan o-Vanilin dan p-Toluidina**".

Selanjutnya penulis haturkan ucapan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu dalam penulisan skripsi ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Prof. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc dan Bapak Dr. M.Mukhlis Fahruddin, M.S.I selaku dosen pembimbing yang telah memberikan saran, serta pengarahan selama proses penulisan skripsi.
5. Ibu Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P dan Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen penguji yang telah memberikan saran selama proses penulisan skripsi.
6. Bapak Abdul Majid dan Ibu Tiasih selaku orang tua yang selalu menjadi penyemangat sebagai sandaran terkuat penulis, yang tiada hentinya selalu memberikan kasih sayang, do'a, dan motivasi dengan penuh keikhlasan yang tak terhingga kepada penulis. Terimakasih selalu berjuang untuk kehidupan penulis.
7. Saudara kandung saya Maulana Fajrul Nijam yang selalu menghibur penulis selama proses penulisan skripsi.
8. Hafiz Tauhid, S.Si, yang telah berkontribusi banyak dalam menyelesaikan skripsi ini, memberikan dukungan baik tenaga, waktu maupun materil. Terimakasih telah menjadi *partner* penulis dari awal perkuliahan hingga terselesaiannya skripsi ini.
9. Seluruh teman-teman "Schiff base" dan Xenon 21 yang saling memberikan semangat dalam proses penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini mungkin masih jauh dari kata sempurna serta masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun dari berbagai pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini menjadi sarana pembuka takbir ilmu pengetahuan baru yang bermanfaat bagi kita semua dan untuk peradaban yang akan datang.

Malang, 18 Juni 2025

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	ix
MOTTO.....	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR TABEL	xix
DAFTAR LAMPIRAN	xxi
ABSTRAK	xxiii
ABSTRACT	xxv
مُسْتَخْصِّصُ الْبَحْثُ.....	xxvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol	5
2.2 Logam Cu(II).....	6
2.3 Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff	7
2.4 Metode Penggerusan	8
2.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis	9
2.5.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR	9
2.5.2 Karakterisasi Senyawa Menggunakan UV-Vis.....	11
2.5.3 Metode Job's.....	12
2.6 Uji Aktivitas Antioksidan menggunakan DPPH.....	13
2.7 Sintesis Ramah Lingkungan dalam Prespektif Islam.....	14
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	17
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat.....	17
3.2.2 Bahan.....	17
3.3 Rancangan Penelitian.....	17
3.4 Tahapan Penelitian.....	18
3.5 Prosedur Penelitian	18
3.5.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol Menggunakan Metode Penggerusan	18
3.5.2 Uji Titik Leleh Senyawa Basa Schiff menggunakan MPA	18
3.5.3 Uji Sifat Kimia Basa Schiff dengan Akuades dan Larutan NaOH 2M	19
3.5.4 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff menggunakan FTIR.....	19
3.5.5 Karakterisasi Produk Sintesis menggunakan GC-MS	19
3.5.6 Sintesis Senyawa Kompleks Cu (II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-[(<i>p</i> -tolilimino)metil]fenol menggunakan Metode Penggerusan.....	19
3.5.7 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis	19
3.5.7.1 Karakterisasi Senyawa Menggunakan UV-Vis	19
3.5.7.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR	20

3.5.7.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam Menggunakan Metode Job's	20
3.5.8 Uji Antoksidan Senyawa Kompleks Basa Schiff.....	21
3.6 Analisis Data.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6-((<i>p</i> -tolilimino)metil)fenol	23
4.2 Uji Sifat Kimia Produk dengan Larutan NaOH 2M.....	24
4.3 Karakterisasi Senyawa Menggunakan FTIR	25
4.4 Karakterisasi Senyawa Menggunakan GC-MS	27
4.5 Sintesis Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((<i>p</i> -tolilimino)metil)fenol	32
4.6 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis.....	33
4.6.1 Karaterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis	33
4.6.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR.....	35
4.6.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam menggunakan Metode Job's .	37
4.7 Uji Aktivitas Antioksidan Produk Sintesis	38
4.7.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	38
4.7.2 Pengukuran Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks Basa Schiff.....	39
4.8 Pembahasan Hasil Penelitian Prespektif Islam	41
BAB V PENUTUP.....	45
5.1 Kesimpulan.....	45
5.2 Saran.....	45
DAFTAR PUSTAKA.....	47
LAMPIRAN.....	51

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1	Reaksi sintesis basa Schiff dari o-vanilin dan p-toluidina (Nadhiroh, 2020)	5
Gambar 2. 2	Konfigurasi elektron Cu dan Cu ²⁺ (Suswanto, 2020)	6
Gambar 2. 3	Struktur senyawa kompleks (a) logam Cu dengan ligan basa Schiff dari vanilin dan anilina (b) beberapa logam transisi dengan ligan basa Schiff dari salisilaldehida dengan 4-(3-cyano-4,6-dimethylpyridin-2-ylamino)	8
Gambar 2. 4	Spektra FTIR senyawa basa Schiff dari vanilin dan p-anisidina (Adawiyah,2017)	9
Gambar 2. 5	Spektra FTIR Senyawa Kompleks Cu(II)-Basa Schiff (Rahayu,2021)	11
Gambar 2. 6	Hasil Spektra UV-Vis kompleks tembaga (II) dengan ligan [N,N' Bis(salisinden)-1,2-fenilendiamin] (Agustin, 2017)	12
Gambar 2. 7	Grafik Metode Job's	13
Gambar 2. 8	Struktur Radikal DPPH	13
Gambar 4. 1	Mekanisme reaksi pembentukan ligan 2-metoksi-6-((p-tolilimino)metil)fenol.....	23
Gambar 4. 2	Reaksi produk sintesis dengan NaOH	25
Gambar 4. 3	Hasil Uji Sifat Kimia Produk Sintesis	25
Gambar 4. 4	Hasil spektra FTIR reaktan & produk sintesis	26
Gambar 4. 5	Hasil Kromatogram Produk	27
Gambar 4. 6	Spektra massa senyawa produk sintesis	28
Gambar 4. 7	Struktur resonansi dari fragmen base peak (m/z 107)	28
Gambar 4. 8	Pola fragmentasi senyawa 2-metoksi-6-((p-tolilimino)metil)fenol.....	32
Gambar 4. 9	Hasil produk sintesis (a) Ulangan 1 (b) Ulangan 2 (c) Ulangan 3	33
Gambar 4. 10	Hasil karakterisasi UV-Vis produk sintesis	34
Gambar 4. 11	Hasil spektra FTIR produk sintesis.....	36
Gambar 4. 12	Hasil analisis dengan metode Job's	38
Gambar 4. 13	Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum DPPH	39

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1	Serapan IR ligan basa Schiff dengan senyawa kompleks logam Cu.....	10
Tabel 2. 2	Interpretasi FTIR Kompleks Cu(II)-Basa Schiff	11
Tabel 3. 1	Variasi volume logam dan ligan.....	20
Tabel 3. 2	Variasi volume pelarut dengan ligan dan logam	21
Tabel 4. 1	Sifat Fisik Produk Sintesis	24
Tabel 4. 2	Hasil interpretasi spektra FTIR produk sintesis.....	27
Tabel 4. 3	Hasil pengamatan sifat fisik reaktan dan produk sintesis.....	33
Tabel 4. 4	Hasil interpretasi spektra UV-Vis produk sintesis.....	34
Tabel 4. 5	Tabel hasil interpretasi FTIR produk sintesis	36
Tabel 4. 6	Persen aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff dan pembanding	40
Tabel 4. 7	Nilai EC ₅₀ senyawa kompleks basa Schiff dan pembanding	41

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	51
Lampiran 2. Diagram Alir	52
Lampiran 3. Perhitungan.....	56
Lampiran 4. Dokumentasi Hasil Penelitian	73
Lampiran 5. Jadwal Pelaksanaan Penelitian Skripsi	83
Lampiran 6. Anggaran Belanja Penelitian	84
Lampiran 7. Bukti Konsultasi Bimbingan Skripsi	85

ABSTRAK

Mihdadiya, P. P. 2025. **Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Antioksidan Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff dari Reaktan o-Vanilin dan p-Toluidina.** Skripsi. Program Studi Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Pembimbing II: Dr. M. Mukhlis Fahrurrobin, M.S.I

Kata Kunci: Ligan basa Schiff, Kompleks Cu(II)-basa Schiff, Metode Penggerusan, Uji Antioksidan

Basa Schiff merupakan senyawa organik yang didapatkan melalui reaksi kondensasi antara amina primer dengan senyawa karbonil. Senyawa 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol merupakan senyawa basa Schiff yang disintesis dengan reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina. Gugus pada ligan basa Schiff tersebut mampu berikatan koordinasi dengan ion logam melalui atom donor N atau O, serta mampu membentuk cincin khelat dalam senyawa kompleks dengan kestabilan yang cukup baik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakter serta aktivitas antioksidan senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa kompleks Cu(II) dengan ligan basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina. Sintesis senyawa ligan basa Schiff dan kompleksnya dilakukan menggunakan metode penggerusan. Hasil sintesis basa Schiff diuji sifat fisik meliputi bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA), serta uji sifat kimia meliputi kelarutan dalam NaOH 2M dan akuades. Karakterisasi senyawa ligan basa Schiff menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, dan GC-MS. Sedangkan untuk produk senyawa kompleks diuji sifat fisik meliputi bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan MPA. Karakterisasi produk senyawa kompleks menggunakan UV-Vis, FTIR, dan metode Job's. Kemudian produk sintesis dilakukan uji antioksidan menggunakan metode DPPH.

Sintesis ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol menghasilkan rendemen sebesar 98% dengan karakter fisik berbentuk serbuk, berwarna jingga, dan titik leleh 94-96 °C. Uji sifat kimia menghasilkan produk basa Schiff larut sempurna dalam NaOH 2M dengan hasil larutan berwarna kuning dan tidak larut dalam akuades ditunjukkan dengan adanya endapan. Karakterisasi ligan basa Schiff menggunakan FTIR memperoleh serapan khas basa Schiff berupa gugus imina pada bilangan gelombang 1620 cm⁻¹ dan karakterisasi menggunakan GC-MS memperoleh 1 puncak dengan ion molekuler (*m/z*) 241 dengan kemurnian 100% yang menunjukkan bahwa produk sintesis telah terbentuk. Selanjutnya, hasil penelitian senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) pada ulangan 1; 2; dan 3 masing-masing memiliki karakter fisik berbentuk serbuk, berwarna coklat kehitaman, serta titik leleh 158-160 °C; 150-154 °C; dan 158-160 °C. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) secara kualitatif menunjukkan adanya pergeseran hipsokromik serta munculnya transisi d-d pada panjang gelombang 630nm; 629nm; dan 630 nm. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) menunjukkan adanya serapan gugus fungsi imina (C=N) dari bilangan gelombang 1620 cm⁻¹ menjadi 1643 cm⁻¹ dan serapan lain muncul pada bilangan gelombang 439 cm⁻¹ dan 532 cm⁻¹ yaitu dari gugus Cu-N dan Cu-O yang menunjukkan adanya koordinasi antara logam dan ligan. Uji kuantitatif metode Job's menghasilkan perbandingan mol logam dan ligan pada senyawa kompleks yaitu 1:2. Senyawa kompleks Cu(II)-basa Schiff memiliki aktivitas antioksidan yang kuat terhadap radikal DPPH dengan nilai EC₅₀ sebesar 53,61 ppm.

ABSTRACT

Mihdadiya, P. P. 2025. **Synthesis, Characterization, and Antioxidant Testing of Cu(II) Complex Compound with Schiff Base from o-Vanillin and p-Toluidine Reactants**. Thesis. Chemistry Study Program. Faculty of Science and Technology. Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Supervisor II: Dr. M. Mukhlis Fahruddin, M.S.I

Keywords: Schiff Base Ligand, Schiff Base –Cu(II) complex, Grinding Method, Antioxidant test

A Schiff base is an organic compound obtained through a condensation reaction between a primary amine and a carbonyl compound. The compound 2-methoxy-6-[(*p*-tolylimino)methyl]phenol is a Schiff base ligand are able to coordinate with metal ions through N or O donor atoms and can form chelate rings in complex compounds with relatively good stability. This study aims to determine the characteristics and antioxidant activity of the Cu(II) complex with a Schiff base ligand derived from the reaction of *o*-vanillin dan *p*-toluidine.

In this research, the synthesis of the Cu(II) complex compound with a Schiff base ligand from *o*-vanillin and *p*-toluidine carried out. The synthesis of the Schiff base ligand and its complex compound is conducted using the grinding method. The synthesized Schiff base was tested for its physical properties, including shape, color, and melting point using Melting Point Apparatus (MPA), as well for its chemical properties, including solubility NaOH 2M and distilled water. The characterization of the Schiff base ligand was performed using UV-Vis spectrophotometer, FTIR, and GC-MS. Meanwhile, the complex compound was tested for its physical properties, such as shape, color, and melting point using MPA. The characterization of the complex compound product was carried out using UV-Vis, FTIR, and the Job's method. Finally, the synthesized product was tested for antioxidant activity using the DPPH method.

Synthesis of the Schiff base ligand 2-methoxy-6-((*p*-tolylimino)methyl)phenol produced a yield of 98% with physical characteristics in the form of powder, orange in color, and a melting point of 94-96 °C. The chemical property test produced a Schiff base product that was completely soluble in 2M NaOH with a yellow solution and insoluble in distilled water indicated by the presence of sediment. Characterization of the Schiff base ligand using FTIR obtained typical absorption of Schiff bases in the form of imine groups at a wave number of 1620 cm⁻¹ and characterization using GC-MS obtained 1 peak with a molecular ion (*m/z*) of 241 with a purity of 100% indicating that the synthesis product had been formed. Furthermore, the results of the study of the Schiff base-Cu(II) complex compound in repetitions 1; 2; and 3 each had physical characteristics in the form of powder, blackish brown in color, and a melting point of 158-160 °C; 150-154 °C; and 158-160 °C. Qualitative characterization of Schiff base-Cu(II) complex compounds showed a hypsochromic shift and the appearance of d-d transitions at wavelengths of 630nm; 629nm; and 630 nm. Characterization of Schiff base-Cu(II) complex compounds showed the absorption of imine functional groups (C=N) from wave numbers 1620 cm⁻¹ to 1643 cm⁻¹ and other absorptions appeared at wave numbers 439 cm⁻¹ and 532 cm⁻¹, namely from the Cu-N and Cu-O groups, indicating coordination between metal and ligand. Quantitative test of the Job's method produced a mole ratio of metal and ligand in the complex compound of 1:2. The Cu(II)-Schiff base complex compound has strong antioxidant activity against DPPH radicals with an EC₅₀ value of 53.61 ppm.

مُسْتَلْحَصُ الْبَحْثِ

مهداية ، ب. ب. ٢٠٢٥. تَحْلِيقُ وَتَوْصِيفُ وَاخْتِيَارُ مُضَادَاتِ الْأَكْسَدَةِ لِمُرَكَّبَاتِ الْتَّحَاسِ النَّثَانِيِّ مَعَ رَيْبَطَاتِ قَاعِدَةِ شِيفَ مِنْ مُتَفَاعِلَاتِ أَوْ-فَانِيلِينَ وَبَازَا-تُولُوِيدِينَ. طِروْخَة. بَرَنَاجِ دِرَاسَةِ الْكِيمِيَّةِ، كُلِيَّةُ الْعِلْمِ وَالْتَّكْنُولُوْجِيَّةِ، الْجَامِعَةِ إِلَيْسَامِيَّةِ الْحَكُومِيَّةِ مَوْلَانَا مَالِكٌ إِبْرَاهِيمٌ مَالِكٌ. الْمُشَرِّفُ الْأَوَّلُ: أَحْمَدُ حَنَفَى، ماجِيُّسْتِيرُ الْعِلْمِ. الْمُشَرِّفُ الْثَّانِي: مُخْلِصُ فَحْرُ الدِّينِ، ماجِيُّسْتِيرُ الْدِرَاسَاتِ إِلَيْسَامِيَّةِ.

الكلمات المفتاحية: رَيْبَطَاتُ قَاعِدَةِ شِيفَ، مُعَقَّدَاتُ تَحَاسِ بِقَوَاعِدِ شِيفَ، طِرِيقَةُ الطَّحْنِ، اَخْتِيَارُ مُضَادَاتِ الْأَكْسَدَةِ

قَوَاعِدِ شِيفَ هِي مُرَكَّبَاتُ عُصُوبَةٍ يَتَحَصَّلُ عَلَيْهَا مِنْ خَلَالِ تَفَاعُلِ التَّكَلُّفِ بَيْنَ الْأَمِيَّاتِ الْأُولَائِيَّةِ وَمُرَكَّبَاتِ الْكَرْبُونِيلِ. الْمَرْكُبُ ٢-مِيُوْكِسِي٠٦- [بَازَا-تُولِيلِيُّوبِيُّو] مِيُنُولِ[فَيْنُولُ] هُو مُرَكَّبٌ قَاعِدَيِّيٌّ شِيفَ، تَمَّ تَصْبِيْغَهُ بِإِسْتِخْدَامِ الْمُتَفَاعِلَيْنِ أَوْ-فَانِيلِينَ وَبَازَا-تُولُوِيدِينَ. تَمَكَّنَ الْمَجْمُوعَاتُ الْمُؤْخَذَةُ فِي رَيْبَطَاتِ قَوَاعِدِ شِيفَ مِنْ تَكْوِينِ رَوَابِطٍ إِخْدَائِيَّةٍ مَعَ أُبُوتَاتِ مُعَدَّيَّةٍ مِنْ خَلَالِ ذَرَابٍ مَالِجَّةٍ لِلْتَّبَشُّرِيَّجِينَ أَوْ الْأَكْسُجِينَ، كَمَا تَمَكَّنَ مِنْ تَكْوِينِ خَلَقَابٍ مُخْلِلَيَّةٍ فِي مُرَكَّبَاتِ مُعَقَّدَةٍ ذَاتِ اسْتِفَارٍ جَيِّدٍ إِلَى حَدِّهِ مَا. تَهْدِيْفُ هَذِهِ الْدِرَاسَةِ إِلَى تَحْايدِ طَبِيعَةِ وَنَشَاطِ مُضَادَاتِ الْأَكْسَدَةِ لِمُرَكَّبَاتِ مُعَقَّدَةِ التَّحَاسِ مَعَ رَيْبَطَاتِ قَوَاعِدِ شِيفَ مِنِ الْمُتَفَاعِلَيْنِ أَوْ-فَانِيلِينَ وَبَازَا-تُولُوِيدِينَ.

فِي هَذِهِ الْدِرَاسَةِ تَمَّ تَحْضِيرُ مُرَكَّبَاتٍ مُعَقَّدَةٍ مِنَ التَّحَاسِ النَّثَانِيِّ مَعَ رَيْبَطَاتِ قَوَاعِدِ شِيفَ مِنِ الْمُتَفَاعِلَيْنِ أَوْ-فَانِيلِينَ وَبَازَا-تُولُوِيدِينَ. تَمَّ تَحْضِيرُ مُرَكَّبَاتِ رَيْبَطَاتِ قَوَاعِدِ شِيفَ وَمُعَقَّدَاتِهِ بِإِسْتِخْدَامِ طِرِيقَةِ الطَّحْنِ. تَمَّ اَخْتِيَارُ نَاتِيجَ تَرْكِيبِ قَاعِدَةِ شِيفَ لِلْخَصَائِصِ الْفِيزِيَّاتِيَّةِ، عَمَّا فِي ذَلِكَ الشَّكْلِ وَاللَّوْنُ وَنُقْطَةُ الْإِنْصَهَارِ، بِإِسْتِخْدَامِ جَهَازِ نُقْطَةِ الْإِنْصَهَارِ، بِإِلَاضَافَةِ إِلَى الْخَصَائِصِ الْكِيمِيَّاتِيَّةِ بَمَا فِي ذَلِكَ الْأَدُوْبِ فِي هِيَدْرُوكِسِيدِ الصُّودِيُّومِ ٢ مُولَارِيِّ وَالْمَاءِ الْمَقْطُورِ. تَوْصِيفُ مُرَكَّبَاتِ رَيْبَطَاتِ قَاعِدَةِ شِيفَ بِإِسْتِخْدَامِ مَطَيَافِ الْأَشْعَاعِ فَوقَ الْبَنَسَجِيَّةِ الْمَرِيَّةِ، وَالْتَّصْوِيرِ بِالْتَّرَدُّدَاتِ الرَّادِيوَّةِ فِي مَنْطَقَةِ تَحْتَ الْحَمَراءِ، وَالْكُرْبُونَاتُوْغَرَافِيَّةِ مَطَيَافِ الْكُثْلَةِ. وَفِي الْوَقْتِ نَفْسِهِ، بِالْتِسْهِيلِ لِلْمُتَنَجَّهَاتِ الْمَرِكِبَةِ الْمُعَقَّدَةِ، تَمَّ اَخْتِيَارُ الْخَصَائِصِ الْفِيزِيَّاتِيَّةِ بَمَا فِي ذَلِكَ الشَّكْلِ وَاللَّوْنُ وَنُقْطَةُ الْإِنْصَهَارِ، بِإِسْتِخْدَامِ جَهَازِ نُقْطَةِ الْإِنْصَهَارِ. تَوْصِيفُ مُتَنَجَّهَاتِ الْمَرِكِبَةِ الْمُعَقَّدَةِ بِإِسْتِخْدَامِ طَرُقِ الْأَشْعَاعِ فَوقَ الْبَنَسَجِيَّةِ الْمَرِيَّةِ، وَتَحْوِيلِ فُوزِيَّهِ إِلَى الْأَشْعَاعِ تَحْتَ الْحَمَراءِ، وَجِي سِي٠-اِم٠ اِس٠. وَبَعْدَ ذَلِكَ، تَمَّ اَخْتِيَارُ الْمُتَنَجَّهِ النَّاتِيجِ عَنِ التَّرْكِيبِ بِخَلَقَابِهِ عَنْ مُضَادَاتِ الْأَكْسَدَةِ بِإِسْتِخْدَامِ طِرِيقَةِ ٢٠٢٢-نَثَانِيِّ فِيَنِيل٠١-بِيُكِرِيلِ هِيَدْرَازِيلِ.

أَدَى تَحْلِيقُ رَيْبَطَةِ قَاعِدَةِ شِيفَ ٢-مِيُوْكِسِي٠٦- [بَازَا-تُولِيلِيُّوبِيُّو] مِيُنُولِ[فَيْنُولُ] إِلَى إِنْتَاجِ عَالِيٍّ بِيُسْتَنَّةٍ ٩٨٪ مَعَ خَصَائِصِ فِيزِيَّاتِيَّةٍ عَلَى شَكْلِ مَسْخُوقٍ، بِرَنَاقَيِّ اللَّوْنِ، وَنُقْطَةِ إِنْصَهَارٍ ٩٦-٩٤ دَرْجَةٍ مَقْوِيَّةٍ. اَنْتَجَتِ اَخْتِيَارُ الْخَصَائِصِ الْكِيمِيَّاتِيَّةِ مُتَنَجَّهًا أَسَاسِيًّا مِنْ نَوْعِ شِيفَ قَابِلٍ لِلْأَدُوْبِ مَعَمَّا فِي هِيَدْرُوكِسِيدِ الصُّودِيُّومِ ٢ مُولَارِ بِمَحْلُولِ أَصْفَرٍ وَكَانَ عَيْنَ قَابِلٍ لِلْأَدُوْبِ فِي الْمَاءِ الْمَقْطُورِ، وَهُوَ مَا يُشَيرُ إِلَيْهِ وُجُودُ الرَّوَابِسِ. أَدَى تَوْصِيفُ رَيْبَطَاتِ قَوَاعِدِ شِيفَ بِإِسْتِخْدَامِ تَحْوِيلِ فُوزِيَّهِ إِلَى الْأَشْعَاعِ تَحْتَ الْحَمَراءِ إِلَى الْخَصُولُ عَلَى اَمْتِصَاصِ تَوْدِجيٍّ لِقَوَاعِدِ شِيفَ فِي شَكْلِ مَجْمُوعَاتٍ إِيَّاهِ عِنْدَ رُقْمٍ مَوْجَةٍ ١٦٢٠ سَم٠١ وَالْتَّوْصِيفُ بِإِسْتِخْدَامِ الْكُرْبُونَاتُوْغَرَافِيَّةِ مَطَيَافِ الْكُثْلَةِ مَعَ الْخَصُولُ عَلَى قَيَّةٍ وَاحِدَةٍ مَعَ أُبُوتَنِ جُرَيْجِيٍّ نِسْبَةِ الْكُثْلَةِ إِلَى الشُّخْتَةِ ٢٤١ مَعَ نَقَاءٍ ١٠٠٪، إِمَّا يُشَيرُ إِلَى أَنَّ مُتَنَجَّهَ التَّرْكِيبِ قَدْ تَسْكِيَّلُهُ.

عَلَوَةً عَلَى ذَلِكَ، نَاتِيجَ الْبَحْثِ عَلَى مُرَكَّبٍ شِيفِ-قَاعِدَةِ التَّحَاسِ الْمُعَقَّدَةِ فِي التَّكْرَارِ ٤٢٤١ وَ٣ لِكُلِّ مِنْهَا خَصَائِصِ فِيزِيَّاتِيَّةٍ عَلَى شَكْلِ مَسْخُوقٍ، لَوْنٌ بَيْضَاءٌ مُسْتَوٌ، وَنُقْطَةُ الصَّاهِرَةِ ١٥٨-١٥٠ دَرْجَةٌ مَقْوِيَّةٌ؛ ١٥٤-١٥٠ دَرْجَةٌ مَقْوِيَّةٌ؛ ١٥٨-١٥٠ دَرْجَةٌ مَقْوِيَّةٌ. يُظَهِّرُ التَّوْصِيفُ التَّوْعِيُّ لِمُرَكَّبِ شِيفَ الْقَاعِدَيِّيِّ التَّحَاسِيِّ تَحْوِلاً نَفْصَ الصِّبَاغِ وَظُهُورِ اِتْقَابِ d-d عِنْدَ طُولِ مَوْجَةٍ ٦٢٠ نَانُومِترٌ؛ ٦٢٩ نَانُومِترٌ؛ ٦٣٠ نَانُومِترٌ. يُظَهِّرُ التَّوْصِيفُ مُرَكَّبٍ مُعَقَّدٍ قَاعِدَةِ شِيفَ لِلْتَّحَاسِ اَمْتِصَاصَ الْمَجْمُوعَةِ الْوَظِيفِيَّةِ الْإِعْبَيَّةِ (C=N) مِنْ رُقْمِ الْمَوْجَةِ ١٦٢٠ سَم٠١ إِلَى ١٦٤٣ سَم٠١ وَيَظَهُرُ اَمْتِصَاصَاتٍ أَخْرَى عِنْدَ أَرْقَامِ الْمَوْجَةِ ٤٣٩ سَم٠١ وَ٥٢٢ سَم٠١، أَيْ مِنْ مَجْمُوعَاتِ Cu-N وَCu-O، إِمَّا يُشَيرُ إِلَى وُجُودِ تَنَاسُقٍ بَيْنِ الْمَعِينِ وَالرَّيْبَطِ. الْأَخْتِيَارُ الْكَتْبِيُّ لِطِرِيقَةِ أَلْوَبٍ يَتَبَعُجُ نِسْبَةً مُوْلَيَّةً مِنَ الْمَعِينِ وَالرَّيْبَطِ فِي الْمَرِكِبِ الْمُعَقَّدِ ١٠٢. يَتَمَيَّزُ مُرَكَّبٌ قَاعِدَةِ شِيفَ لِلْتَّحَاسِ بِنَشَاطِ مُضَادَةِ الْأَكْسَدَةِ قَوِيٍّ ضَدَّ جَذْورِ DPPH بِيَقْيَمَةِ EC₅₀ تَبَلُّغُ ٥٣٦١ جَزْءًا فِي الْمِلْيُونِ.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Basa Schiff merupakan senyawa organik yang didapatkan melalui reaksi kondensasi antara amina primer dengan senyawa karbonil. Senyawa basa Schiff memiliki karakteristik struktur dengan adanya gugus imina. Ciri struktur umum dari senyawa basa Schiff adalah gugus azometin dengan rumus umum $RHC=N-R_1$, dimana R dan R₁ adalah gugus alkil, aril, sikloalkil, atau heterosiklik yang dapat diganti dengan berbagai cara. Bioaktivitas senyawa basa Schiff menarik perhatian para peneliti, beberapa senyawa basa Schiff berpotensi sebagai antibakteri (Shariar, dkk., 2014), antikanker (Neelima, dkk., 2015), antioksidan (Cahyana, dkk., 2015). Menurut Cahyana dan Pratiwi (2015), aktivitas biologis yang ditunjukkan oleh senyawa ini dipengaruhi oleh gugus azometin tersebut.

Senyawa 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol merupakan senyawa basa Schiff yang disintesis dengan reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina. Gugus pada ligan basa Schiff tersebut mampu berikatan koordinasi dengan ion logam melalui atom donor N atau O, serta mampu membentuk cincin khelat dalam senyawa kompleks dengan kestabilan yang cukup baik. Selain itu, gugus pada ligan basa Schiff memiliki fleksibilitas dalam sintesis, mempunyai selektifitas dan sensitifitas yang baik terhadap ion logam atom pusat (Indrawati, 2019; Seimbiring, 2017). Senyawa basa Schiff mudah disintesis dan dapat membentuk kompleks dengan hampir semua ion logam (Ahmed, dkk., 2014). Terdapat ion-ion logam transisi yang baik dan stabil untuk digunakan dalam pembentukan kompleks dengan ligan basa Schiff, seperti logam Cu(II), Mn(II), Ni(II), dan CO (II) (Yu, dkk., 2009). Diantara logam transisi tersebut, ion logam Cu (II) merupakan salah satu yang sangat diminati karena keragamannya dalam geometri koordinasi, bersifat magnetik, warna yang menarik, selektivitas anion, struktur molekul yang bervariasi, aplikasi teknis, kemampuan katalitiknya dan sifat spektroskopinya (Chattopadhyay, 2006).

Kompleks basa Schiff mempunyai banyak manfaat dalam berbagai bidang. Seperti dalam bidang biologi yaitu mempunyai aktivitas sebagai antifungi (Malik, dkk., 2018); antikanker (Aghbari, dkk., 2019); antibakteri (Sobola, dkk., 2018), dan aktivitas biologis pada kompleks basa Schiff tersebut lebih baik dari ligan basa Schiffnya. Kompleks basa Schiff dengan logam Cu memiliki aktivitas lebih baik daripada logam lain, seperti Manimohan *et al.*, (2020) melakukan beberapa uji biologi terhadap ligan basa Schiff dari kitosan *o*-karboksimetil (1b-OCMCS) dan kompleksnya dengan Co(II), Cu(II), dan Zn(II). Uji antibakteri dan antijamur senyawa kompleksnya memiliki aktivitas lebih tinggi dan lebih berpotensi sebagai antimikroba dibanding ligan basa Schiff 1b-OCMCS. Sedangkan uji lainnya, seperti uji antidiabet, uji抗inflamasi, dan aktivitas antioksidan, kompleks logam Cu(II) menunjukkan aktivitas paling tinggi diantara logam yang lain. Uji antidiabetik dengan penghambatan α -amilosa menunjukkan

kompleks Cu (II) memiliki nilai persentase penghambatan sebesar $89.76 \pm 2.9\%$, lebih tinggi dari ligan dan kompleks logam lain. Penelitian Bima (2018) juga menyatakan bahwa senyawa kompleks ligan basa Schiff antara logam Cu (II) dengan ligan VDPH (*vanillin dinitrophenylhydrazine*) memiliki aktivitas antioksidan yang lebih kuat daripada senyawa basa Schiff yang tidak dikomplekskan. Aktivitas antioksidan tersebut dinyatakan dalam IC₅₀. Senyawa kompleks basa Schiff memiliki nilai IC₅₀ 0,083 mM, sedangkan senyawa basa Schiff yang tidak dikomplekskan memiliki nilai IC₅₀ sebesar 0,223 mM. Penelitian lain juga dilakukan Azizah, dkk., (2020) yang melakukan uji biokativitas antioksidan dengan metode DPPH pada senyawa kompleks Co(II)-SDPH yang menghasilkan aktivitas antioksidan yang lebih baik dibandingkan ligan SDPH (salisilaldehid-2,4-dinitrofenilhidazon) dengan nilai IC₅₀ masing-masing 0,071 mM > 0,4 mM. Awolope *et al.*, (2023) melakukan uji antoksidan terhadap senyawa kompleks basa Schiff menggunakan ligan yang diperoleh dari reaktan *ethane-1,2-diamine* dan vanilin dan logam yang digunakan berupa V, Zr, Cu, Ni, dan Co. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa aktivitas antioksidan pada kompleks Cu paling tinggi diantara kompleks lainnya dan lebih baik dibandingkan dengan ligan basa Schiff dengan nilai IC₅₀ kompleks Cu sebesar $3,24 \pm 1,37 \mu\text{g/mL}$ dan IC₅₀ ligan basa Schiff sebesar $5,59 \pm 1,16 \mu\text{g/mL}$. Sehingga dapat disimpulkan bahwa adanya modifikasi struktur dengan cara pengopleksan dapat meningkatkan aktivitas antioksidan.

Kompleks basa Schiff memiliki banyak manfaat dalam kehidupan sebagaimana disebutkan di atas. Hal ini sesuai dengan petunjuk menggunakan obat yang sesuai telah dianjurkan oleh Rasullullah saw. melalui sabdanya:

مَا أَنْزَلَ اللَّهُ ذَاهِلًا إِلَّا أَنْزَلَ لَهُ شِفَاءً (رواه أحمد)

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

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

Senyawa kompleks basa Schiff dapat disintesis menggunakan metode *green synthesis*. Metode *green synthesis* ini telah dilakukan oleh ilmuwan kimia yang mana merupakan sintesis senyawa organik yang ekonomis, mudah, ramah lingkungan, dan hasil produk yang melimpah. Aspek *green synthesis* meliputi sintesis senyawa basa Schiff menggunakan katalis alami maupun pelarut air, serta sintesis tanpa pelarut dengan metode penggerusan.

Dinesh Karthik, dkk., (2020) telah melakukan penelitian tentang sintesis kompleks basa Schiff menggunakan ligan yang diperoleh dari reaktan tirosin dan isoleusin dengan 2,4-dihidroksibenzaldehida dan logam yang digunakan berupa Cu(II), metode yang digunakan adalah metode penggerusan. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa terbentuk kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) berupa padatan berwarna hijau kebiruan. Mumtazah (2024) telah berhasil mensintesis kompleks basa Schiff menggunakan ligan yang diperoleh dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidina dan logam yang digunakan berupa Fe(III) menggunakan metode penggerusan. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa terbentuk kompleks basa Schiff dengan logam Fe(III) berupa padatan berwarna kuning kecoklatan dengan rendemen sebesar 98,93%.

Berdasarkan penelitian terdahulu yang memberikan gambaran tentang metode sintesis ramah lingkungan dan potensi biokaktivitas kompleks basa Schiff yang begitu luas, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa kompleks Cu (II) dengan ligan basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina. Sintesis ini dilakukan dengan teknik *green synthesis* menggunakan metode penggerusan. Senyawa kompleks basa Schiff yang diperoleh akan diuji antioksidan menggunakan metode DPPH dan dianalisis nilai aktivitasnya menggunakan nilai IC₅₀. Hasil sintesis senyawa kompleks basa Schiff dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectrofotometer*), dan Metode Job's atau variasi kontinyu. Penelitian dengan reaktan yang sama telah dilakukan oleh Rahayu (2021) dengan menggunakan metode sonikasi, sedangkan pada penelitian ini metode yang digunakan yakni metode penggerusan. Hasil penelitian Rahayu (2021) menunjukkan bahwa terbentuk senyawa kompleks basa Schiff berupa padatan berwarna coklat kehitaman dengan titik leleh sebesar 168-170 °C serta rendemen sebesar 93,5 – 99,12%, dan hasil metode Job's menunjukkan titik potong pada senyawa kompleks terdapat pada fraksi mol ligan 0,7. Hal ini menunjukkan bahwa perbandingan mol antara logam Cu²⁺ dan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol sebesar 1:2 dimana satu mol logam dapat berikatan dengan dua mol ligan.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakter senyawa kompleks basa Schiff yang disintesis dari ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan garam CuCl₂.2H₂O?
2. Bagaimana aktivitas antioksidan produk kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan garam CuCl₂.2H₂O?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui karakter senyawa kompleks basa Schiff yang di sintesis dari ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan garam CuCl₂.2H₂O.
2. Untuk mengetahui aktivitas antioksidan produk kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan garam CuCl₂.2H₂O.

1.4 Batasan Masalah

1. Perbandingan mol ligan dan logam (2:1).
2. Sintesis kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-[*(p*-tolilimino)metil]fenol dengan garam CuCl₂.2H₂O menggunakan metode penggerusan.
3. Karakterisasi produk kompleks basa Schiff dilakukan menggunakan UV-Vis, FTIR (*Transform Infrared Spectrofotometer*), dan Metode Job's atau variasi kontinyu.
4. Uji aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff dilakukan menggunakan metode DPPH.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis kompleks Cu (II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[*(p*-tolilimino)metil]fenol menggunakan metode penggerusan, serta memberikan informasi terkait aktivitas antioksidannya. Selain itu, dapat memperoleh informasi mengenai hasil karakterisasi dari senyawa kompleks basa Schiff hasil sintesis.

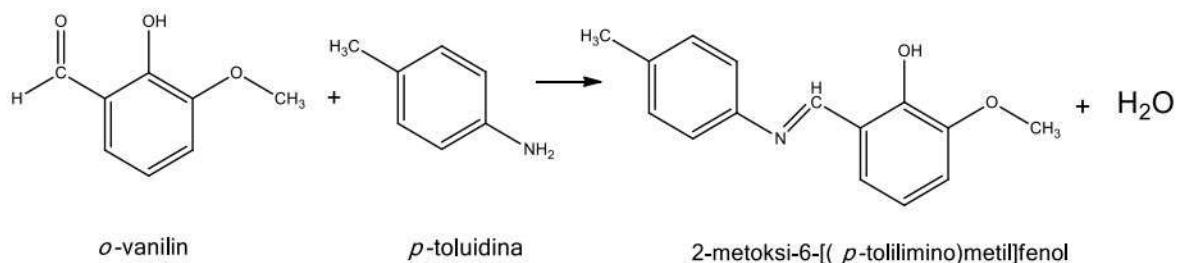
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6[(*p*-tolilimino)metil]fenol

Senyawa basa Schiff terbentuk dari reaksi kondensasi antara amina primer dan karbonil. Senyawa ini pertama kali disintesis oleh Hugo Schiff seorang kimiawan asal jerman pada tahun 1684. Senyawa karbonil bisa dari gugus aldehida maupun keton (Xavier & Srividhya, 2014). Basa schiff merupakan ligan *Flexi-dentate* yang biasanya membentuk ikatan koordinasi dengan atom pusat melalui atom O dari gugus fenolik atau gugus metoksi dan atom N dari gugus azometin. Umumnya, basa Schiff adalah ligan khelat bi, tris, atau tetridentat sehingga menghasilkan kompleks yang stabil dengan ion logam.

Basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol merupakan hasil reaksi dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina. *o*-Vanilin merupakan isomer dari senyawa vanilin dengan gugus hidroksil berada pada posisi orto, terletak diantara gugus aldehida dan metoksi. Hal ini, menurut Hasan dan Said (2021), menjadikan basa Schiff *o*-vanilin lebih stabil, lebih mudah dan lebih cepat membentuk khelat dengan ion logam. Pembentukan basa Schiff umumnya terjadi dengan bantuan katalis asam dan panas. Namun saat ini, senyawa basa Schiff dapat terbentuk tanpa adanya katalis maupun pelarut. Nadhiroh (2020) telah berhasil mensintesis ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dari senyawa *o*-vanilin dan *p*-toluidina tanpa menggunakan pelarut maupun katalis. Reaktan *o*-vanilin berperan sebagai elektrofil dan *p*-toluidina berperan sebagai nukleofil. Reaksi adisi terjadi ketika pasangan elektron bebas atom N dari nukleofil menyerang atom C karbonil dari elektrofil yang kemudian diikuti reaksi eliminasi H_2O membentuk ikatan C=N. Persamaan reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 2.1



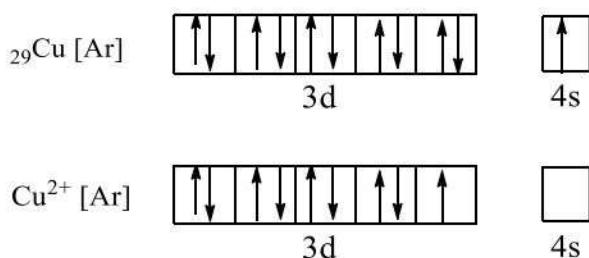
Gambar 2. 1 Reaksi sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina (Nadhiroh, 2020)

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

sehingga kemampuan ligan tersebut dalam membentuk senyawa kompleks memiliki potensi untuk dipelajari lebih lanjut sifat-sifatnya.

2.2 Logam Cu(II)

Tembaga, Cu, merupakan salah satu logam transisi seri pertama yang terletak pada golongan IB dengan nomor atom 29 sehingga konfigurasi elektronnya adalah [Ar] $4s^13d^9$. Menurut Uhlig *et al.*, (1965), Cu(II) dengan bilangan oksidasi 2+ merupakan oksida paling stabil untuk kompleksasi. Cu(II) memiliki konfigurasi $3d^9$ dimana terdapat 1 elektron tidak berpasangan. Pada pembentukan senyawa kompleks, pasangan elektron bebas yang dimiliki ligan akan menempati orbital-orbital kosong milik atom pusat yang telah mengalami hibridiasi (Effendy, 2013). Konfigurasi Cu^{2+} ditunjukkan pada Gambar 2.2



Gambar 2. 2 Konfigurasi elektron Cu dan Cu^{2+} (Suswanto, 2020)

Tembaga (II) dengan ligan yang mengandung atom donor elektron seperti N, O, dan S dapat membentuk senyawa kompleks dengan berbagai kemungkinan bentuk geometri. Tembaga (II) dapat membentuk kompleks dengan bilangan koordinasi empat, lima, atau enam dengan geometri *square planar*, *square pyramid*, atau oktahederal terdistorsi (Cotton, 1989). Menurut Seimbiring (2017), logam Cu(II) dengan konfigurasi $3d^9$ cenderung mengalami distorsi. Hal yang sama dalam Effendy (2013) mengatakan bahwa distorsi tetragonal atau distorsi Jahn-Teller terjadi pada atom pusat dengan konfigurasi elektron akhir $3d^9$, mengakibatkan senyawa kompleks yang dihasilkan memiliki sistem energi yang lebih rendah dan tingkat degenerasinya berkurang.

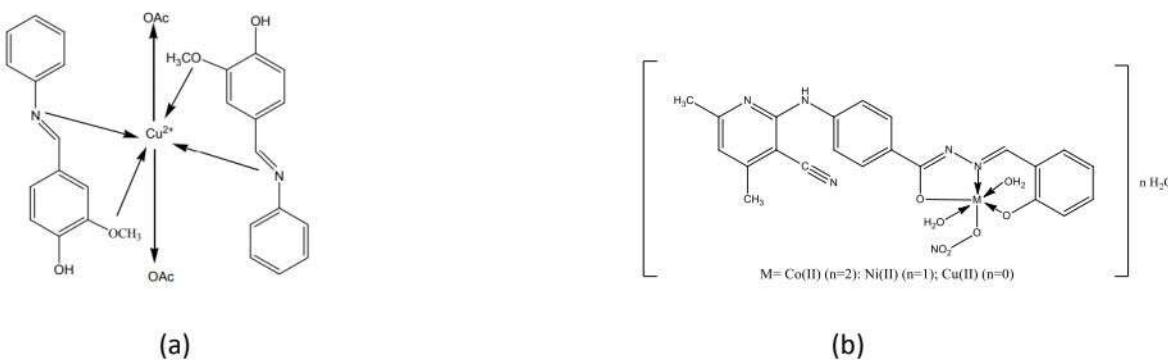
Logam tembaga sendiri dapat ditemukan dalam bentuk garamnya seperti tembaga (II) klorida ($CuCl_2$), tembaga (II) asetat ($Cu(OAc)_2$), tembaga (II) sulfat ($CuSO_4$), dan lain sebagainya. Beberapa penelitian kompleks Cu(II) dengan ligan basa Schiff telah banyak dilakukan sebelumnya seperti Lestari (2016) telah mensintesis kompleks Cu(II) dengan garam logam berupa $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ dengan ligan 2(4-klorofenil)-4,5-difenil-1*H*-Imidazol yang menunjukkan geometri molekul tetrahedral. Sobola *et al.*, 2014 mensintesis kompleks Cu dengan ligan 2-metoksi-6-(2-klorofenilimino)metil)fenol) sehingga menghasilkan senyawa kompleks $[Cu(2\text{-metoksi-6-(2-klorofenilimino)metil})\text{fenol}]_2$.

2.3 Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff

Senyawa kompleks adalah senyawa yang terbentuk antara atom pusat dengan atom donor melalui ikatan kovalen koordinasi. Atom pusat dapat berupa atom logam atau ion logam. Atom yang dapat mendonorkan pasangan elektron atau terkoordinasi ke atom pusat biasa disebut dengan ligan atau atom donor. Ikatan kovalen koordinasi terjadi karena adanya pemakaian bersama pasangan elektron bebas yang didonorkan oleh atom donor. Atom pusat berperan sebagai asam Lewis atau penerima pasangan elektron bebas, sementara ligan berperan sebagai penyumbang pasangan elektron bebas atau basa Lewis (Effendy, 2013). Logam transisi sering digunakan sebagai atom pusat karena terdapat orbital valensi yang belum terisi penuh, sehingga menyebabkan logam transisi mudah untuk membentuk ion kompleks. Bentuk geometri kompleks tergantung pada banyaknya pasangan elektron bebas yang didonorkan oleh ligan pada atom pusat. Jenis ligan yang dapat digunakan sangat bervariasi, mulai dari ligan yang paling sederhana, yaitu ligan yang terdiri dari satu atom donor sampai ligan yang sangat rumit seperti ligan-ligan makrosiklik (Chang, 2008).

Senyawa kompleks basa Schiff terbentuk dari reaksi ion logam dengan ligan basa Schiff melalui ikatan kovalen koordinasi. Dalam suatu senyawa kompleks, ligan basa Schiff memiliki kemampuan mendonorkan lebih dari satu pasangan elektronnya dari atom O atau N ke orbital *d* ion logam transisi, sehingga memberi struktur dan sifat tertentu (Seimbiring, dkk., 2013). Logam transisi merupakan logam yang memiliki ciri khas mudah menghasilkan ion-ion dengan subkulit *d* yang tidak terisi penuh sehingga dapat menerima donor pasangan elektron dari ligan (Chang, 2005). Senyawa kompleks basa Schiff memiliki kecenderungan membentuk suatu senyawa kompleks yang baik. Hal ini karena basa Schiff mampu membentuk khelat dengan ion logam. Selain itu, senyawa kompleks dengan satu atau lebih cincin berkhelat 5 atau 6 lebih stabil dibandingkan dengan senyawa kompleks serupa (Seimbiring, 2017). Cincin dapat terbentuk antara atom donor N, O, dan logam M sehingga menghasilkan senyawa kompleks yang lebih stabil. Senyawa kompleks basa Schiff yang stabil dapat digunakan dalam berbagai bidang seperti katalis oksidasi, anti jamur, anti-HIV, antikanker, antimikroba, dan sebagai antibakteri (Gwaram, dkk., 2012).

Tufa, et al., (2018) telah mensintesis kompleks Cu (II) basa Schiff dengan ligan basa Schiff dari vanilin dan anilina. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa terbentuk kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) berupa padatan berwarna hijau muda dengan titik leleh sebesar 145 °C dan rendemen sebesar 53%. El-Gammal, dkk., (2021) telah melakukan penelitian tentang sintesis kompleks basa Schiff menggunakan ligan yang diperoleh dari reaktan salisilaldehida dengan 4-(3-cyano-4,6-dimethylpyridin-2-ylamino) dan logam yang digunakan berupa Co(II), Cu(II), dan Ni(II). Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa terbentuk kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) berupa padatan berwarna hijau kekuningan dengan titik leleh sebesar >300 °C dan rendemen sebesar 76%. Dugaan struktur dari kedua penelitian tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Struktur senyawa kompleks (a) logam Cu dengan ligan basa Schiff dari vanillin dan anilina (b) beberapa logam transisi dengan ligan basa Schiff dari salisilaldehida dengan 4-(3-cyano-4,6-dimethylpyridin-2-ylamino)

2.4 Metode Penggerusan

Sintesis ligan basa Schiff dan kompleksnya dilakukan menggunakan metode penggerusan. Metode penggerusan merupakan metode yang efektif untuk diaplikasikan dalam sintesis ligan dan kompleks senyawa basa Schiff. Sintesis dengan menggunakan metode ini dapat meminimalisir timbulnya polutan, memaksimalkan efisiensi energi (melakukan penggerusan dengan kondisi alamiah, yaitu pada suhu ruang dan tekanan atmosfer) (Ulfah *et al.*, 2013), dan menghasilkan produk hasil sintesis dengan kemurnian yang tinggi karena hanya melibatkan dua reaktan. Metode ini disebut juga sebagai metode *green synthesis*. Dalam metode *green synthesis* terdapat 12 prinsip yang harus diperhatikan yaitu (Nurbaity, 2011):

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

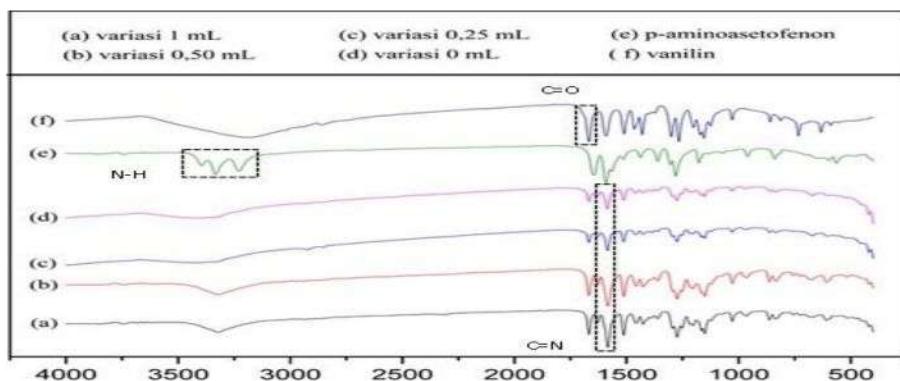
Boruah, dkk., (2021) telah melakukan penelitian tentang sintesis kompleks basa Schiff menggunakan ligan yang diperoleh dari reaktan *salicylaldehyde* dengan *diethylenetriamine* dan logam yang digunakan berupa vanadium(V), metode yang digunakan adalah metode penggerusan. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa terbentuk kompleks basa Schiff dengan logam vanadium(V) yang menghasilkan rendemen sebesar 98%.

2.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

2.5.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) merupakan instrumen yang mampu mengukur energi vibrasi dari kumpulan atom yang berikatan. Dalam instrumen ini menggunakan radiasi infra merah (IR) sebagai sumber energi. Prinsip dari spektroskopi FTIR adalah vibrasi molekul suatu senyawa dapat menyerap radiasi inframerah pada rentang radiasi elektromagnetik (Moore, 2016). Spektrum dari hasil analisa digunakan untuk mengidentifikasi suatu gugus fungsi dari suatu molekul (Haryoto and Priyatno, 2018; Wibisono, 2017). Dalam senyawa basa Schiff terdapat beberapa gugus fungsi, salah satunya adalah gugus fungsi imin ($C=N$) yang menjadi ciri khas dari senyawa basa Schiff (Sebastian and Thapa, 2015). Ikatan $C=N$ stretching pada senyawa imin berada pada kisaran bilangan gelombang $1471\text{-}1689\text{ cm}^{-1}$ (Shriner *et al*, 2004).

Penelitian yang dilakukan oleh Ummatur,*et al.*, (2009), menunjukkan bahwa spektra IR basa schiff (imina) memiliki serapan khas $C=N$ pada daerah bilangan gelombang $1550\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$. Adawiyah (2017) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina mendapatkan spektra gugus imina pada bilangan gelombang 1590 cm^{-1} , OH stretch pada daerah $3441\text{-}3451\text{ cm}^{-1}$ C-O stretch fenol pada bilangan gelombang 1213 cm^{-1} , Csp 2-H stretch pada daerah 3009 cm^{-1} , C=C aromatik pada 1623 dan 1507 cm^{-1} , serta overtone aromatic $2051\text{-}187\text{ cm}^{-1}$. Hasil spektra FTIR yang dilakukan oleh Adawiyah (2017) ditunjukkan pada gambar 2.4



Gambar 2. 4 Spektra FTIR senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina (Adawiyah,2017)

Khaidir *et al* (2018) mensintesis kompleks basa Schiff dari *o*-vanilin dengan *m*-fenilendiamina dan logam yang digunakan berupa Cu(II). Ikatan nitrogen pada gugus azometin ditunjukkan pada bilangan gelombang 1615 cm^{-1} , sedangkan kompleksnya dengan logam Cu bergeser lebih rendah di daerah serapan 1610 cm^{-1} pada kompleks binuklear dan 1605 cm^{-1} pada kompleks tetranuklear. Pada Tabel 2.1 ditunjukkan bahwa ketiga senyawa kompleks tersebut menghasilkan serapan di sekitar daerah 500 cm^{-1} dan 400 cm^{-1} untuk ikatan M-N dan M-O berturut-turut. Serapan tersebut menandakan bahwa ikatan logam dengan ligan terbentuk.

Tabel 2.1 Serapan IR ligan basa Schiff dengan senyawa kompleks logam Cu

Senyawa	$\nu\text{ (C=N)}$	$\nu\text{ (M-N)}$	$\nu\text{ (M-O)}$
SB	1610	-	-
CuSB	1600	520	400
SB	1615	-	-
Cu_2SB	1610	543	447
Cu_4SB	1605	542	444

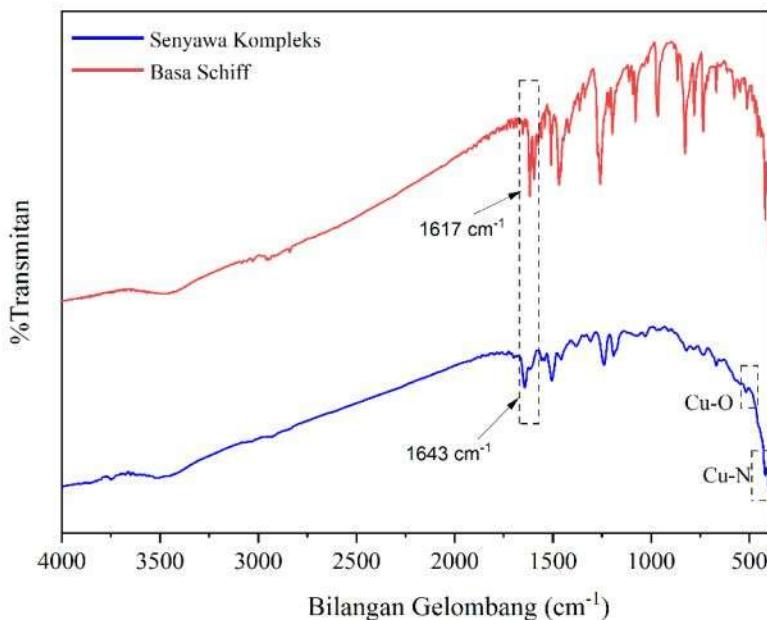
Keterangan:

SB : Schiff Base

M : Logam (Cu)

Penelitian senyawa kompleks dilakukan oleh Rahayu (2021) yang telah melakukan sintesis senyawa kompleks basa Schiff menggunakan ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dan garam logam $\text{CuCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah (FTIR), diperoleh bukti adanya pembentukan kompleks logam yang ditunjukkan melalui pergeseran bilangan gelombang pada beberapa gugus fungsi. Gugus imina ($\text{C}=\text{N}$) pada ligan mengalami pergeseran dari 1617 cm^{-1} menjadi 1643 cm^{-1} setelah berikatan dengan ion logam, yang mengindikasikan koordinasi atom nitrogen terhadap logam Cu(II). Selain itu, gugus hidroksil ($\text{O}-\text{H}$) juga mengalami pergeseran dari 3481 cm^{-1} menjadi 3507 cm^{-1} , yang menunjukkan keterlibatan gugus fenol dalam pembentukan ikatan koordinasi.

Adanya serapan baru pada bilangan gelombang 420 cm^{-1} dan 516 cm^{-1} masing-masing diasosiasikan dengan vibrasi ikatan Cu–N dan Cu–O, yang merupakan karakteristik dari pembentukan kompleks logam dengan ligan basa Schiff. Data spektra FTIR yang mendukung temuan ini ditunjukkan pada Gambar 2.5 dan Tabel 2.2



Gambar 2. 5 Spektra FTIR Senyawa Kompleks Cu(II)-Basa Schiff (Rahayu,2021)

Tabel 2. 2 Interpretasi FTIR Kompleks Cu(II)-Basa Schiff

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (Cm⁻¹)	
	Ligan Basa Schiff	Senyawa Kompleks
-OH stretch	3481	3507
C=N	1617	1643
Cu-N	-	420
Cu-O	-	516

2.5.2 Karakterisasi Senyawa Menggunakan UV-Vis

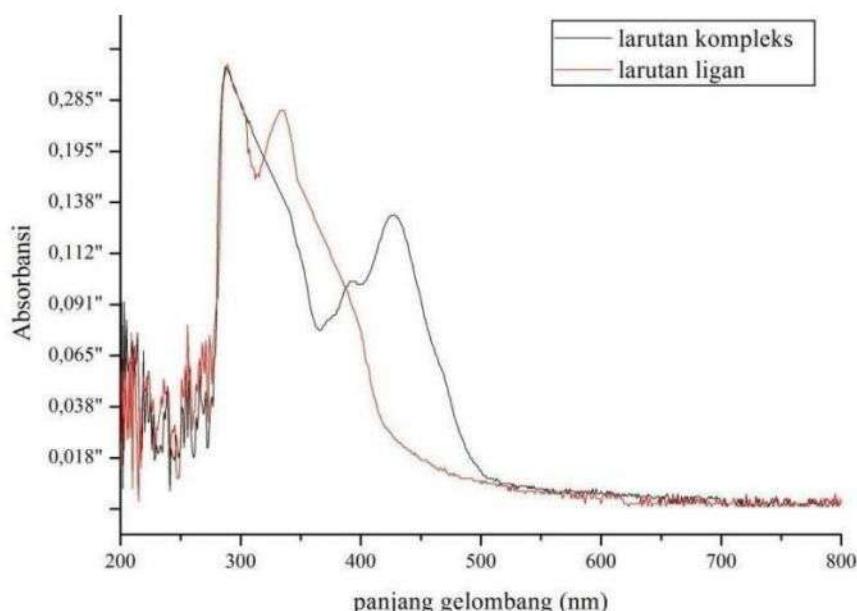
Spektrofotometer UV-Vis merupakan sebuah instrumen yang mengukur panjang gelombang dan intensitas sinar UV-Vis yang diabsorbsi oleh sampel. Materi yang diradiasikan gelombang elektromagnetik mengabsorbsi energi dan terjadi transisi elektronik dari *ground state* ke *excited state*. Biasanya instrumen ini digunakan untuk molekul dan ion anorganik atau senyawa kompleks dalam larutan, menentukan jenis kromofor, auksokrom, dan menganalisis senyawa organik secara kuantitatif dengan hukum Lambert-Beer. Di dalam molekul organik, elektron yang ikut mengalami penyerapan sinar UV-Vis ialah elektron sigma, elektron phi, dan elektron nonbonding (Pavia *et al.*, 2009; Dachiyan, 2004).

Penyerapan sinar UV-Vis terjadi melalui 3 proses, yaitu (Rohman, 2007):

1. Penyerapan oleh transisi elektron ikatan dan anti ikatan yang biasa terjadi pada molekul organik.
2. Penyerapan yang melibatkan elektron *d* dan *f*. Absorbsi oleh elektron-elektron 3d dan 4d terjadi pada logam golongan transisi pertama dan kedua, sedangkan transisi elektronik pada orbital 4f dan 5f terjadi pada seri lantanida dan aktanida.

3. Penyerapan karena perpindahan muatan. Biasanya terjadi pada senyawa kompleks dimana terjadi perpindahan elektron dari ligan sebagai donor ke atom pusat sebagai akseptor elektron. Meningkatnya perpindahan elektron, mengakibatkan sejumlah kecil energi radiasi yang dibutuhkan menyerap ke panjang gelombang yang menyebabkan efek batokromik.

Gambar 2.6 menunjukkan adanya perbedaan puncak pada larutan kompleks dengan larutan ligan, dimana terjadi pergeseran ke panjang gelombang lebih besar pada larutan kompleks. Menurut Agustin (2017), larutan kompleks menunjukkan puncak tertinggi 427 nm sedangkan larutan ligan pada 355 nm. Adanya pergeseran panjang gelombang ini mengindikasikan bahwa telah terjadi transfer muatan dari ligan ke logam sehingga dikatakan bahwa telah terbentuk senyawa kompleks.



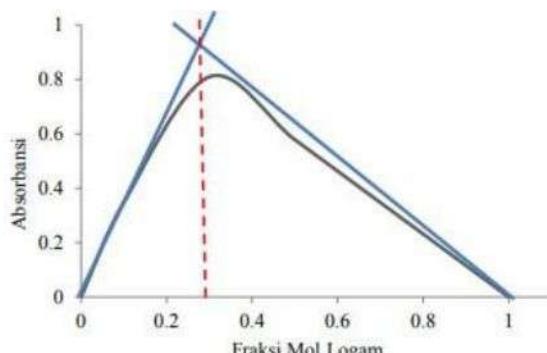
Gambar 2.6 Hasil Spektra UV-Vis kompleks tembaga (II) dengan ligan [N,N' Bis(salisinden)-1,2-fenilendiamin] (Agustin, 2017)

2.5.3 Metode Job's

Metode Job's dan dikenal juga sebagai metode variasi kontinyu adalah sebuah metode untuk mengidentifikasi stoikiometri pada perbandingan logam dan ligan pada sintesis senyawa kompleks. Prosedur yang digunakan dengan mencampur logam dan ligan dengan konsentrasi yang sama kemudian dilakukan perbandingan volume logam dan ligan tetapi dengan volume campuran yang tetap. Selanjutnya, campuran dianalisa dengan spektrofotometer UV-Vis untuk diketahui absorbansi maksimal. Saat absorbansi maksimal tercapai, maka disitulah merupakan stoikiometri perbandingan logam dan ligan (Harris, 1997).

Prinsip metode Job's adalah rasio perbandingan volume logam dan ligan mulai dari 0 hingga 10 pada total konsentrasi yang sama (Kuscahyani, 2012). Sucipto(2018) telah melakukan karakterisasi pada senyawa kompleks Cu(II) dengan 2,4,5-trifenilimidazol menggunakan metode Job's atau variasi kontinyu menggunakan variasi perbandingan volume

logam:ligan yang akan diukur absorbansinya adalah 0:10, 1:9, 3:7, 5:5, 7:3, 9:1, dan 10:0 dengan konsentrasi logam dan ligan tetap, dan absorbansi diukur pada panjang gelombang maksimal (λ_{maks}) 529 nm. Pada karakterisasi ini didapatkan grafik hasil dari pengukuran absorbansi dari perbandingan volume logam dan ligan yang ditunjukkan pada Gambar 2.7.

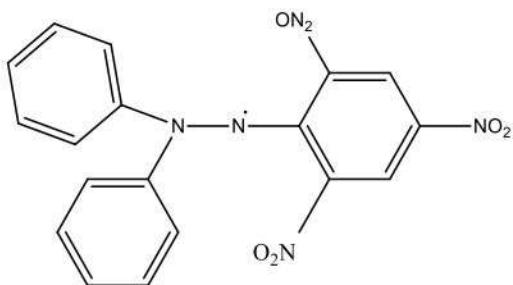


Gambar 2.7 Grafik Metode Job's

Berdasarkan Gambar 2.7, grafik tersebut dapat ditarik garis singgung sebelah kiri dan kanan puncak. Kemudian, pertemuan kedua garis singgung ditarik titik potong ke sumbu X sehingga dihasilkan harga fraksi mol dari kompleks yaitu 0,2823. Hal ini menunjukkan bahwa perbandingan mol antara ion logam Cu^{2+} dan ligan 2,4,5-trifenilimidazol sebesar 1:2 dimana satu mol logam dapat berikatan dengan dua mol ligan.

2.6 Uji Aktivitas Antioksidan menggunakan DPPH

1,1-difenil-2-pikrilhidrazil (DPPH) merupakan radikal bebas yang stabil pada suhu kamar dan sering digunakan untuk mengevaluasi aktivitas antioksidan beberapa senyawa atau ekstrak bahan alam (Molyneux, 2004). DPPH dapat digunakan sebagai reagen kalorimetri untuk proses redoks (Ionita, 2003). Uji aktivitas antioksidan menggunakan DPPH akan bekerja maksimal dengan menggunakan pelarut metanol atau etanol. Karena kedua pelarut ini tidak akan mempengaruhi reaksi antara antioksidan dengan DPPH (Molyneux, 2004). Struktur radikal DPPH ditunjukkan pada Gambar 2.8



Gambar 2.8 Struktur Radikal DPPH

Prinsip pengukuran aktivitas antioksidan dengan metode DPPH secara kuantitatif adalah dengan melihat perubahan warna DPPH. Radikal bebas DPPH yang memiliki elektron

tidak berpasangan akan memberikan warna ungu. Saat elektronnya berpasangan, warna akan berubah menjadi kuning. Perubahan intensitas warna terjadi karena adanya radikal bebas yang dihasilkan oleh berasiknya molekul DPPH dengan atom hidrogen yang dilepaskan oleh molekul antioksidan sehingga terbentuk senyawa 1,1-difenil-2-pikrilhidrazin (DPPH-H) dan menyebabkan terjadinya peluruhan warna DPPH dari ungu menjadi kuning (Rizkayanti, dkk., 2017).

Perubahan warna pada DPPH akan memberikan perubahan absorbansi pada panjang gelombang maksimum DPPH menggunakan spektrofotometer UV-Vis, sehingga akan diketahui nilai aktivitas peredaman radikal bebas yang dinyatakan dengan EC_{50} (*Efficient concentration*) (Rizkayanti, dkk., 2017). Penentuan aktivitas antioksidan dilakukan melalui persen sebagai berikut (Rahmadi dan Bohari, 2018):

$$\text{Total antioksidan (\%)} = \frac{(\text{Absorbansi kontrol} - \text{Absorbansi DPPH sisa})}{\text{Absorbansi kontrol}} \times 100\%$$

Aktivitas antioksidan dapat ditentukan menggunakan parameter harga *Efficient Concentration* (EC_{50}) yaitu konsentrasi suatu zat antioksidan yang dapat menyebabkan 50% DPPH kehilangan karakter radikal atau konsentrasi suatu zat antioksidan yang memberikan persen penghambatan 50%. Jika suatu zat memiliki EC_{50} kurang dari 200 ppm, maka zat tersebut memiliki sifat antioksidan. Jika nilai EC_{50} berkisar antara 200-1000 ppm, maka zat tersebut kurang aktif namun masih berpotensi sebagai zat antioksidan (Molyneux, 2004). Aljahdali., dkk (2020) telah melakukan uji antioksidan terhadap senyawa kompleks basa Schiff menggunakan ligan (E)-N,N-di-methyl-2-((E)-1-(2-(*p*-tolyl)hydrazono)-propan-2-ylidine)hydrazine-1-carbothioamide (DMPTHP) dan logam yang digunakan berupa Zn dan Cd. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa aktivitas antioksidan pada kompleks lebih baik dibandingkan dengan ligan basa Schiff, dengan nilai aktivitas antioksidan pada kompleks Zn-DMPTHP sebesar 88,11%, kompleks Cd-DMPTHP sebesar 93,8% dan pada ligan sebesar 86,11%.

2.7 Sintesis Ramah Lingkungan dalam Prespektif Islam

Allah Swt. menganugerahi akal kepada manusia, dan dengan akal itulah Allah Swt. menurunkan agama. Agama sebagai petunjuk dan pedoman dalam kehidupan, merupakan dasar untuk mengatur bagaimana berhubungan dengan sang pencipta dan hubungan dengan alam semesta. Manusia dalam agama merupakan bagian dari lingkungan hidupnya, sehingga manusia ditunjuk sebagai khalifah di muka bumi ini. Seperti dalam Firman Allah Swt. yaitu:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيقَةً فَالْأُولُونَ أَجْعَلْتُ فِيهَا مَنْ يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِلُ الْأَرْضَمَاءَ وَخَنْقُ تُسْبِحُ بِهَمَدِكَ وَنَقِدِكَ
لَكَ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ

"Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para Malaikat: "Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi". Mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak

menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan Mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui."(Q.S. Al-Baqarah: 30).

Dalam prespektif Islam, alam adalah segala sesuatu selain Allah Swt, alam adalah segala sesuatu yang diciptakan Allah Swt. dengan segala isinya, dalam konteks ini, bahwa alam tidak hanya benda angkasa atau bumi dan segala isinya, tetapi alam juga terdapat diantara keduanya. Sehingga Allah Swt menciptakan alam dengan sangat kompleks dan luas cakupannya. Allah Swt. mempersilahkan kepada umat manusia untuk mengambil manfaat dan memberdayakan hasil alam dengan sebaik-baiknya demi kemakmuran dan kemaslahatan artinya manusia diberi kebebasan baik mengelola alam atau hanya sebatas mengambil manfaat dari alam, selagi manusia tidak mengakibatkan kerusakan pada alam.

Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dan logam Cu(II) menggunakan metode penggerusan merupakan suatu upaya yang dilakukan agar tidak merusak lingkungan. Sebagaimana Firman Allah Swt. mengingatkan kepada umat manusia dalam Al-Qur'an surah Al-A'raf ayat 56:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَآذُنُوهُ حُوقًا وَطَعْمًا، إِنَّ رَحْمَةَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ.

"Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi setelah diatur dengan baik. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya rahmat Allah Swt. dekat terhadap orang-orang yang berbuat baik."(Q.S. Al-A'Raf ayat 56).

Dalam ayat ini Allah Swt. melarang manusia agar tidak membuat kerusakan di muka bumi. Larangan membuat kerusakan ini mencakup semua bidang, seperti merusak pergaulan, jasmani, dan rohani orang lain, serta merusak lingkungan dan sebagainya. Manusia sebagai khalifah bumi berperan untuk menjaga, memakmurkan serta melestarikan agar terbentuk kemaslahatan sebagaimana mestinya. Pada dasarnya menjaga, memakmurkan, serta melestarikan bumi sama halnya dengan menjaga ilmu yang apabila dipelajari dan dimanfaatkan akan menambah pengetahuan serta memberikan rahmat bagi alam dan sekitarnya. Menurut Shihab (2002), alam telah Allah ciptakan dalam keadaan yang sangat harmonis, serasi, dan sebagai pusat kehidupan. Ia telah menjadikannya baik, merusak setelah diperbaiki jauh lebih buruk daripada merusaknya sebelum diperbaiki atau pada saat dia buruk.

Rasullullah saw. pada ayat di atas sangat jelas mengapresiasi terhadap kelestarian lingkungan, pembuangan limbah, dan limbah kimia merupakan salah satu hal yang dilaknat Allah Swt. karena dapat menyebabkan ekosistem di darat dan di laut menjadi tidak seimbang. Sintesis senyawa kompleks basa Schiff secara konvensial dapat meningkatkan limbah bahan kimia yang berbahaya dan dapat menyebabkan ekosistem menjadi tidak seimbang, sehingga dewasa ini diperlukan metode yang dapat mengurangi penggunaan limbah kimia, salah

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

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2024-Februari 2025 di Laboratorium organik, Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi UV-Vis dilakukan di Laboratorium Instrumen, Program Studi Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi FTIR dan GC-MS dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca arloji, *beaker glass* 50 mL, labu ukur 50 mL, tabung reaksi, pipet ukur 10 mL, pipet tetes, pipa kapiler, spatula, batang pengaduk, bola hisap, botol semprot, desikator, neraca analitik, mortar dan alu, cawan porselen, termometer, *Melting Point Apparatus* (MPA), FTIR SHIMADZU, GC-MS QP2010S-SHIMADZU, UV-Vis Varian Carry50.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *o*-vanilin, *p*-toluidina, garam logam CuCl₂.2H₂O, NaOH 2M, KBr, klorofom, etanol pa, akuades, alumunium foil, larutan DPPH, asam askorbat, alumunium foil.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui pengujian eksperimental di laboratorium secara kualitatif dan kuantitatif menggunakan analisis Rancangan Acak Lengkap (RAL). Penelitian secara kualitatif dimulai dengan sintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode penggerusan. Kemudian dilanjutkan dengan identifikasi menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA) untuk melihat titik lelehnya, serta dikarakterisasi menggunakan FTIR dan GCMS. Selanjutnya, sintesis senyawa kompleks basa Schiff menggunakan metode penggerusan yang dilakukan pengulangan secara 3 kali, dilanjutkan dengan identifikasi menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA) untuk melihat titik lelehnya, serta dikarakterisasi menggunakan UV-Vis, FTIR, dan metode Job's dengan menggunakan variasi volume logam dan ligan. Sedangkan penelitian secara kuantitatif dilakukan dengan penentuan perhitungan %rendemen hasil produk sintesis dan perhitungan aktivitas antioksidan. Selanjutnya, diuji aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff menggunakan metode DPPH dengan variasi konsentrasi senyawa kompleks basa Schiff 12,5; 25; 50; 100; 200; dan 500 ppm, kemudian dianalisis nilai EC₅₀.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dari reaktan *o*-vanillin dan *p*-toluidina menggunakan metode penggerusan.
2. Uji sifat fisik senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol, berupa pengamatan bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan MPA.
3. Uji sifat kimia senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol berupa kelarutan dengan akuades dan NaOH 2M.
4. Karakterisasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol menggunakan FTIR dan GC-MS.
5. Sintesis senyawa kompleks dari Cu (II) dengan ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol menggunakan metode penggerusan.
6. Uji sifat fisik senyawa kompleks basa Schiff-Cu (II), berupa pengamatan bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan MPA.
7. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Cu (II) menggunakan UV-Vis, FTIR, dan metode Job's.
8. Uji Antioksidan senyawa kompleks basa Schiff menggunakan metode DPPH.

3.5 Prosedur Penelitian

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

o-Vanillin sebanyak 0,02 mol (3,0737 g) dan *p*-toluidina 0,02 mol (2,168 g) digerus selama 30 menit menggunakan mortar dan alu pada suhu ruang. Produk sintesis yang terbentuk dikeringkan dalam desikator sampai massanya konstan dan dihitung rendemen produk menggunakan Persamaan 3.1. Selanjutnya, produk hasil sintesis diamati sifat fisiknya berupa bentuk dan warna.

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

3.5.2 Uji Titik Leleh Senyawa Basa Schiff menggunakan MPA

Produk sintesis di uji titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA). Produk sintesis dimasukkan dalam pipa kapiler, kemudian dipasangkan pipa kapiler dan termometer dalam alat MPA. Selanjutnya alat MPA dinyalakan dan diatur suhu kenaikannya sampai 20 °C per menit. Setelah mencapai 60% dari suhu titik leleh teori, maka diturunkan suhunya menjadi 10 °C per menit. Jika suhu kurang darui 15 °C dari suhu leleh teori maka suhu diatur menjadi sebesar 1 °C per menit. Perlakuan titik leleh produk sintesis dibuat dengan sistem *range* di mana titik bawah terukur sejak sampel pertama kali meleleh dan titik atas terukur ketika sampel meleleh sempurna.

3.5.3 Uji Sifat Kimia Basa Schiff dengan Akuades dan Larutan NaOH 2M

Senyawa basa Schiff sebanyak 0,003 gram dilarutkan dalam 2 tabung reaksi yang berbeda. Selanjutnya, tabung reaksi pertama ditambahkan 2 mL akuades dan tabung reaksi kedua ditambahkan 2 mL NaOH 2M. Campuran dalam masing-masing tabung reaksi dikocok dan amati perubahan yang terjadi.

3.5.4 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff menggunakan FTIR

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

3.5.5 Karakterisasi Produk Sintesis menggunakan GC-MS

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

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

3.5.6 Sintesis Senyawa Kompleks Cu (II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol menggunakan Metode Penggerusan

Sintesis senyawa kompleks dari ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan logam Cu (II) dilakukan menggunakan perbandingan 2:1. Ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol sebanyak 0,48256 g (2 mmol) dan garam CuCl₂.2H₂O sebanyak 0,1722 g (1 mmol) dimasukkan dalam mortar. Kemudian digerus menggunakan alu pada suhu ruang selama 30 menit. Masing-masing produk hasil sintesis diamati sifat fisiknya berupa bentuk, warna, serta titik leleh menggunakan MPA.

3.5.7 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis

3.5.7.1 Karakterisasi Senyawa Menggunakan UV-Vis

Uji kualitatif untuk mengetahui panjang gelombang maksimum kompleks basa Schiff-Cu(II) dan ligan basa Schiff dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis Varian Carry50.

Produk hasil sintesis serta ligan basa Schiff dilarutkan dalam etanol. Kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dianalisis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm.

3.5.7.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Analisis gugus fungsi kompleks basa Schiff-Cu(II) dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR SHIMADZU. Produk hasil sintesis dicampur KBr dengan perbandingan 2:98 dan digerus dalam mortar agate. Kemudian, campuran ditekan dan dibentuk pelet. Pelet diletakkan dalam *cell holder* dan dianalisis pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

3.5.7.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam Menggunakan Metode Job's

Uji kuantitatif dilakukan untuk menentukan perbandingan mol ligan dan logam dalam senyawa kompleks menggunakan metode Job's dengan memvariasikan volume logam dan ligan pada konsentrasi yang sama. Larutan induk logam 0,001 M dibuat dengan menimbang 0,01722 g CuCl₂.2H₂O dan dilarutkan dalam etanol hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 100 mL. Selanjutnya larutan induk ligan 0,001 M dibuat dengan menimbang 0,024128 g 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dan dilarutkan dalam etanol hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 100 mL. Masing-masing larutan induk dimasukkan dalam tabung reaksi sesuai variasi volume pada Tabel 3.1. Kemudian dibuat larutan logam dan ligan sebagai faktor koreksi pada Tabel 3.2. Tabung 2-6 di vortex selama 2 menit. Kemudian masing-masing larutan dalam tabung reaksi diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis Varian Carry 50 pada λ_{maks} senyawa kompleks. Hasil analisa dibuat kurva dan garis singgung antara fraksi mol ligan terhadap absorbansi terkoreksi.

Tabel 3. 1 Variasi volume logam dan ligan

Tabung	CuCl ₂ .2H ₂ O (mL) 0,001M	C ₁₅ H ₁₅ NO ₂ (mL) 0,001M
1	10	0
2	9	1
3	7	3
4	5	5
5	3	7
6	1	9
7	0	10

Tabel 3.2 Variasi volume pelarut dengan ligan dan logam

Tabung	$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Etanol	Tabung	$\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2$	Etanol
1	10 mL	0 mL	1	0 mL	10 mL
2	9 mL	1 mL	2	1 mL	9 mL
3	7 mL	3 mL	3	3 mL	7 mL
4	5 mL	5 mL	4	5 mL	5 mL
5	3 mL	7 mL	5	7 mL	3 mL
6	1 mL	9 mL	6	9 mL	1 mL
7	0 mL	10 mL	7	10 mL	0 mL

3.5.8 Uji Antoksidan Senyawa Kompleks Basa Schiff

Larutan kontrol 0 ppm dibuat dengan cara dimasukkan etanol p.a sebanyak 3 mL ke dalam tabung reaksi berskala 5 mL, kemudian ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL. Tabung reaksi ditutup menggunakan aluminium foil, kemudian di inkubasi pada suhu 37 °C selama 30 menit. Selanjutnya, diukur absorbansi DPPH menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada λ_{maks} yang telah diketahui.

Senyawa produk sintesis kompleks basa Schiff dibuat larutan stok 500 ppm dengan cara ditimbang 12,5 mg senyawa produk dan dilarutkan dalam pelarut etanol p.a sebanyak 25 mL. Kemudian larutan sampel dibuat variasi konsentrasi yaitu 12,5, 25, 50, 100, 200, dan 500 ppm. Setelah itu, disiapkan 6 tabung reaksi berskala 5 mL dan dimasukkan 3 mL larutan sampel dengan konsentrasi berbea pada masing-masing tabung reaksi, kemudian ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL. Tabung reaksi ditutup menggunakan aluminium foil kemudian diinkubasi pada suhu 37 °C selama 30 menit. Larutan sampel diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada λ_{maks} yang telah diketahui. Selanjutnya, data absorbansi yang diperoleh dari tiap konsentrasi dihitung nilai persen (%) aktivitas antioksidan dengan Persamaan 3.3

$$\% \text{ Aktivitas Antioksidan} = \frac{\text{absorbansi kontrol} - \text{absorbansi DPPH sisa}}{\text{Absorbansi kontrol}} \times 100\% \quad (3.2)$$

3.6 Analisis Data

Data hasil penelitian dijelaskan secara deskriptif melalui tabel, grafik, gambar, dan lain-lain. Adapun penjelasannya sebagai berikut: Sintesis senyawa kompleks dilihat dari karakter produk yang diperoleh, yang di mana karakter ligan dan garam logam berbeda. Hasil produk sintesis yang diperoleh dilakukan karakterisasi GCMS yang didapatkan data berupa data kromatogram dan spektra MS, senyawa target memiliki ion molekuler yang m/z nya setara dengan berat molekul senyawa basa Schiff, karakterisasi FTIR yang didapatkan data berupa spektra IR, jika terjadi perubahan bilangan gelombang antara senyawa kompleks dan ligan maka sudah terbentuk senyawa kompleks, dan karakterisasi UV-Vis akan didapatkan spektra UV, jika terjadi perubahan panjang gelombang maksimum antara ligan dan senyawa kompleks

maka sudah terbentuk senyawa kompleks. Karakterisasi lebih lanjut dilakukan uji kuantitatif menggunakan metode Job's akan didapatkan data berupa perbandingan mol ligan dan logam pada senyawa kompleks. Nilai aktivitas antioksidan dengan pengaruh konsentrasi senyawa kompleks basa Schiff dianalisis menggunakan persamaan nonlinier pada program Graphad Prism 7 sehingga menghasilkan nilai EC₅₀.

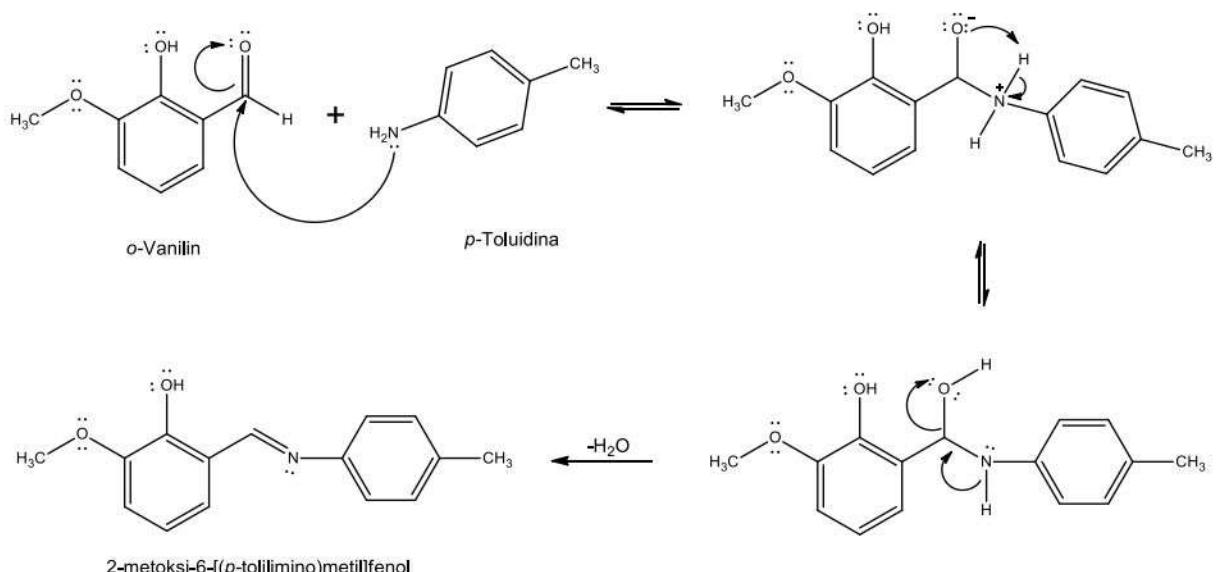
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

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

Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol merupakan hasil sintesis dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina. *p*-Toluidina merupakan senyawa amina primer yang memiliki gugus amina (NH_2), sedangkan *o*-vanilin merupakan senyawa aldehida dengan gugus C=O . Reaksi antara senyawa *o*-vanilin dan *p*-toluidina akan menghasilkan suatu senyawa baru yang mempunyai gugus C=N (imina) sebagai ciri khas terbentuknya basa Schiff (Ahmad, dkk., 2020). Sintesis ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dilakukan menggunakan metode penggerusan. Proses penggerusan dilakukan dalam suhu ruang dalam waktu 30 menit, sehingga sedikit energi yang dibutuhkan. Metode penggerusan melibatkan proses terjadinya konversi energi mekanik menjadi energi panas akibat gesekan sehingga menyebabkan terjadinya proses tumbukan antar molekul.

Mekanisme reaksi pembentukan ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol terdiri dari dua tahapan reaksi. Pertama, pasangan elektron bebas nitrogen ($-\text{NH}_2$) pada senyawa *p*-toluidina yang bertindak sebagai nukleofil menyerang atom karbon C (C=O) pada senyawa *o*-vanilin. Tahapan berikutnya, atom oksigen menerima transfer proton dari atom nitrogen membentuk senyawa intermediet karbinolamin yang netral dan melepas molekul air secara spontan. Ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol merupakan senyawa aromatik yang sangat stabil, sehingga intermediet karbinolamin mudah melepaskan molekul air (H_2O) (Surur, 2019). Dugaan mekanisme pembentukan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol ditunjukkan pada Gambar 4.1



Gambar 4. 1 Mekanisme reaksi pembentukan ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol

Produk hasil sintesis dikarakterisasi secara fisik yang meliputi wujud, warna, rendemen, dan titik lelehnya. Hasil pengamatan sifat fisik ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol ditunjukkan pada Tabel 4.1

Tabel 4. 1 Sifat Fisik Produk Sintesis

Pengamatan	<i>o</i> -Vanilin	<i>p</i> -Toluidina	Produk Sintesis
Wujud	Kristal (Padatan)	Kristal (Padatan)	Serbuk (Padatan)
Warna	Kuning pucat	Putih	Jingga
Massa (gram)	3,0737	2,1868	4,749
Rendemen (%)	-	-	98,41
Titik Leleh (°C)	44,5 ^a	44 ^a	94-96

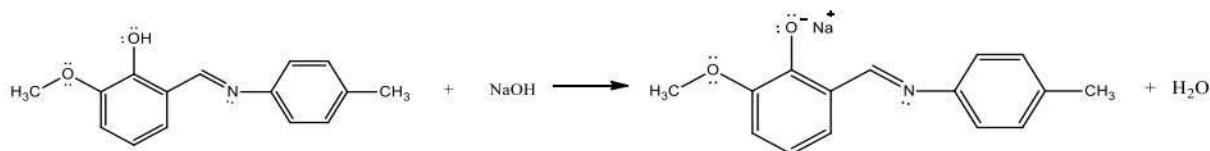
Keterangan: a= Nadhiroh, 2020

Berdasarkan Tabel 4.1 warna produk sintesis berbeda dengan reaktannya. Senyawa hasil sintesis berbentuk padatan (serbuk) berwarna jingga sedangkan pada *o*-vanilin berwarna kuning pucat dan *p*-toluidina berwarna putih. Hal tersebut sesuai dengan hasil penelitian Nadhiroh (2020) yang menyatakan bahwa ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol berwujud padatan dan memiliki warna jingga. Kemudian berdasarkan hasil uji titik leleh, senyawa produk sintesis memiliki titik leleh yang lebih tinggi yaitu 94-96 °C dibandingkan dengan reaktannya *o*-vanilin sebesar 44,5 °C dan *p*-toluidina sebesar 44 °C. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Nadhiroh (2020), yang melaporkan bahwa ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol memiliki titik leleh sebesar 95–97 °C. Kemiripan titik leleh antara produk sintesis dalam penelitian ini dengan hasil penelitian sebelumnya mendukung asumsi bahwa senyawa yang terbentuk merupakan ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol. Perbedaan tersebut dikarenakan ukuran molekul senyawa hasil sintesis lebih besar daripada molekul reaktannya. Senyawa hasil sintesis yang didapat memiliki rendemen sebesar 98,41%. Berdasarkan pengamatan sifat fisik tersebut, dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan senyawa yang berbeda dengan reaktannya dan diduga ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol telah terbentuk.

4.2 Uji Sifat Kimia Produk dengan Larutan NaOH 2M

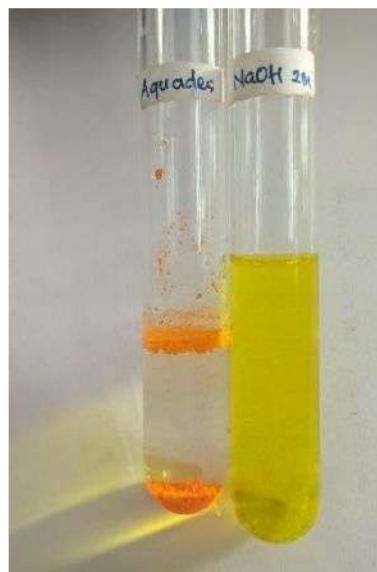
Uji sifat kimia merupakan uji yang bertujuan untuk mengetahui bahwa senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol mengandung gugus fenolat. Uji ini berdasarkan teori asam basa *Brownsted-Lowry* dengan teori transfer proton. Senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol bersifat asam karena memiliki gugus fenol yang bertindak sebagai pendonor proton yang didonorkan pada NaOH yang bersifat sebagai akseptor proton. Reaksi asam basa ini menyebabkan ion H⁺ dapat digantikan oleh ion Na⁺ dari

NaOH akan berubah menjadi garam natrium fenolat. Adanya pembentukan garam ini menjadikan senyawa tersebut larut sempurna dalam air karena adanya interaksi elektrostatik. Adapun persamaan reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4. 2 Reaksi produk sintesis dengan NaOH

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



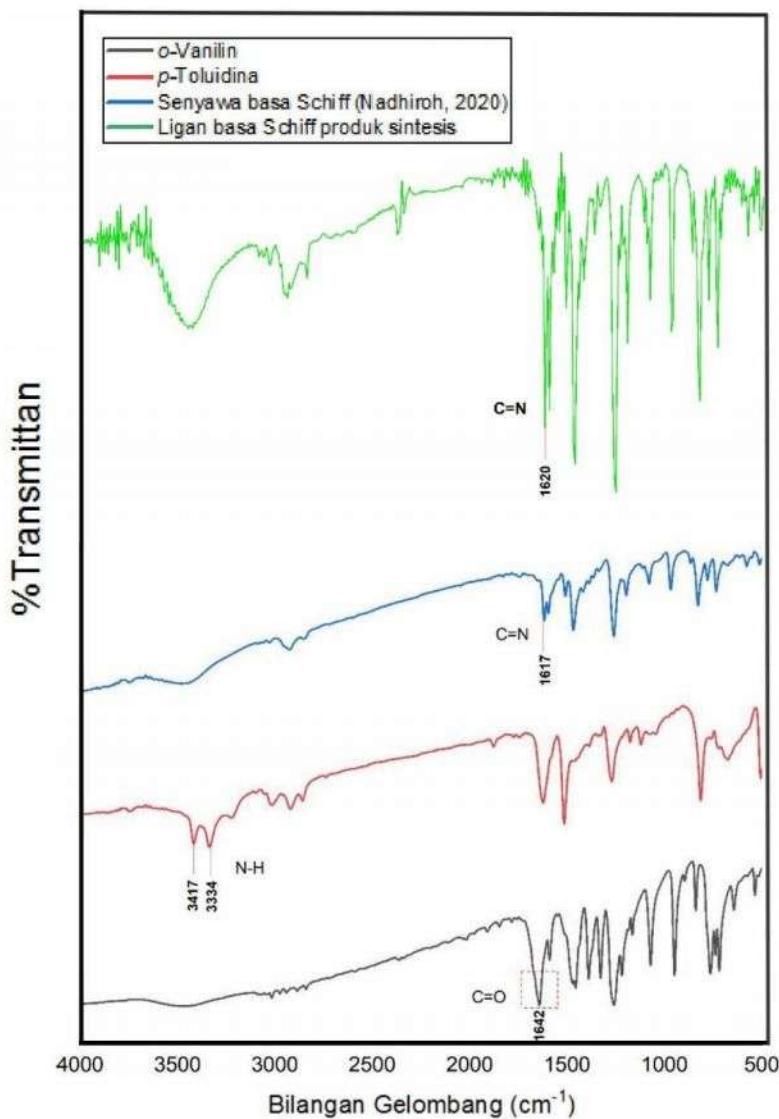
Gambar 4. 3 Hasil Uji Sifat Kimia Produk Sintesis

4.3 Karakterisasi Senyawa Menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui keberadaan gugus fungksional dari produk sintesis melalui interpretasi spektra yang diperoleh. Pembacaan spektra telah dilakukan pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹, karena pada daerah tersebut merupakan daerah sering kali terjadi serapan vibrasi gugus fungsi.

Pada Gambar 4.4 ditampilkan spektra FTIR yang menggambarkan pita serapan spesifik dengan intensitas yang bervariasi, menunjukkan perubahan struktur kimia selama proses sintesis. Salah satu ciri utama yang terlihat adalah munculnya pita serapan khas gugus

imina ($\text{C}=\text{N}$) pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} dengan serapan yang tajam dan kuat. Kemunculan pita ini menandakan terbentuknya ikatan imina, yang merupakan ciri khas senyawa basa Schiff hasil reaksi antara o-vanilin dan p-toluidina.



Gambar 4. 4 Hasil spektra FTIR reaktan & produk sintesis

Berdasarkan Gambar 4.4, Spektra FTIR menunjukkan hilangnya pita serapan karbonil ($\text{C}=\text{O}$) aldehida pada 1642 cm^{-1} serta serapan C-H aldehida pada $2800\text{--}2900 \text{ cm}^{-1}$, yang menandakan bahwa gugus karbonil telah bereaksi dengan amina primer dari *p*-toluidina dalam proses pembentukan basa Schiff. Selain itu, serapan khas N-H amina primer dari *p*-toluidina yang sebelumnya muncul pada 3417 cm^{-1} dan 3334 cm^{-1} juga tidak lagi terdeteksi dalam spektrum produk, mengkonfirmasi bahwa gugus amina primer telah bereaksi sepenuhnya dengan gugus karbonil aldehida dari o-vanilin untuk membentuk ikatan imina. Dengan demikian, perubahan spektra FTIR ini menunjukkan bahwa reaksi antara o-vanilin dan *p*-toluidina telah berlangsung dengan baik dan menghasilkan senyawa 2-metoksi-6-((*p*-

tolilimino)metil)fenol. Interpretasi lebih lanjut mengenai gugus fungsi dalam sintesis produk dapat dilihat pada Tabel 4.2 sebagai konfirmasi tambahan terhadap keberhasilan sintesis.

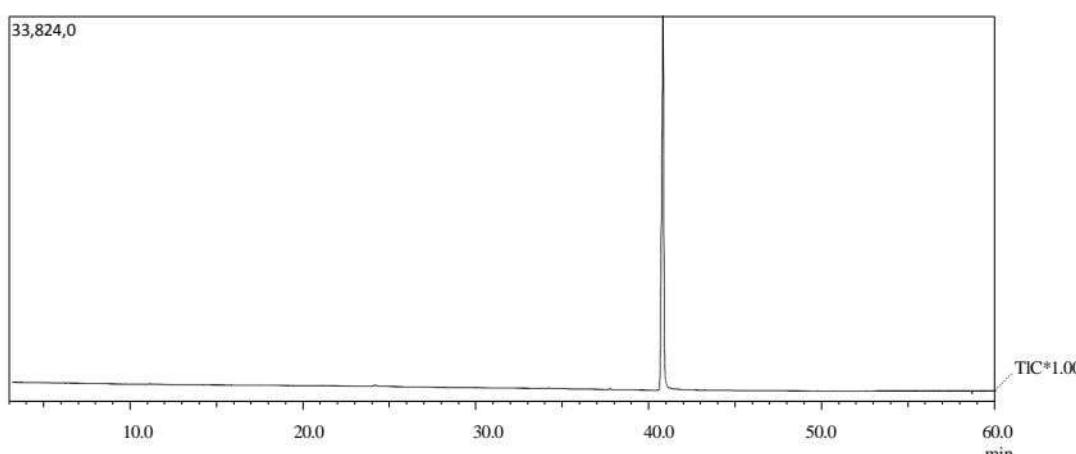
Tabel 4. 2 Hasil interpretasi spektra FTIR produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Literatur (cm ⁻¹)
	Produk Sintesis	Karakterisasi oleh Nadhiroh (2020)	
-OH stretch	3448	3483	3580-3200 ^a
C-H stretch	2924	2923	3000-2840 ^b
Csp ³ -H simetrik	2839	2839	2836-2857 ^a
Overtone	~1951-1681	~1950-1680	2000-1650 ^a
C=N stretch	1620	1617	1645-1605 ^a
C=C fenil	1512	1508	1580-1500 ^a
O-Csp ³	1465	1467	1470-1435 ^a
C-O fenol	1257	1259	1260-1000 ^b
C-N	1195	1195	1280-1180 ^b
C-O-C stretch asimetri	1080	1078	1150-1085 ^b
C-C-O	1195	1195	1198-1176 ^b
O-H out plane bending	779-732	733-763	769-650 ^b

Keterangan: a= Socrates, 2001 b= Silverstain dkk., 2005

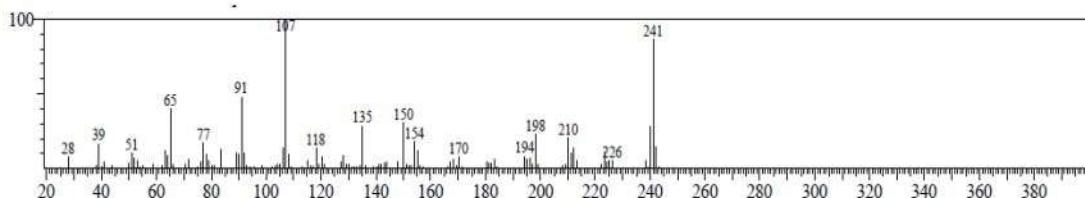
4.4 Karakterisasi Senyawa Menggunakan GC-MS

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



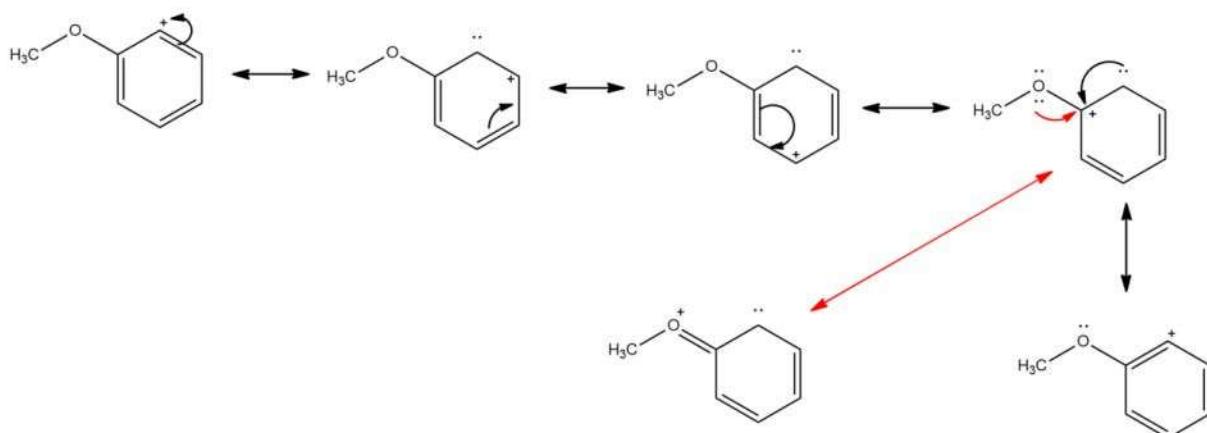
Gambar 4. 5 Hasil Kromatogram Produk

Berdasarkan Gambar 4.5 dihasilkan satu puncak kromatogram dengan waktu retensi 40,828 menit yang menunjukkan dalam produk sintesis terdapat satu senyawa. Kemudian Gambar 4.6 menunjukkan spektra massa produk sintesis dengan ion molekuler (m/z) sebesar 241 yang setara dengan berat molekul ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol). Sehingga, hasil analisis GCMS menunjukkan bahwa produk sintesis murni dengan persen kemurnian sebesar 100% yang mengindikasikan bahwa produk sintesis telah terbentuk (Nadhiroh., 2020).



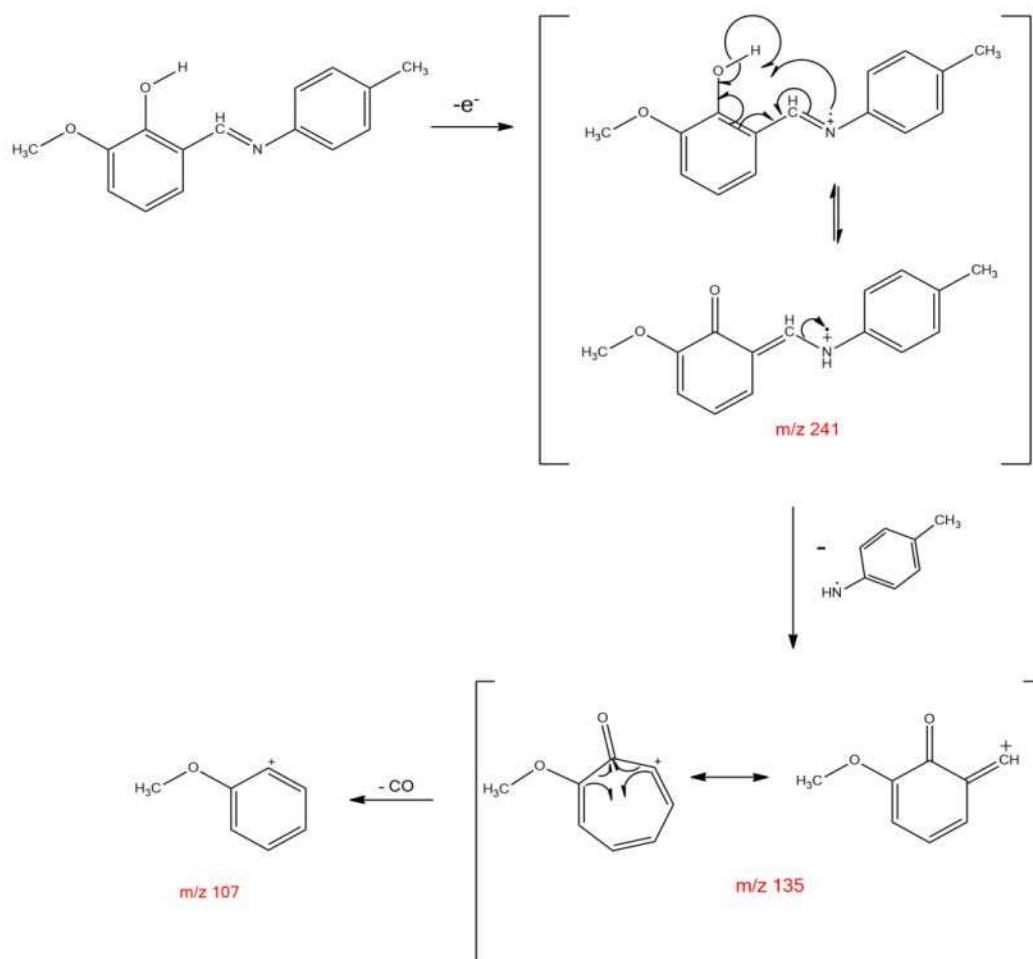
Gambar 4.6 Spektra massa senyawa produk sintesis

Berdasarkan spektra massa pada Gambar 4.6 adanya puncak *base peak* pada m/z 107, puncak tersebut disebut sebagai *base peak* karena memiliki puncak dengan kelimpahan tertinggi, dan merupakan karbokation sekunder yang terkonjugasi dengan ikatan rangkap sehingga kestabilannya tinggi. *Base peak* pada senyawa ini tidak sama dengan ion molekulernya karena kecenderungan gugus –OH pada posisi *ortho* terhadap gugus imina mendorong struktur dari ion molekuler untuk membentuk gugus keto. Kecenderungan suatu senyawa membentuk gugus keto daripada enol menyebabkan *base peak* bukan merupakan ion molekulernya (Salman, 1998). Struktur resonansi dari fragmen m/z 107 ditunjukkan pada Gambar 4.7

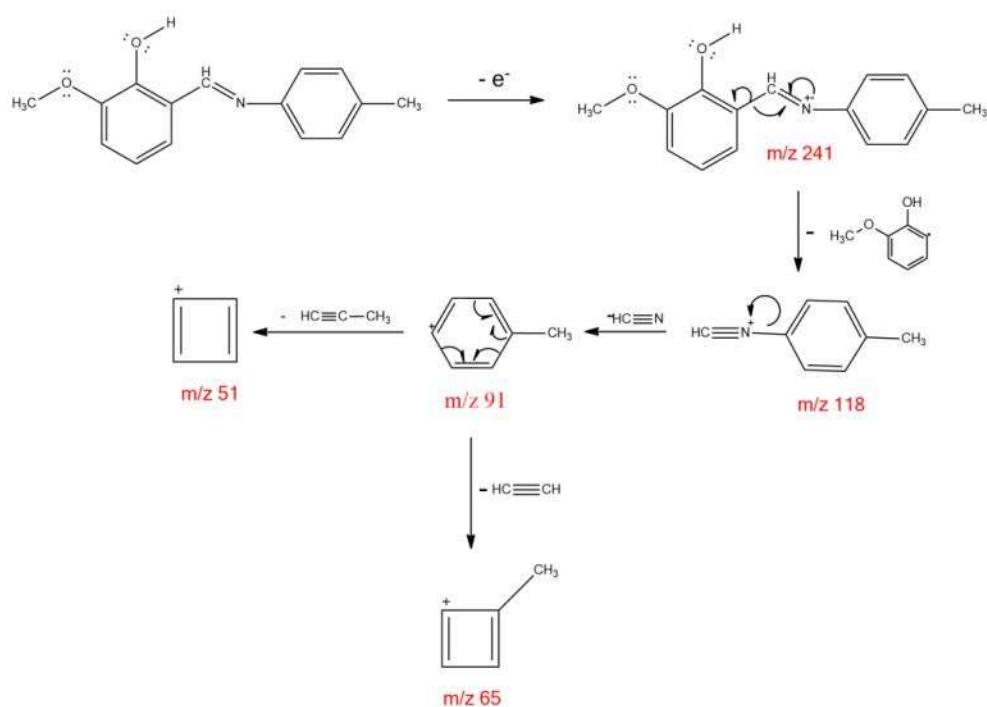


Gambar 4.7 Struktur resonansi dari fragmen base peak (m/z 107)

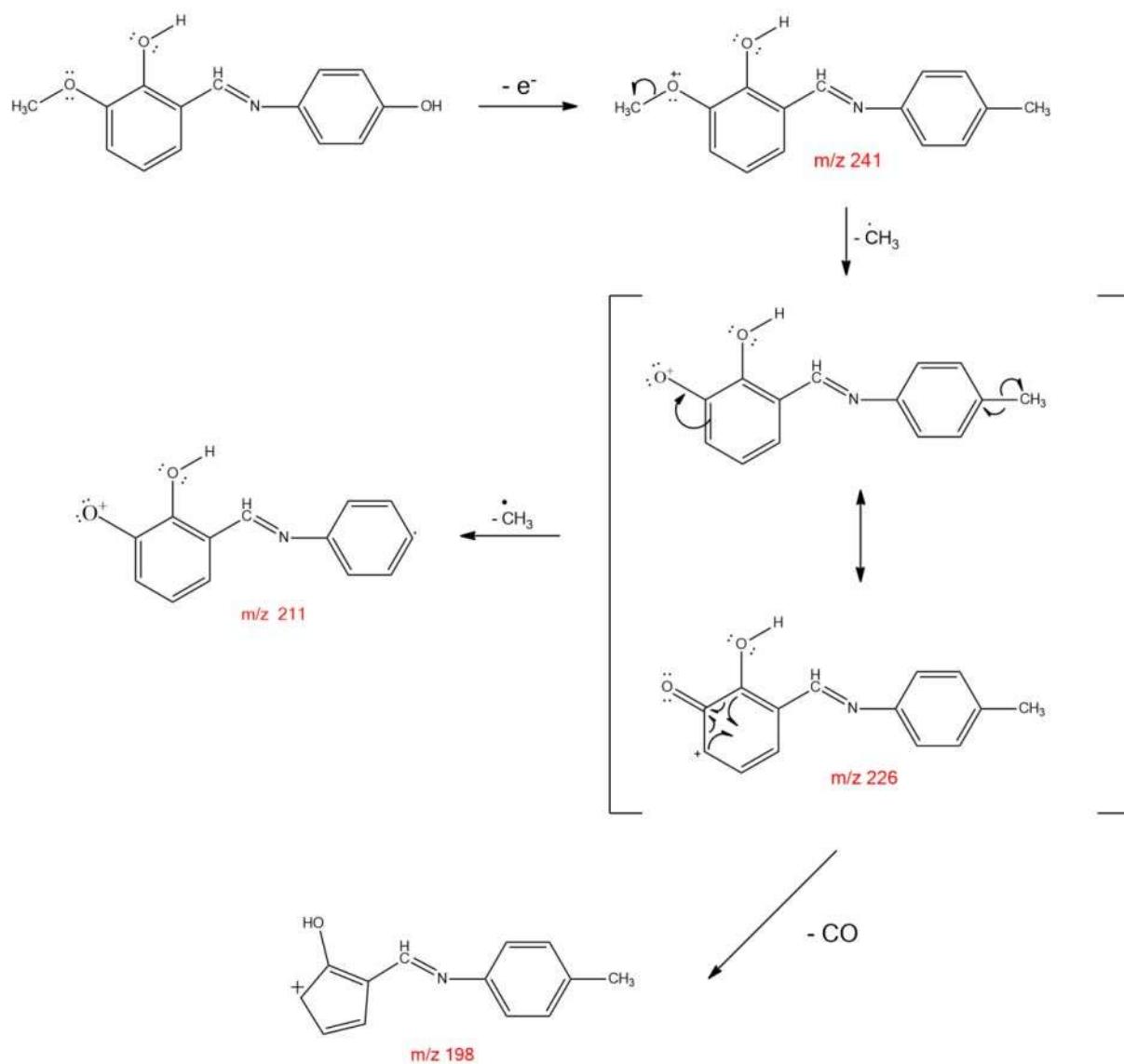
Pola fragmentasi:



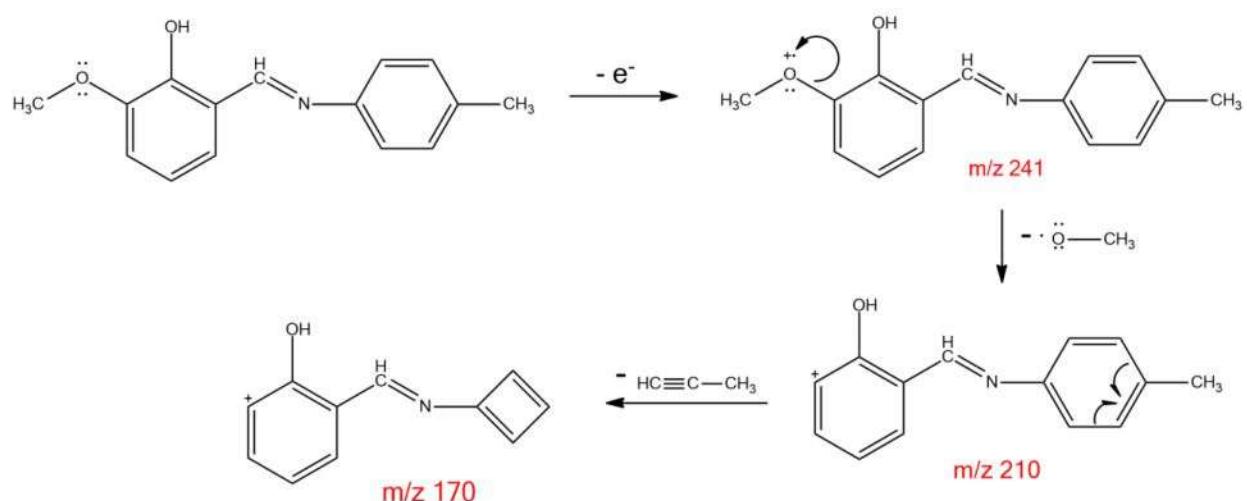
Pola fragmentasi lain:



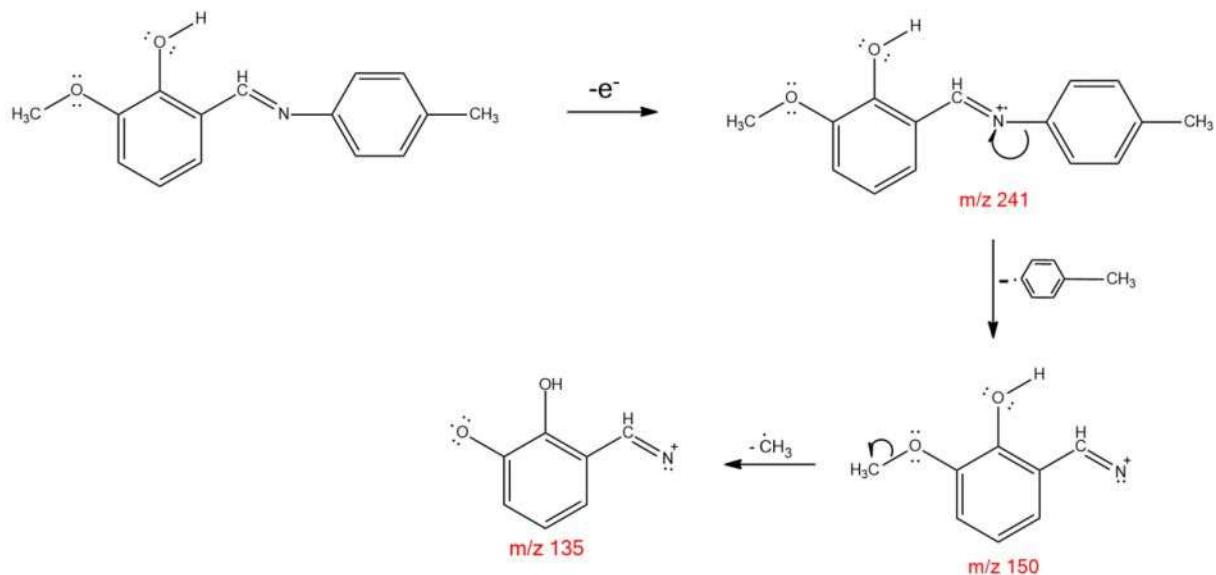
Pola fragmentasi lain:



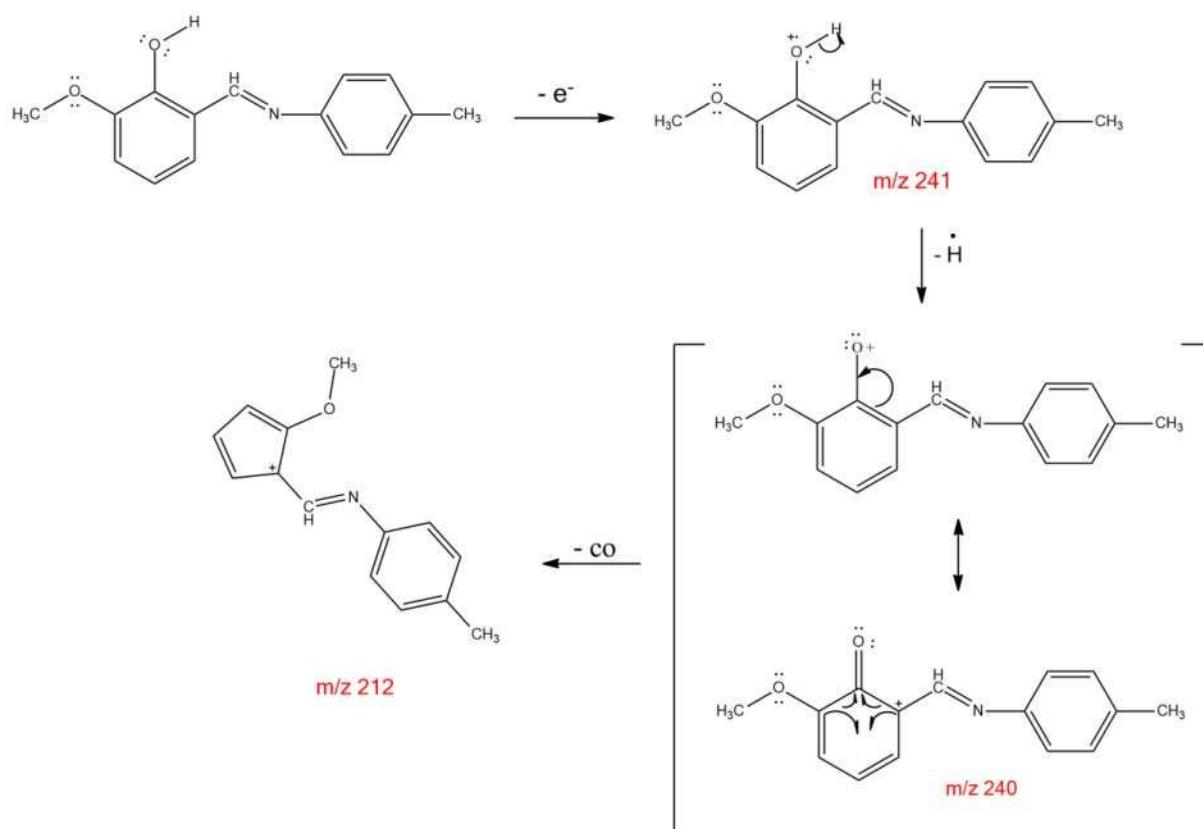
Pola fragmentasi lain:



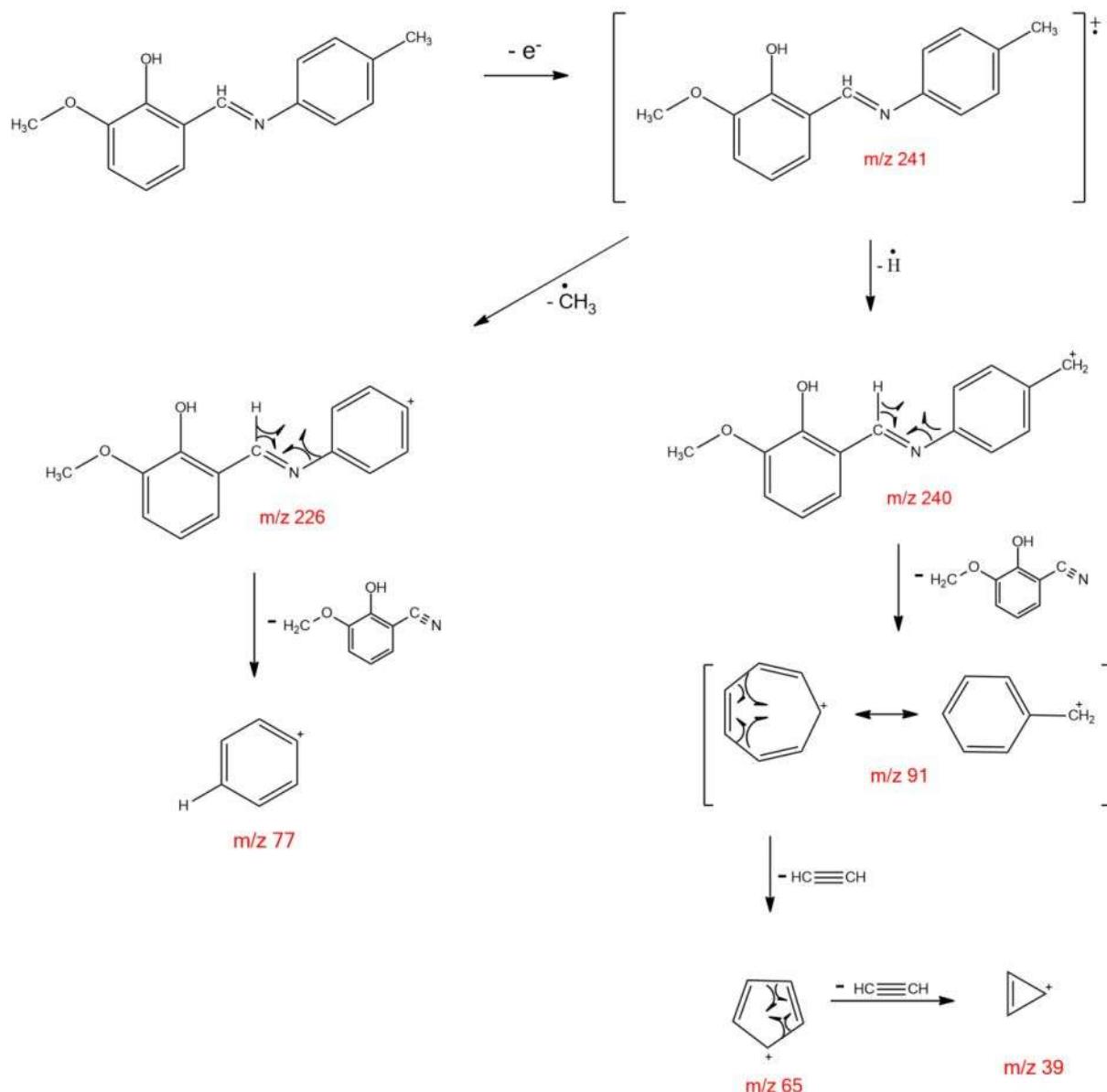
Pola fragmentasi lain:



Pola fragmentasi lain:



Pola fragmentasi lain:



Gambar 4. 8 Pola fragmentasi senyawa 2-metoksi-6-((*p*-tolylimino)methyl)fenol

4.5 Sintesis Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolylimino)methyl)fenol

Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari logam Cu(II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolylimino)methyl)fenol dilakukan menggunakan metode penggerusan yang termasuk dalam aspek *green synthesis*, beberapa diantaranya ramah lingkungan, efisiensi energi, mudah dilakukan, dan penggunaan bahan kimia yang aman dengan lama penggerusan 30 menit. Metode penggerusan melibatkan proses terjadinya konversi energi mekanik menjadi energi panas akibat adanya tumbukan antar molekul ligan dengan logam, sehingga keduanya akan bereaksi dan membentuk senyawa kompleks. Hasil produk sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.9 serta pengamatan fisik ditunjukkan pada Tabel 4.3

Tabel 4. 3 Hasil pengamatan sifat fisik reaktan dan produk sintesis

Pengamatan	R ₁	R ₂	P ₁	P ₂	P ₃
Wujud	Serbuk (padatan)	Serbuk (padatan)	Serbuk (padatan)	Serbuk (padatan)	Serbuk (padatan)
Warna	Jingga	Hijau kebiruan	Coklat kehitaman	Coklat kehitaman	Coklat kehitaman
Massa (gram)	0,4825	0,1722	0,5641	0,5757	0,5929
Titik leleh (°C)	94-96	100	158-160	150-154	158-160

Keterangan:

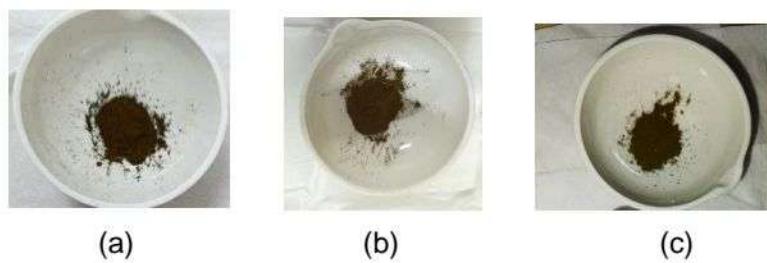
R₁ : Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol

R₂ : Garam logam CuCl₂.2H₂O

P₁ : Produk sintesis ulangan 1

P₂ : Produk sintesis ulangan 2

P₃ : Produk sintesis ulangan 3



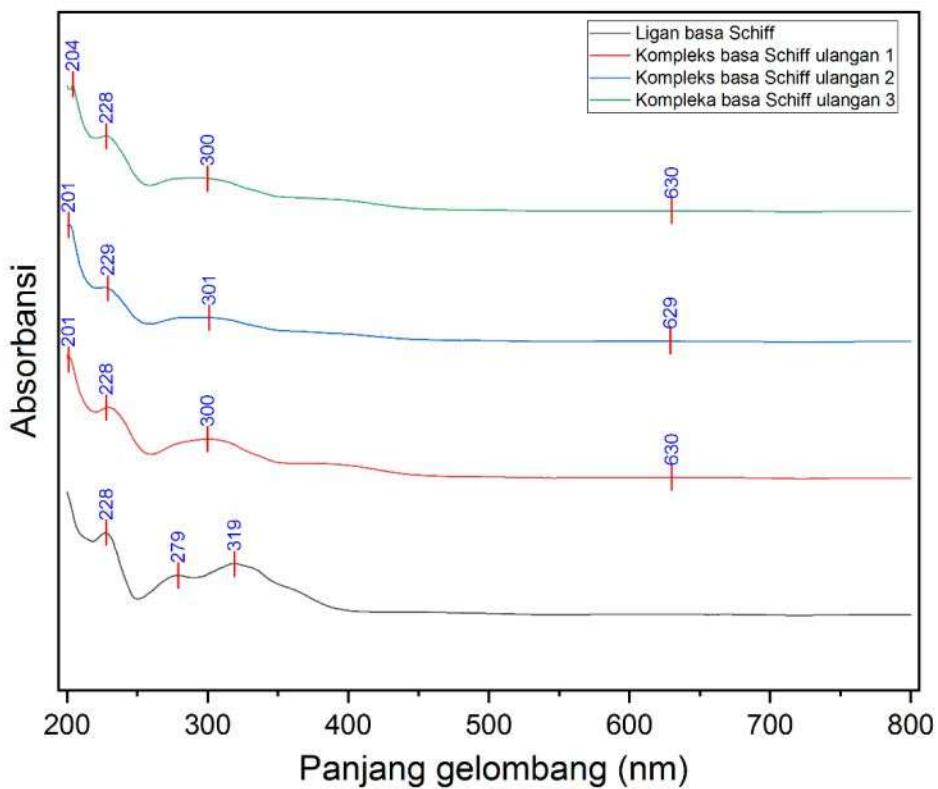
Gambar 4. 9 Hasil produk sintesis (a) Ulangan 1 (b) Ulangan 2 (c) Ulangan 3

Berdasarkan hasil yang ditunjukkan pada Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa produk hasil sintesis yang terbentuk berwujud padatan dan berwarna coklat kehitaman, hal ini berbeda dengan warna ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol yaitu jingga serta garam logam CuCl₂.2H₂O yaitu hijau kebiruan. Selanjutnya pengamatan titik leleh produk sintesis pada produk ulangan 1; ulangan 2; dan ulangan 3 masing masing menunjukkan *range* 158-160 °C; 150-154 °C; dan 158-160 °C, hal ini berbeda dengan titik leleh ligan dan garam logam. Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol memiliki *range* titik leleh sebesar 94-96 °C sedangkan garam logam CuCl₂.2H₂O memiliki titik leleh pada 100 °C. Adanya perbedaan warna dan titik leleh antara produk dan reaktan, mengindikasikan bahwa senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) telah terbentuk.

4.6 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis

4.6.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

Karakterisasi produk sintesis menggunakan UV-Vis secara kualitatif bertujuan untuk mengetahui perbedaan panjang gelombang maksimum antara ligan dan senyawa kompleks. Masing-masing produk sintesis ulangan 1; 2; dan 3 serta ligan basa Schiff dilarutkan ke dalam etanol dan di analisa menggunakan UV-Vis pada panjang gelombang 200-800 nm. Hasil karakterisasi UV-Vis ditunjukkan pada Gambar 4.10 dan dirangkum dalam Tabel 4.4



Gambar 4. 10 Hasil karakterisasi UV-Vis produk sintesis

Tabel 4. 4 Hasil interpretasi spektra UV-Vis produk sintesis

Senyawa	$\lambda_{\text{maks}} \text{ (nm)}$		
	$\pi - \pi^*$	$n - \pi^*$	$d - d$
Ligan basa Schiff	279 228	319	-
Kompleks basa Schiff ulangan 1	228 201	300	630
Kompleks basa Schiff ulangan 2	229 202	301	629
Kompleks basa Schiff ulangan 3	229 204	300	629

Berdasarkan Tabel 4.4, ligan basa Schiff menunjukkan serapan panjang gelombang pada 228 nm, 279 nm, dan 319 nm. Serapan pada 228 nm dan 279 nm menunjukkan adanya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dari kromofor C=C cincin aromatik, hal ini sesuai dengan penelitian Sobola, dkk., (2014) yang telah menguji panjang gelombang maksimum basa Schiff menghasilkan panjang gelombang maksimum 229-211 nm, dan 292-268 nm yang menunjukkan transisi dari $\pi \rightarrow \pi^*$. Sedangkan pada panjang gelombang 319 nm menunjukkan adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$ dari kromofor C=N pada gugus azometin (Sobola, dkk., 2014). Selanjutnya, senyawa kompleks basa Schiff Cu(II) ulangan 1 menunjukkan serapan pada panjang gelombang 201 nm dan 228 nm merupakan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, panjang gelombang 300 nm merupakan transisi

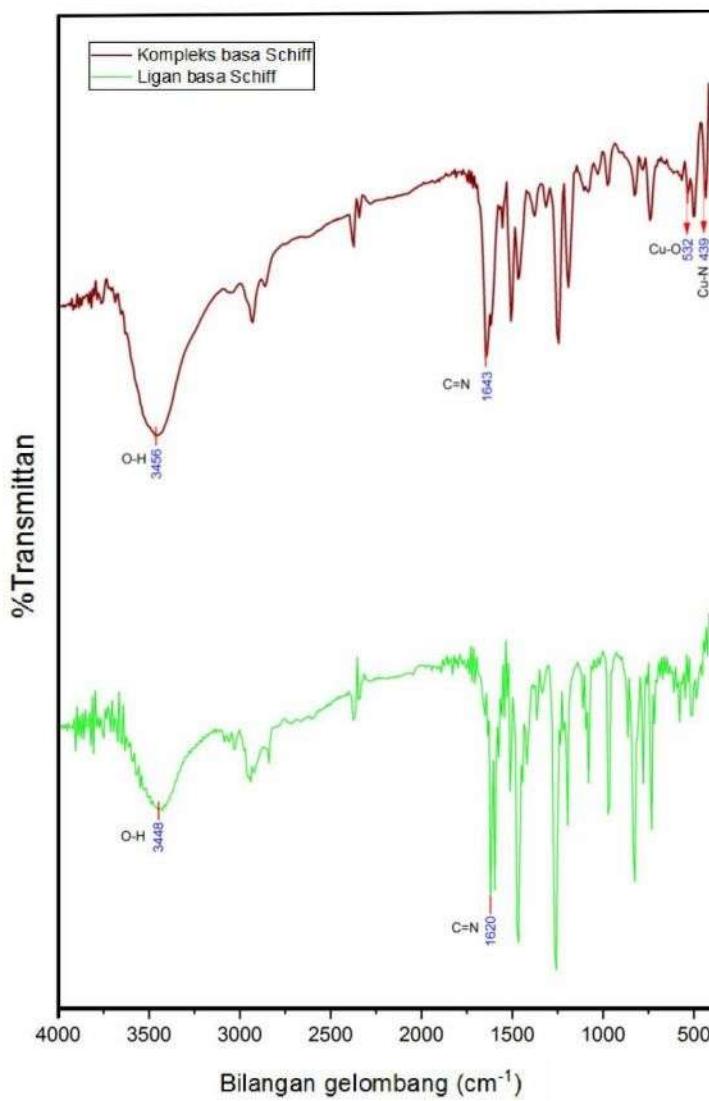
$n \rightarrow \pi^*$, dan panjang gelombang 630 nm merupakan transisi $d \rightarrow d$. Kompleks basa Schiff Cu(II) ulangan 2 menunjukkan serapan pada panjang gelombang 202 nm dan 229 nm merupakan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, panjang gelombang 301 nm merupakan transisi $n \rightarrow \pi^*$, dan panjang gelombang 629 nm merupakan transisi $d \rightarrow d$. Kompleks basa Schiff Cu(II) ulangan 3 menunjukkan serapan pada panjang gelombang 204 nm dan 229 nm merupakan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, panjang gelombang 300 nm merupakan transisi $n \rightarrow \pi^*$, dan panjang gelombang 629 nm merupakan transisi $d \rightarrow d$. Pada transisi $d \rightarrow d$, elektron terikisasi dari orbital d yang satu ke orbital d yang lain, yaitu dari orbital t_{2g} ke orbital e_g .

Hasil analisa UV-Vis juga menunjukkan adanya pergeseran panjang gelombang dari ligan menjadi senyawa kompleks ke arah hipsokromik atau ke arah panjang gelombang yang lebih pendek. Hal ini menunjukkan adanya koordinasi antara atom nitrogen ke logam Cu (Wang, dkk., 2009). Adanya pergeseran panjang gelombang maksimum dari ligan menjadi senyawa kompleks, serta munculnya serapan di daerah visibel merupakan indikasi awal terbentuknya senyawa kompleks. Hal ini dibuktikan oleh penelitian Dinesh Karthik, dkk., (2021) yang menunjukkan munculnya serapan baru di daerah visibel pada panjang gelombang 611 nm dan 624 nm pada senyawa kompleks yang mengindikasikan terbentuknya senyawa kompleks. Pernyataan ini diperkuat dengan karakterisasi selanjutnya yaitu karakterisasi menggunakan FTIR dan pengujian metode Job's.

4.6.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui pergeseran bilangan gelombang dari basa Schiff menjadi senyawa kompleks, dan dapat memperkirakan gugus atom dari ligan yang terkoordinasi pada atom pusat. Sehingga dapat membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul, khususnya ikatan yang terjadi antara logam dan ligan yaitu gugus fungsi pada bilangan gelombang $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$. Perbandingan spektrum FTIR ligan dan kompleks ditunjukkan pada Gambar 4.11.

Pada Gambar 4.11 ditunjukkan bahwa adanya pergeseran bilangan gelombang dari ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol menjadi senyawa kompleks. Pergeseran bilangan gelombang ditunjukkan dari adanya serapan khas pada senyawa kompleks. Menurut Liu, dkk., (2006) pergeseran pita serapan dari ligan menjadi senyawa kompleks dapat terjadi ke arah bilangan gelombang yang lebih tinggi atau ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah akibat pembentukan koordinasi antara ligan basa Schiff dengan ion logam, seperti yang dirangkum pada Tabel 4.5.



Gambar 4. 11 Hasil spektra FTIR produk sintesis

Tabel 4. 5 Tabel hasil interpretasi FTIR produk sintesis

Gugus fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Referensi
	Ligan basa Schiff	Senyawa Kompleks	
O-H strech	3448	3456	3580-3480 ^a
C=N	1620	1643	1645-1605 ^a
C-O strech fenol	1257	1242	1260-1180 ^a
C-N	1195	1188	1280-1180 ^a
C-O-C strech asymetry	1080	1080	1150-1085 ^b
Cu-N	-	439	443 ^c
Cu-O	-	532	534 ^d

Keterangan:

a = Socrates, 2001

c= Dinesh Kartik dkk., 2021

b = Silevrstain dkk., 2005

d= Gomathi dkk., 2014

Berdasarkan Tabel 4.5, ditunjukkan bahwa terdapat serapan baru yang muncul pada senyawa kompleks yang berada pada bilangan gelombang 439 cm^{-1} , serapan tersebut diamati sebagai vibrasi ikatan logam dan ligan. Hal ini sesuai dengan penelitian Dinesh kartik dkk., (2021) bahwa serapan baru senyawa kompleks yang menunjukkan ikatan logam dan ligan (Cu-N) muncul pada bilangan gelombang 443 cm^{-1} . Pernyataan ini didukung oleh adanya pergeseran bilangan gelombang pada gugus imina (C=N) dari ligan basa Schiff menjadi senyawa kompleks yang berada pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} menjadi 1643 cm^{-1} , hal ini sesuai dengan penelitian Yu dkk., (2009) yang mana gugus C=N pada basa Schiff mengalami pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih besar dari 1614 cm^{-1} menjadi 1638 cm^{-1} . Perubahan bilangan gelombang juga terjadi pada Gugus C-N yang mana ligan basa Schiff berada pada bilangan gelombang 1195 cm^{-1} , sedangkan senyawa kompleks berada pada bilangan gelombang 1188 cm^{-1} . Menurut penelitian Farda (2016) pergeseran bilangan gelombang tersebut menunjukkan bahwa ikatan C-N semakin lemah dikarenakan elektron bebas pada atom nitrogen berkoordinasi dan ter dorong ke arah Cu(II) atau terjadi akibat munculnya ikatan baru pada ligan dengan ion logam Cu(II).

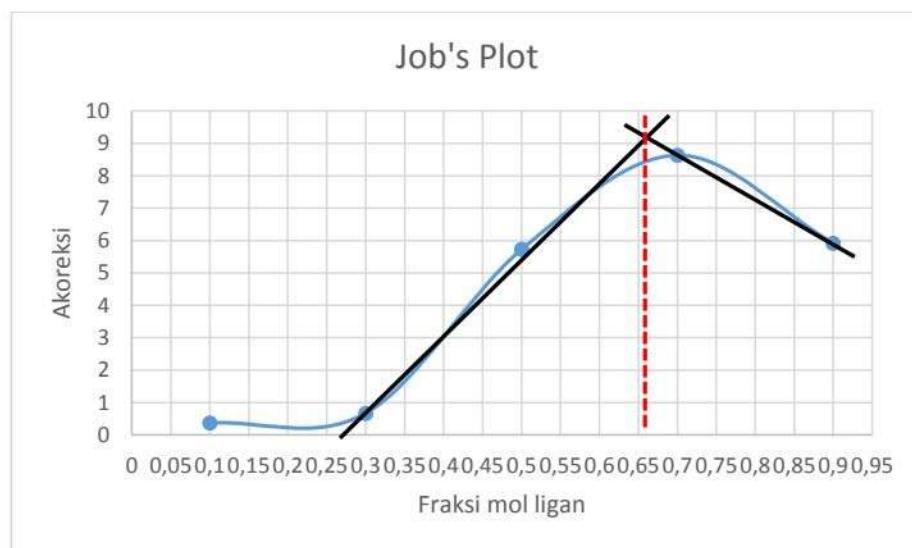
Munculnya serapan baru pada bilangan gelombang 532 cm^{-1} dengan intensitas rendah juga menunjukkan bahwa terdapat ikatan antara logam dan ligan yaitu ikatan Cu-O. Hal ini sesuai dengan penelitian Gomathi, dkk., (2014) yang menunjukkan bahwa ikatan Cu-O muncul pada bilangan gelombang 534 cm^{-1} . Pernyataan ini didukung oleh adanya pergeseran gugus O-H dari ligan menjadi senyawa kompleks pada bilangan gelombang 3448 cm^{-1} menjadi 3456 cm^{-1} yang menunjukkan koordinasi atom oksigen hidroksil fenolik dengan atom pusat Cu(II). Yu dkk., (2009) menyatakan bahwa pergeseran bilangan gelombang pada gugus O-H menunjukkan adanya koordinasi atom oksigen dengan ion logam. Gugus O-H fenol tetap muncul pada spektra FTIR senyawa kompleks dikarenakan atom hidrogen tidak terdeprotonasi. Dugaan ini diperkuat dengan hasil penelitian dari Jahan (2019) yang menunjukkan bahwa ion logam tetap berkoordinasi dengan atom oksigen pada gugus fenol, meskipun atom hidrogen tidak terdeprotonasi.

Pergeseran vibrasi regangan C-O fenol dari ligan menjadi senyawa kompleks pada bilangan gelombang 1257 cm^{-1} menjadi 1242 cm^{-1} juga membuktikan adanya ikatan Cu-O pada senyawa kompleks. Hal ini sesuai dengan penelitian Yu dkk., (2009) yang menunjukkan bahwa gugus C-O beraser dari ligan menjadi senyawa kompleks pada bilangan gelombang 1257 cm^{-1} menjadi 1237 cm^{-1} . Sehingga dapat disimpulkan bahwa ligan basa Schiff mengkhelat secara bidentat yaitu melalui atom nitrogen pada gugus imia dan atom oksigen pada gugus fenol. Hal ini membuktikan bahwa senyawa kompleks telah terbentuk.

4.6.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam menggunakan Metode Job's

Uji secara kuantitatif menggunakan variasi kontinyu dilakukan dengan memvariasikan rasio logam dan ligan pada konsentrasi yang sama. Metode variasi kontinyu adalah metode

yang mudah dan umum untuk menentukan perbandingan mol logam dan ligan pada produk sintesis. Metode variasi kontinyu atau dikenal dengan *Job's plot*, ditemukan oleh Paul Job pada tahun 1982. Pada metode ini, total konsentrasi molar ligan dan garam logam dibuat konstan, tetapi fraksi molnya bervariasi. Parameter terukur yang sebanding dengan pembentukan kompleks diplot terhadap fraksi mol dari kedua komponen tersebut (Huang, 1982). Hasil dari variasi kontinyu yang telah dilakukan ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4. 12 Hasil analisis dengan metode Job's

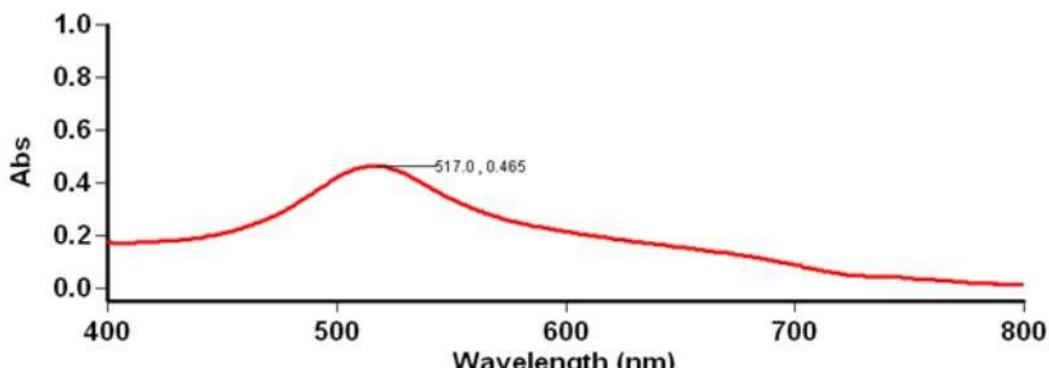
Gambar 4.12 menunjukkan absorbansi terkoreksi yang diplotkan dengan fraksi dari ligan basa Schiff. Garis singgung yang dibuat di sebelah kanan dan kiri puncak bertujuan untuk mendapatkan titik perpotongan dari kedua garis singgung tersebut. Titik perpotongan yang dihasilkan menandakan fraksi mol saat kompleks Cu(II)-ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol terbentuk. Nilai titik potong fraksi mol ligan adalah 0,66. Titik potong yang diperoleh dihitung fraksi mol logam berdasarkan Lampiran 3. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa perbandingan mol Cu(II) dan ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol adalah 1:2, yang menjelaskan bahwa satu mol logam Cu(II) dapat berikatan dengan dua mol ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol.

4.7 Uji Aktivitas Antioksidan Produk Sintesis

4.7.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan mengukur serapan larutan 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) pada konsentrasi 0,2 mM menggunakan spektrofotometer UV-Vis dalam rentang panjang gelombang 400–600 nm. Warna ungu pada larutan DPPH disebabkan oleh adanya delokalisasi elektron dalam struktur radikal DPPH, yang menghasilkan serapan karakteristik dalam spektrum UV-Vis.

Penentuan panjang gelombang maksimum bertujuan untuk mengetahui panjang gelombang di mana DPPH menunjukkan penyerapan tertinggi, sehingga dapat digunakan sebagai dasar dalam pengukuran aktivitas antioksidan. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum larutan DPPH berada pada 517 nm, yang ditunjukkan oleh puncak serapan tertinggi dalam spektrum UV-Vis pada Gambar 4.13.



Gambar 4. 13 Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum DPPH

4.7.2 Pengukuran Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks Basa Schiff

Aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff diuji menggunakan metode DPPH (2,2-difenil-1-pikrilhidrazil) dengan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) 517 nm. Metode ini didasarkan pada prinsip bahwa radikal bebas DPPH dapat mengalami reduksi oleh senyawa yang memiliki sifat antioksidan melalui mekanisme donor elektron atau transfer radikal hidrogen. DPPH dalam keadaan oksidasi memiliki struktur resonansi yang menyebabkan larutan berwarna ungu, sedangkan setelah mengalami reduksi menjadi bentuk non-radikal (DPPH-H), larutan berubah warna menjadi kuning sebagai akibat dari perubahan sifat elektronik molekulnya. Interaksi antara senyawa antioksidan dan DPPH dapat dikarakterisasi melalui perubahan nilai serapan yang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Penurunan serapan pada panjang gelombang 517 nm menunjukkan bahwa semakin banyak radikal bebas DPPH yang mengalami reduksi menjadi bentuk non-radikal. Hal ini menunjukkan efektivitas antioksidan dalam menetralkisir radikal bebas. Reaksi ini dapat berlangsung melalui dua mekanisme utama, yaitu *single electron transfer* (SET) yang dimana senyawa kompleks mendonorkan elektron ke DPPH menyebabkan reduksi DPPH menjadi bentuk non radikal ($DPPH^{\cdot}$), atau *Hydrogen Atom Transfer* (HAT), dimana senyawa kompleks mendonorkan atom hidrogen untuk menstabilkan radikal bebas DPPH.

Secara visual, aktivitas antioksidan dapat diamati berdasarkan perubahan warna larutan dari ungu menjadi kuning. Warna ungu pada larutan DPPH menandakan adanya radikal bebas dalam jumlah tinggi, sedangkan perubahan warna menjadi kuning menunjukkan bahwa DPPH telah mengalami reduksi. Oleh karena itu, semakin tinggi intensitas warna kuning yang terbentuk, semakin besar pula kemampuan antioksidan dalam mereduksi DPPH.

Parameter yang digunakan untuk mengetahui adanya aktivitas antioksidan suatu sampel dengan uji DPPH adalah nilai EC₅₀ dan persen aktivitas antioksidan. Nilai EC₅₀ menunjukkan konsentrasi larutan uji yang dapat mereduksi radikal DPPH sebanyak 50%. Menurut Molyneux (2004), menyatakan bahwa salah satu parameter untuk interpretasi hasil uji aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH adalah *efficient concentration* atau nilai EC₅₀.

Uji aktivitas antioksidan pada sampel membutuhkan larutan kontrol sebagai bagian dalam penentuan persen aktivitas antioksidan. Absorbansi larutan kontrol hasil analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis digunakan sebagai absorbansi larutan radikal DPPH sebelum penambahan sampel, dilambangkan dengan Ao. Hal ini digunakan untuk mengetahui banyaknya radikal DPPH yang tereduksi menjadi DPPH-H oleh sampel. Sedangkan untuk absorbansi larutan DPPH dengan penambahan sampel dilambangkan dengan Ac. Hal ini didasarkan pada rumus penentuan persen aktivitas antioksidan. Uji aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff menggunakan variasi konsentrasi 12,5; 25; 50; 100; 200; dan 500 ppm. Sedangkan untuk variasi konsentrasi asam askorbat yang digunakan yaitu 1,25; 2,5; 5; 10; 20; dan 30 ppm. Persen aktivitas antioksidan yang diperoleh ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4. 6 Persen aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff dan pembanding

Konsentrasi Kompleks basa Schiff (ppm)	Aktivitas Antioksidan (%)	Konsentrasi Senyawa basa Schiff (ppm) ^a	Aktivitas Antioksidan (%) ^a	Konsentrasi Asam Askorbat (ppm)	Aktivitas Antioksidan (%)
12,5	6,50	5	2,98	1,25	9,90
25	46,35	10	4,29	2,5	11,63
50	58,35	15	6,51	5	43,23
100	59,57	20	7,37	10	84,69
200	71,60	25	10,53	20	95,22
500	75,38	30	13,69	30	95,76

Keterangan:

a= Nadhiroh, (2020)

Berdasarkan Tabel 4.6, persen aktivitas antioksidan berbanding lurus dengan kenaikan konsentrasi sampel. Semakin tinggi konsentrasi sampel, nilai persen aktivitas antioksidan juga semakin meningkat. Persen aktivitas antioksidan yang diperoleh digunakan untuk menentukan nilai EC₅₀. Nilai EC₅₀ diperoleh dari pengolahan data antara log konsentrasi dan % aktivitas antioksidan menggunakan regresi non linier (*Regression for analyzing doserespon data*) software GraphPad Prism 8.

Tabel 4.7 Nilai EC₅₀ senyawa kompleks basa Schiff dan pembanding

Sampel	Nilai EC ₅₀ (ppm)
Senyawa kompleks basa Schiff	53,61
Senyawa basa Schiff	167,2
Asam Askorbat	5,43

Tabel 4.7 menunjukkan nilai EC₅₀ senyawa kompleks basa Schiff dengan pembandingnya berupa ligan basa Schiff dan asam askorbat. Berdasarkan hasil tersebut menunjukkan nilai EC₅₀ hasil uji secara berturut-turut sebesar 53,61; 167,2; dan 5,43 ppm. Asam askorbat memiliki nilai EC₅₀ paling rendah, hal ini menunjukkan kemampuan asam askorbat dalam mereduksi radikal DPPH sangat kuat. Sedangkan nuntuk senyawa kompleks basa Schiff dan ligan basa Schiff memiliki nilai EC₅₀ yang lebih tinggi dibandingkan dengan asam askorbat dengan EC₅₀ sebesar 53,61 dan 167,2 ppm. Keduanya tergolong lebih lemah dalam mereduksi radikal DPPH, jika dibandingkan dengan asam askorbat. Namun tetap memiliki potensi sebagai antioksidan yang dapat meredam radikal DPPH, dibuktikan dengan persen aktivitas antioksidan yang semakin meningkat dengan meningkatnya konsentrasi.

Hasil analisis aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff diperoleh nilai EC₅₀ sebesar 53,61 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks basa Schiff memiliki aktivitas antioksidan yang lebih tinggi dibandingkan ligan basa Schiff, namun lebih rendah dari asam askorbat. Nilai EC₅₀ senyawa kompleks basa Schiff menunjukkan bahwa senyawa ini tergolong dalam antioksidan dengan potensi yang kuat. Menurut beberapa penelitian, peningkatan aktivitas antioksidan pada senyawa kompleks ini diduga berasal dari stabilisasi struktur elektronik ligan setelah berkoordinasi dengan ion logam. Ejidike (2021) menyatakan bahwa 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.

4.8 Pembahasan Hasil Penelitian Prespektif Islam

Senyawa kompleks basa Schiff disintesis dari logam CuCl₂.2H₂O dan ligan basa Schiff menggunakan metode penggerusan. Terbentuknya senyawa kompleks basa Schiff tidak lain sebab kuasa Allah, sedangkan penggerusan adalah salah satu jalan terbentuknya senyawa tersebut. Sebagai makhluk yang menerima karunia berupa akal dan pikiran, tugas manusia di bumi adalah sebagai khalifah Allah SWT. Khalifah yang memiliki peran dalam melestarikan alam, serta memenfaatkan dengan sebaik-baiknya serta wajib ikut andil dalam menjaga lingkungan sekitar dalam konteks apapun. Allah SWT berfirman dalam surah Al-Ahzab ayat 72:

إِنَّا عَرَضْنَا الْأُمَانَةَ عَلَى السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَالجِبَالِ فَأَبَيْنَ أَنْ يَحْمِلُنَّهَا وَأَشْفَقُنَّ مِنْهَا وَحْمَلَهَا الْإِنْسَانُ إِنَّمَا كَانَ ظَلُومًا جَهُولًا ﴿٧﴾

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

Kata (ardhana) berasal dari kata (aradha) yang mempunyai arti memaparkan sesuatu terhadap pihak lain agar pihak tersebut dapat menolaknya, sehingga penawaran tersebut tidak bersifat memaksa. Sedangkan kata al-amah menurut Ibn 'Asyur dalam arti hakiki yaitu menyerahkan sesuatu kepada seseorang (manusia) agar dipelihara dan dilaksanakan sebaik mungkin sehingga bentuk kesia-siaan terhadap amanat tersebut harus dihindari, baik kesia-siaan terhadap amanat tersebut harus dihindari, baik kesia-siaan secara sengaja ataupun karena lengah dan lupa (Shihab, 2002). Oleh karena itu, sebagai hambaNya yang dipercayakan amanat untuk mengelola sumber daya alam oleh Allah SWT, manusia harus melestarikan lingkungan baik dari pencemaran maupun kerusakan lingkungan. Pelestarian lingkungan salah satunya yang dapat dilakukan dengan cara mensintesis senyawa menggunakan metode penggerusan atau biasa yang disebut dengan *green chemistry*.

Allah menciptakan segala sesuatu tidak dengan sia-sia, semua diciptakan dengan manfaat masing-masing. Salah satu bentuk ciptaan Allah adalah senyawa kompleks basa Schiff yang memiliki berbagai manfaat. Dalam penelitian ini senyawa kompleks basa Schiff diuji untuk mengetahui potensinya sebagai antioksidan. hasil ini dapat diuji lanjut untuk dikembangkan menjadi senyawa yang dapat diaplikasikan dalam bidang industri maupun farmakologi. Sintesis dan uji ini adalah salah satu bentuk usaha dalam memikirkan ciptaan Allah SWT, sebagai makhluk yang diberikan rahmat berupa akal pikiran oleh Allah SWT. Adapun firman Allah SWT mengenai orang yang berakal, sebagaimana ayat Allah dalam Q.S Al-Imran: 190-191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَالْخَلْفِ لَذِكْرٌ لِأُولَئِكَ الْأُلْبَابِ ﴿٩١﴾

"Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal".

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَى جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبِّحْنَكَ فَقِنَا عَذَابًا

النَّارِ ﴿٩١﴾

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

Ayat tersebut menyebutkan bahwa, mereka yang senantiasa mengingat Allah SWT diwaktu berdiri, duduk, dan berbaring (disetiap hal) dalam setiap langkah kehidupannya adalah ciri ulul albab. Orang yang berpikir menurut Malik Karim Amrullah (1982) adalah orang yang tidak pernah lepas dalam mengingat Allah SWT. Disebutkan pula bahwa, hendaknya zikir itu bertali diantara ingatan dan sebutan. Zikir dan pikir adalah dua hal yang tidak terpisahkan. Kemudian semua kejadian yang terjadi terpikirkan, sehingga timbul ingatan sebagai kesimpulan dari berpikir. Semua yang terjadi itu, tidak terjadi dengan sendirinya, melainkan ada Allah Yang Maha Pencipta yang memiliki kuasa untuk menciptakan. Allah SWT memberikan karunia berupa akal kepada manusia, dengan akal tersebut dapat dipergunakan untuk menciptakan ciptaan Allah SWT, menemukan hal dalam bidang teknologi maupun ilmu pengetahuan. Akal memiliki kebebasan dalam memikirkan fenomena alam, namun terbatas dalam memikirkan Dzat Allah SWT (Shihab, 2017).

Hasil penelitian yang telah dilakukan uji antioksidan dengan metode DPPH menunjukkan bahwa senyawa kompleks basa Schiff dengan nilai EC₅₀ sebesar 53,61 ppm yang artinya memiliki potensi sebagai antioksidan yang sangat kuat. Semakin kecil nilai EC₅₀ suatu senyawa uji, maka menunjukkan semakin tinggi aktivitas antioksidannya (Rahman & Riyanto, 2005). Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam al-Qur'an surat Shad ayat 52 yang menjelaskan segala sesuatu ciptaan Allah SWT pasti ada manfaatnya (hikmah) tidak ada yang sia-sia.

وَمَا حَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بِاطِّلْلَةً ذَلِكَ ظُنُونُ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوْيِلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

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

Dalam Tafsir Ibnu Katsir menjelaskan ayat ini bahwa Allah SWT memberitakan bahwa Dia menciptakan segala sesuatu yang ada di muka bumi tidak dengan sia-sia. Akan tetapi Dia menciptakan makhluk untuk beribadah kepada-Nya dan mengesakan-Nya. Kemudian Dia menghimpun mereka pada hari kiamat, dimana orang yang taat akan diberikan pahala dan orang yang kafir akan disiksa. Untuk ini Allah berfirman: *wanna khalaqnas samaa-a wal ardla wanna balina Humaa baathilan dzaalika dhanmulladzia kafaru* ("Dan Kamu tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang diantara keduanya tanpa hikmah yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir".) yaitu orang-orang yang tidak memandang adanya hari kebangkitan dan hari kembali, tetapi hanya meyakini adanya ini (dunia) saja. *Fwailul lilladziina kafaru minan naar* ("Maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka".) yaitu celakalah bagi mereka pada hari kembali dan berbangkit mereka sebab api neraka yang dipersiapkan untuk mereka. Kemudian Allah SWT menjelaskan bahwa dengan keadilan-Nya dan kebijaksanaan-Nya tidak akan menyamakan antara orang yang beriman dengan orang-orang yang kafir.

Hasil penelitian yang menunjukkan bahwa senyawa kompleks basa Schiff memiliki potensi sebagai antioksidan pasti bisa digunakan dalam memenuhi kebutuhan manusia dalam bidang kesehatan jika terus dikembangkan. Allah SWT berfirman dalam al-Qur'an surat Al-Jatsiyah (45) ayat 13:

وَسَحَرَ لَكُمْ مَا فِي السَّمَاوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا إِنَّ فِي ذَلِكَ لَا يُبْدِي لِقَوْمٍ بِتَفَكُّرُهُنَّ ⑯

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

Menurut tafsir Ibnu Katsir berkata menundukkan memiliki makna bahwa Allah SWT telah menciptakan apa yang di langit dan di bumi sehingga dapat digunakan dalam memenuhi kebutuhan manusia. Selanjutnya terdapat kalimat terakhir yang berartikan manusia diharapkan melakukan sebuah penelitian baru karena seluruh ciptaan Allah SWT memiliki manfaat tersendiri. Hal tersebut mendorong manusia untuk mengembangkan berbagai ilmu pengetahuan isalnya penelitian mengenai macam-macam senyawa baru di bidang kimia.

Dalam pandangan islam, penelitian terhadap senyawa kompleks seperti kompleks basa Schiff tidak hanya dimaknai sebagai pencapaian ilmiah, tetapi juga sebagai wujud tanggung jawab manusia sebagai khalifah di muka bumi. Proses sintesis menggunakan metode penggerusan (*green chemistry*) menunjukkan komitmen terhadap pelestarian lingkungan melalui upaya mengurangi limbah kimia berbahaya. Prinsip ini selaras dengan amanat dalam Al-Qur'an surah Al-Ahzab ayat 72 yang menggambarkan bahwa manusia diberi tanggung jawab besar untuk menjaga amanah kehidupan dan bumi, tugas yang ditolak oleh langit, bumi, dan gunung karena beratnya tanggung jawab tersebut.

Penelitian ini juga merefleksikan nilai-nilai tauhid dan tafakkur ilmiah yang mendorong manusia untuk memahami ciptaan Allah SWT melalui akal dan ilmu pengetahuan. Dalam surah Al-Jatsiyah ayat 13, Allah menyebutkan bahwa segala sesuatu di langit dan bumi ditundukkan bagi manusia sebagai rahmat dan ini menjadi dasar ilmiah dan teologis bagi pengembangan senyawa kimia sebagai solusi kesehatan. Antioksidan yang terbukti mampu mereduksi radikal bebas dengan nilai EC₅₀ yang kompetitif merupakan contoh nyata bagaimana ilmu pengetahuan dapat memetik manfaat dari ciptaan Allah SWT.

Terakhir, pendekatan ilmiah yang selaras dengan nilai-nilai islam harus mendorong lahirnya inovasi yang tidak hanya bermanfaat secara fungsional, tetapi juga etis dan ekologis. Penemuan senyawa kompleks yang berpotensi sebagai antioksidan kuat sejalan dengan sabda Nabi Muhammad SAW bahwa setiap penyakit pasti memiliki obat, dan tugas peneliti sedang mencari dan menyelidiki. Pengetahuan ini seharusnya dimaknai sebagai rahmat sekaligus tanggung jawab untuk terus meneliti, bukan hanya demi kemajuan ilmu pengetahuan, tetapi demi kemaslahatan umat manusia dan pelestarian lingkungan hidup yang telah diamanahkan kepada kita semua.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh berdasarkan hasil penelitian adalah:

1. Senyawa kompleks basa Schiff hasil sintesis dari garam logam CuCl₂.2H₂O dan ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol pada ulangan 1, 2, dan 3 masing-masing memiliki karakter fisik berwujud serbuk (padatan) berwarna coklat kehitaman dengan titik leleh sebesar 158-160 °C; 150-154 °C; dan 158-160 °C. Karakterisasi senyawa kompleks pada ulangan 1, 2, dan 3 menggunakan UV-Vis masing-masing menunjukkan adanya pergeseran hipsokromik dan munculnya transisi d-d pada panjang gelombang 630 nm; 629 nm; dan 629 nm. Karakterisasi senyawa kompleks Cu(II)-basa Schiff menunjukkan adanya pergeseran serapan gugus imina (C=N) dari bilangan gelombang 1620 cm⁻¹ menjadi 1643 cm⁻¹ dengan serapan tajam dan kuat. Serapan lain muncul pada bilangan gelombang 439 cm⁻¹ dan 534 cm⁻¹ yaitu serapan dari gugus fungsi Cu-N dan Cu-O. Uji kuantitatif menggunakan metode Job's menghasilkan perbandingan mol logam dan ligan pada senyawa kompleks yaitu 1:2.
2. Senyawa kompleks Cu(II)-basa Schiff memiliki aktivitas antioksidan yang kuat terhadap radikal DPPH dengan nilai EC₅₀ sebesar 53,61 ppm.

5.2 Saran

Sintesis ligan basa Schiff dan kompleksnya dengan ligan Cu(II) menggunakan mortar agate. Karakterisasi senyawa kompleks menggunakan XRD kristal tunggal untuk mengetahui struktur kompleks yang terbentuk, TGA-DTA untuk mengetahui dekomposisi massa sampel.

DAFTAR PUSTAKA

- Adawiyah, R., 2017. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-anisidin Menggunakan Metode Penggerusan. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Malang.
- Aghabari, S., Shuja'a, O., Badani, R., and Japir, A., 2019. Synthesis, Characterization, and Anticancer Activity Studies of New Schiff Base Pt(II) Complex. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*. 7:1-8.
- Agustin, I, S., 2017. Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Tembaga(II) dengan Ligand [N'N'-Bis(Salisilden)-1,2-Fenildiamin]. *Skripsi*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Ahmad, A., Obaid-Ur-Rahman, Rehman, W., & Kashif, M. 2020. Ultrasonic Assisted synthesis, characterization and bioactivity assesment of novel piperonal based schiff base and its metal complexes. *Chem. Eng*, 2-5.
- Ahmed, MFA., and jayamakmur V. 2014. Microwave Synthesis and Antimicrobial Activity of Novel Metal-Complexes with Schiff Base 2,5-Thiophene Dicarboxaldehyde-Thiosemicarbazone. *Sch. Acad. J. Pharm.* 3(5):406-410.
- Aljahdali, M, S., and E;-Sherif, A, A., 2020. Synthesi and Biological Evaluation of Novel Zn(II) and Cd(II) Schiff Base Complexes as Antimicrobial, Antifungal, and Antioxidant Agents. *Bioanorganic Chemistry and Applications*. Vol.2020.
- Awolope, O, R., Ejidike, P, I., and Clayton, H., 2023. Schiff base metal complexes as a dual antioxidant and antimicrobial agents. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*. Vol. 13(03).
- Azizah, Y, N., Mulyani, I., dan Wahyuningrum, D., 2020. Synthesis, Characterization, and Antioxidant Activity of Kobalt(II)-Hydrazone Complex. *EduChemia*. Vol.5,No.2.
- Bariyyah, S.K., Fasya, A.G., Abidin, M., dan Hanapi, A. 2013. Uji Antioksidan Terhadap DPPH dan Identifikasi Golongan Senyawa Aktif Ekstrak Kasar Mikroalga *Chorella* sp. Hasil Kultivasi dalam Medium Ekstrak Tauge. *Alchemy*, 2(3): 150-204.
- Bhandari, Meena, dan Raj., 2017. Practical Approach to Green Chemistry. *Int J Pharm Sci*, 9: 10-26.
- Bima, D.N., 2018. Sintesis, Karakterisasi, dan Studi Aktivitas Antioksidan Kompleks Cu(II)-Salisilaldehid Dinitrofenilhidrazin dan Cu(II)-Vanilin Dinitrofenilhidrazin. *Tesis*. Institut Teknologi Bandung: Bandung.
- Boruah, J, J., Bhatt, Z, S., Nathani, C, R., et al. 2021. Green Synthesis of vanadium(V) Schiff base Complex by Grinding Method: Study On its Catalytic and Anti-bacterial Activity. *Journal of Coordination Chemistry*. Vol.74, No.12, 2055-2068.
- Cahyana, H dan Pratiwi, p. 2015. Sintesis Ramah Lingkungan Senyawa Imina Turuna Vanilin dan 2-Hidroksi Asetofenon Serta Uji Aktivitas Biologi dan Antioksidan. *Pharm Sci Res*.Vol.2 No: 1:12.
- Chang, R. 2005. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti, Edisi Ketiga*. Jakarta: Erlangga.
- Chang, R. 2008. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti, Edisi Ketiga, Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Cotton, F. s.m Wilkinson. G. 1989. *Kimia Anorganik Dasar (terjemahan)*. Jakarta: UI Press.
- Dachiyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik secara Spektroskopi*. Padang:LPTIK.
- Dinesh Kartik, A., Shakila, D., Geetha, K., and Muthuvel, I., Green Approach to Synthsize, Spectral Investigation and Biological Applications of Potentially Ternary Schiff Base Copper(II) Complexes. *Materials Today: Proceedings*, 43, 2389-2396.

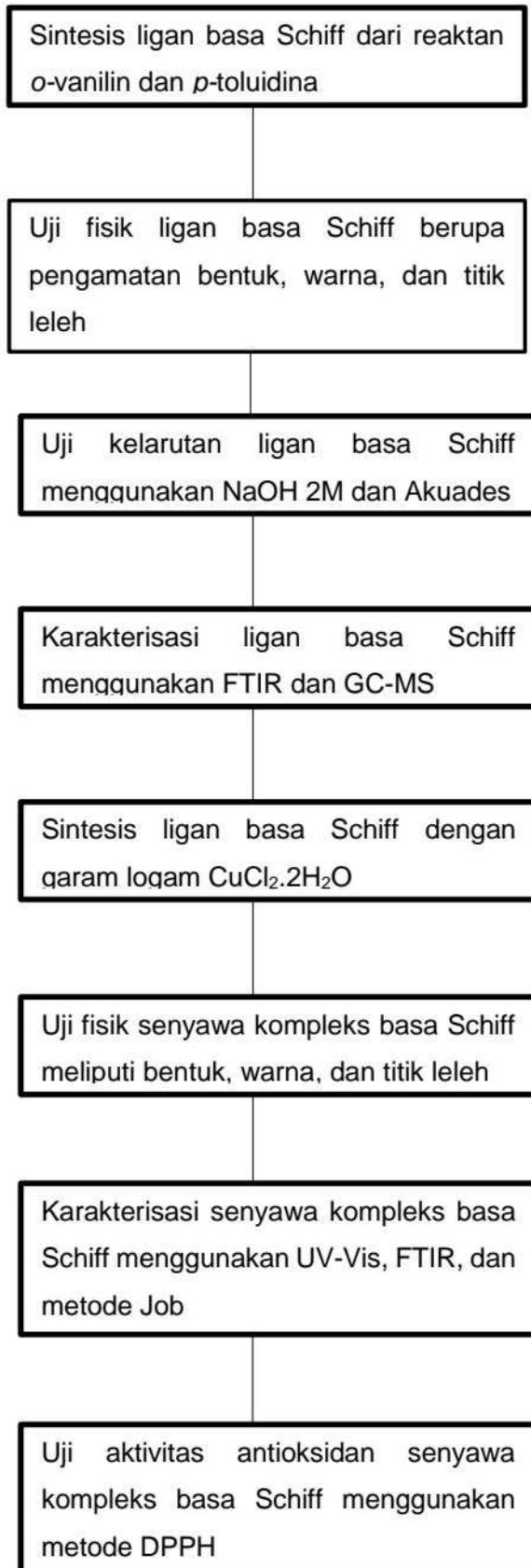
- Effendy. 2013. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1 Edisi 2*. Malang: Indonesia Academic Publishing.
- El-Gammal, O, A., Mohamed, F, Sh., Rezk, G, N., and Bindary, A, A., 2021. Structural Characterization and Biological Activity of a New Metal Complexes based of Schiff Base. *Journal of Molecular liquids*. 330:115522.
- Farda, Elok. 2016. Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Nioaktivitas Kompleks dan Ion Logam Cu(II) dengan Ligan 2,6-Bis(4-Nitrobenzamido)Piridin. *Tesis*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Insitut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Gwaram, N, S., Ali, H, M., Khaledi, H., et al., 2012. Antibacterial Evaluation of Some Schiff Bases Derived from 2-Acetylpyridine and Their Metal Complexes. *Molecules*. 17, 5952-5971.
- Harris, D. C. 1997. *Quantitative Chemical Analysis (Vol. III)*. New York: W.H Freeman and Company.
- Haryoto dan Priyatno, E., 2018. *Potensi Buah Salak: Sebagai Suplemen dan Pangan*. Surakarta: Muhammadiyah University Press.
- Hassan, A.M, and Said, A.O. 2021. Importance of the Aplicability of O-Vanillin Schiff Base Complexes: Review. *Adv. J. Chem. A*, 4(2), 87-103.
- Huang, Charles, Y. 1982. Determination of Binding Stoichiometry by The Continous Variation Method: The Job Plot. *Method in Enzymology*. Academic Press, Inc.
- Indarawati, Novi. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Fe (II) dengan Ligan Basa Schiff dari Salilaldehida dan Sulfanilamida. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Lampung.
- Ionita, P., 2003. Is DPPH Stable Free Radical a Good Scavenger For Oxygen Active Species. *Chem Pap*. 59. 11-16.
- Khaidir, S.S., Bahron., H., Tajuddin, A.M., Ramasay, K., and Lim, S.m 2018. High Nuclearity CU(II) and Co(II) complexes of Schiff Base Derived from o-vanillin with substituted m-phenylenediamine. *International Journal of Engineering & Technology*.72-76.
- Kuscahyani, A. W. 2012. *Kompleks Tembaga piridin -2,6-dikarboksilat: Sintesis, Karakterisasi, dan Uji Aktivitas Antikanker terhadap Sel Kanker Kolon*. Surabaya: Insitut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Lestari, F, D., 2016. Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Cu(II) dengan Ligan 2(4-Klorofenil)4,5-Difenil-1*H*-Imidazol. *Skripsi*. Surabaya: Insitut Teknologi Sepulu Nopember.
- Liu, J., Wu, B., Zang, B., and Liy, Y. 2006. Synthesis and Characterization of Metal Complex of Cu(II), Ni(II), Co(II), Mn(II), and Cd(II) with tetradeinate Schiff Base. *Turkey Journal Chemistry*.30: 41-48.
- Malik A., Goyat G, Vikas K, Verma KK and Garg S. 2018. Coordination of Tellerium (IV) with Schiff Base Derived from o-Vanillin and 3-Aminopyridine. *International Journal of Chemical Science*. Vol. 16 ISS 1.
- Manimohan, M, Paulpandiyar, R., Pugalmani., and Sithique, M.A. 2020. Biologicallyactive Co (II), Cu (II), Zn (II) centered water soluble novel isoniazid grafted O-carboxymethyl chitosan Schiff base ligand metal complexes: Synthesis, spectral characterisation and DNA nuclease activity. *International Jurnal of Biologifal Macromolecules*. 163: 801-816.
- Molyneux, P., 2004. The Use Stable Free Radical Diphenylpicryl-hydrazyl (DPPH) for Estimating Antioxidant Activity. *Songklanakarin J. Sci. Technol*, 26(2): 211-219.

- Moore, E., 2016. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR): Method, Analysis, and Research Insights*. Incorporated: Nova Science Publishers.
- Mumtazah, L. K., 2024. Sintesis Hijau dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-Metoksi-6-((4-Metoksifenil)imino)methylfenol Menggunakan Metode Penggerusan pada Variasi Waktu 10; 20; dan 30 menit. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Nadhiroh, Ainun. 2020. *Uji Aktivitas Antioksidan dan Toksisitas Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis dari O-Vanilin dan p-toluidina*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Neelima, Ponia K., Siddiqui S., Arshad M., and Kumar D., 2015. In Vitro anticancer activities of Schiff base and its lanthanum complex. S1386-1425(15)30256-1.
- Nurbaity., 2011. Pendekatan Green Chemistry Suatu Inovasi Dalam Pembelajaran Kimia Berwawasan Lingkungan. *Jurnal Riset Pendidikan Kimia*. Vol.1, No.1.
- Pavia,L.D.,Lampma, G.M dan Kriz, G.S. 2009. *Introduction to Spectroscopy*, third edition. USA: Thomson Learning,ins.
- Rahayu, N. R., 2021. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Cu(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-[(4-metilfenilimino)methyl]-6 metoksi fenol. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Rizakayanti, Diah, A. W, M. D., dan Jura, M. R., 2017. Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Air dan Ekstrak Etanol Daun Kelor (*Moringa Oleifera LAM*). *J. Akad. Kim.* 6(2), 2477-5185.
- Rohmadi, A., dan Bohari. 2018. *Pangan Fungsional Berkhasiat Antioksidan*. Samarinda: Mulawarman University PRESS.
- Rohman, A., 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Salman, S. R., and Saleh, N. A. I., Falah, M., and Rayan, A. 2019. Correlation Between Cytotoxicity in Cancer Cells and Free Radical-Scavenging Activity: *in vitro* Evaluation of 57 Medical and Edible Plant Extracts. *Oncology Letters*. 18: 6563-6571.
- Sembiring, Z. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Struktur Senyawa Kompleks Cu (II) dan Mn (II) dengan Basa Schiff Turunan Aldehida sebagai Indikator. *Laporan Penelitian*: Fakultas MIPA Univ. Lampung.
- Sembiring, Z., Iwan Hastiawan, Achmad Zainuddin dan Husein H Bahti. 2013. *Sintesis Basa Schiff Karbozona Variasi Gugus Fungsi: Uji Kelarutan dan Analisis Struktur Spektroskopi Uv-Vis Prosiding Semirata*. Fmipa Universitas Lampung.
- Shariar S. M.S., Jesmin M., and Ali M. M. 2014. Antibacterial Activities of Some Schiff Base Involving Thiosemicarbazide and Ketones. *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy*. ISSN: 2299-3843, Vol.26. pp53-61.
- Shihab, M. Q., 2017. *Tafsir al-Misbah; Pesan, Kesan, dan Keserasian Alquran*. Vol 2. Tangerang: Lentera Hati.
- Shihab, Q., 2002. *Tafsir al-Misbah; Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shriner, R.L., Hermann, C.K.F., Moriil, T.C., D.Y., dan Furson, R.C., 2004. *The Systemic Identification of Organic Compounds*, 8th ed. John Wiley & Sons, inc.
- Sobola, A.O., G.M. Watkins, and B. Van Brecht. 2014. Synthesis, Characterization and Antimicrobial Activity of Copper (II) Complexes of some Orthosubstituted Aniline Schiff Base; Crystal Structure of Bis(2-methoxy-6-imino)methylphenol Copper (II) Complex. *S. Afr.J. Chom.*, 67, 45-51.

- Sobola, Abdullahi O. Gareth M. Watkins and Bernadus Van Brecht. 2018. Synthesis, characterization and Biological study of Cu (II) complexes of aminopyridine and (aminomethyl)pyridine Schiff bases. *J.Serb. Chem. Soc.* 83.
- Sucipto, T. H., 2018. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks dari Ion Logam Cu(II) Dengan Ligand 2,4,5-Trifenilimidazol Sebagai Antikanker. *Tesis*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Surur, Ahmad M., 2019. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanillin dan p-Anisidin dengan Pelarut Air Menggunakan Metode Penggerusan. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Malang.
- Thayyarah, Nadiah., 2013. *Buku Pintar Sains dalam Al-Qur'an*. Jakarta: Zaman.
- Tufa, A., Endale, M., and Desalegn. T. Syntesis. Characterization and Antibacterial Activity of Copper(II) and Cobalt(II) Vanillin-Aniline Schiff base Complexes. *Chemistry and Material Research*. Vol.10 No.2, 2018.
- Tyurin, V. Yu, Moisseva, D.B., Shapalovsky, E.R. Milavea. 2015. The electrochemical approach to antioxidant activity assay of metal complexes with dipicolylamino ligand, containing 2,6-di-tert-butylphenol groups, based on electrochemical DPPH-test. *J. of Elec Chem.* 756, 212-221.
- Uhling, H.H 1965. *Corrosion Control*. John Wiley and Sons. Inc., New York.
- Ulfah, M., Rahyu, P., dan Dewi, L.R., 2013. Konsep Pengetahuan Lingkungan Green Chemistry Pada Program Studi Pendidikan Biologi. *Seminar Nasional X Pendidikan Biologi FKIP UNS*, Semarang.
- Ummathur,M.B, Sayudevi,P., and Krishnankutty,K.2009. Schiff Bases of 3-[2-(1,3-Benzothiazol-2-Y1) Hydrazinylidane] Pentane-2,4-Dione with Aliphatic Diamines and Their Metal Complexs.*J.Argent.Chem.Soc.*97(2),31-39.
- Wang, Y.F., Liu, J.F., Xian, H.D., and Zhao, G.L. 2009. Synthesis, Crystal Structure, and Kinetics of the Thermal Decomposition of the Nickel(II) Complex of the Schiff Base 2-[(4-Methylphenylimino)methyl]-6-methoxyphenol. *Molecules*. 14: 2582-2593.
- Xavier, A dan Srividhya, N. 2014. Synthesis and Study of Schiff Base Ligands. *IOSR Journal of Applied Chemistry*. 7(11): 6-15.
- Yu, Y., Xian H., Liu, J., and Zhao, G. 2009. Synthesis, Characterization, Crystal Structure and Antibacterial Activities of Transition Metal (II) Complexes of the Schiff Base 2-[4-Methylphenylimino)methyl]-6-methoxyphenol. *Molecules*. 14, 1747-1754.

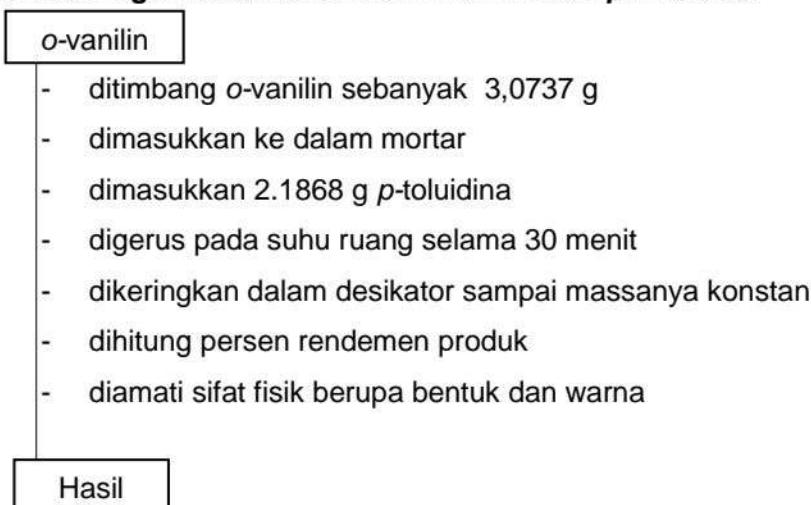
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

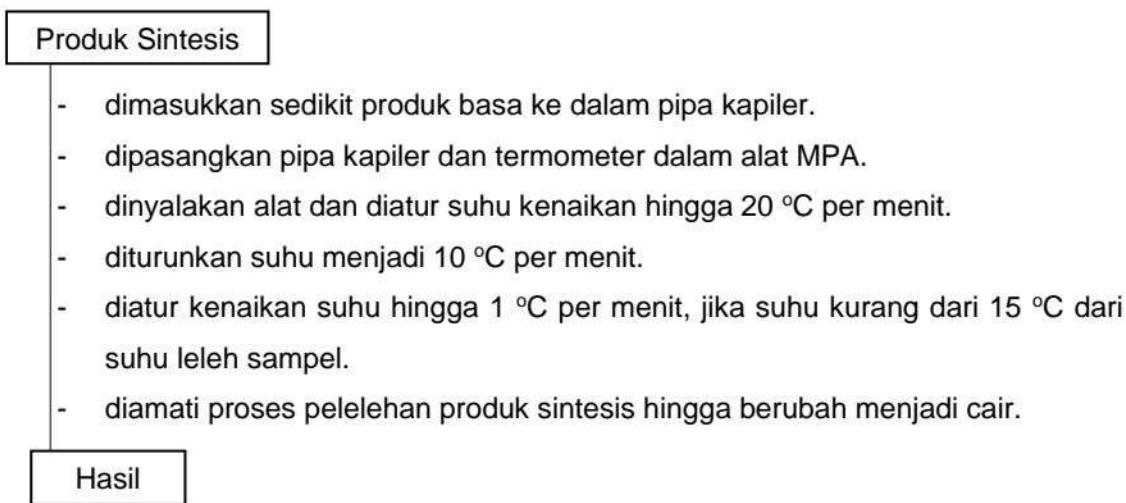


Lampiran 2. Diagram Alir

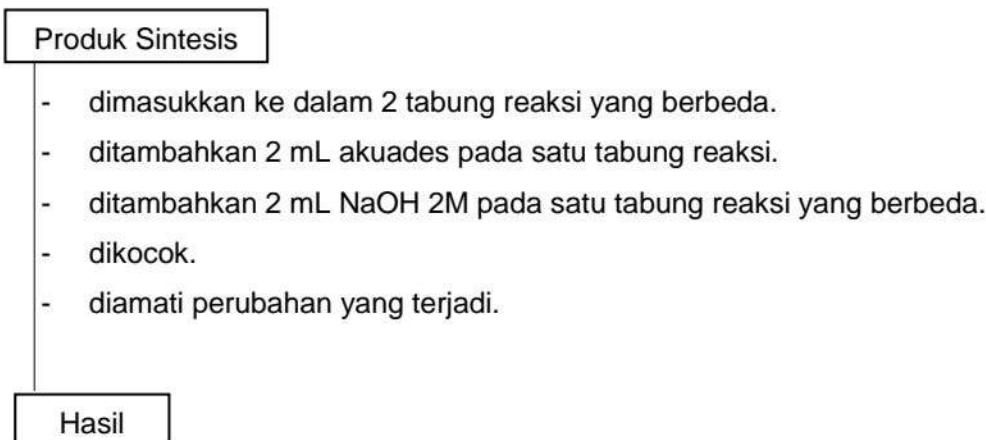
L.2.1 Sintesis ligan basa Schiff dari o-vanilin dan p-toluidina



L.2.2 Uji titik leleh produk basa Schiff menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA)



L.2.3 Uji sifat kimia produk basa Schiff dengan larutan akuades dan NaOH 2M



L.2.4 Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan FTIR

Produk Sintesis

- digerus menggunakan mortar agate.
- dicampur dengan gerusan *pellet* KBr dengan perbandingan 2:98.
- diletakkan campuran pada *cell holder*.
- diletakkan berkas sinar inframerah pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.
- diamati hasil spektra dan di analisa.

Hasil

L.2.5 Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan GC-MS

Produk Sintesis

- dilarutkan dengan kloroform
- diinjeksikan menggunakan *syringe* ke dalam tempat GC-MS.

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

Hasil

L.2.6 Sintesis Senyawa Kompleks Cu (II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol.

Ligan 2-[(4-metoksifenilimino)metil]-6-metoksifenol dan garam CuCl₂.2H₂O

- ditimbang ligan basa Schiff sebanyak 0,48256 g dan garam CuCl₂.2H₂O sebanyak 0,1722 g
- dimasukkan dalam mortar
- digerus pada suhu ruang selama 30 menit
- dihitung rendemen produk sintesis
- diamati sifat fisik berupa bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan MPA

Hasil

L.2.7 Karakterisasi Senyawa Kompleks

L.2.7.1 Karakterisasi Senyawa Menggunakan UV-Vis

Produk hasil sintesis senyawa kompleks basa Schiff-Cu (II)

- dilarutkan produk hasil sintesis serta ligan basa Schiff dalam etanol
- dimasukkan ke dalam kuvet
- dianalisis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm

Hasil

L.2.7.2 Karakterisasi Senyawa Menggunakan FTIR

Produk hasil sintesis senyawa kompleks basa Schiff-Cu (II)

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

Hasil

L.2.7.3 Penentuan Jumlah Mol Ligan dan Logam Menggunakan Metode Job's

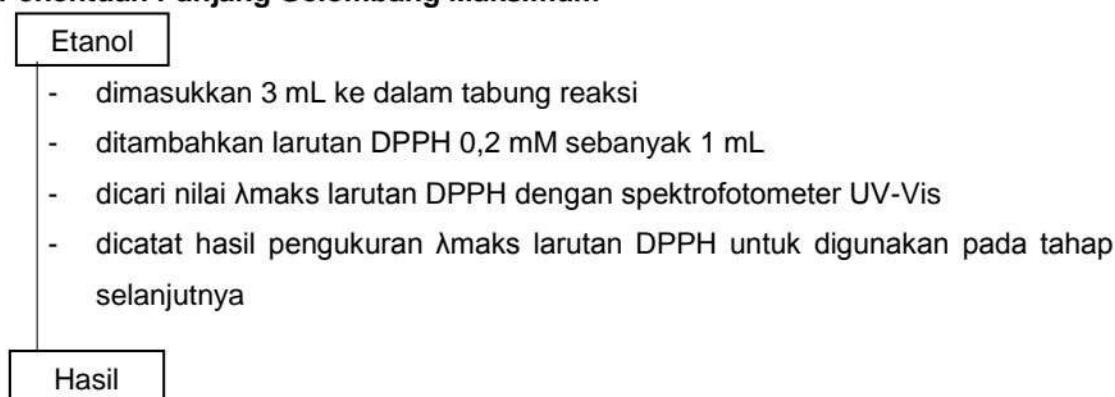
CuCl₂.2H₂O dan ligan basa Schiff

- ditimbang 0,01722 g CuCl₂.2H₂O dan 0,24128 g ligan basa Schiff
- dilarutkan masing-masing kedalam etanol hingga mencapai tanda batas pada labu ukur 100 mL
- dimasukkan larutan induk dalam tabung reaksi sesuai variasi volume pada Tabel 3.1 dan Tabel 3.2
- divortex tabung 2-6 selama 2 menit
- diuji larutan dalam tabung reaksi menggunakan UV-Vis pada λ_{maks} senyawa kompleks

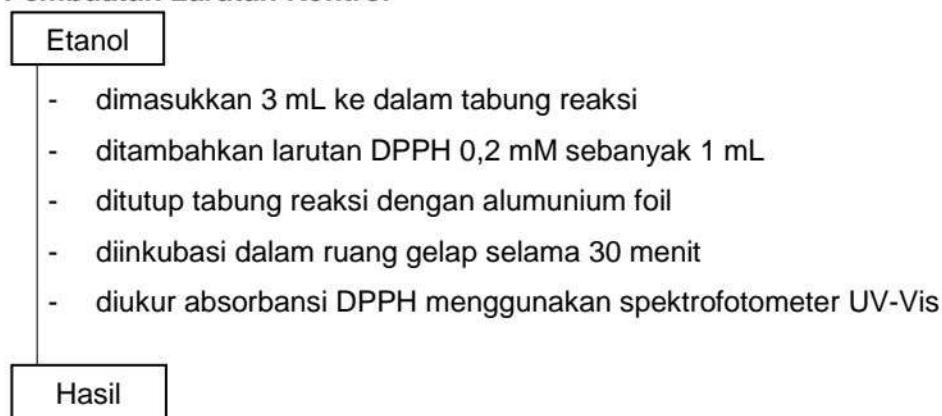
Hasil

L.2. Uji Aktivitas Antioksidan Produk Sintesis Kompleks menggunakan Metode DPPH

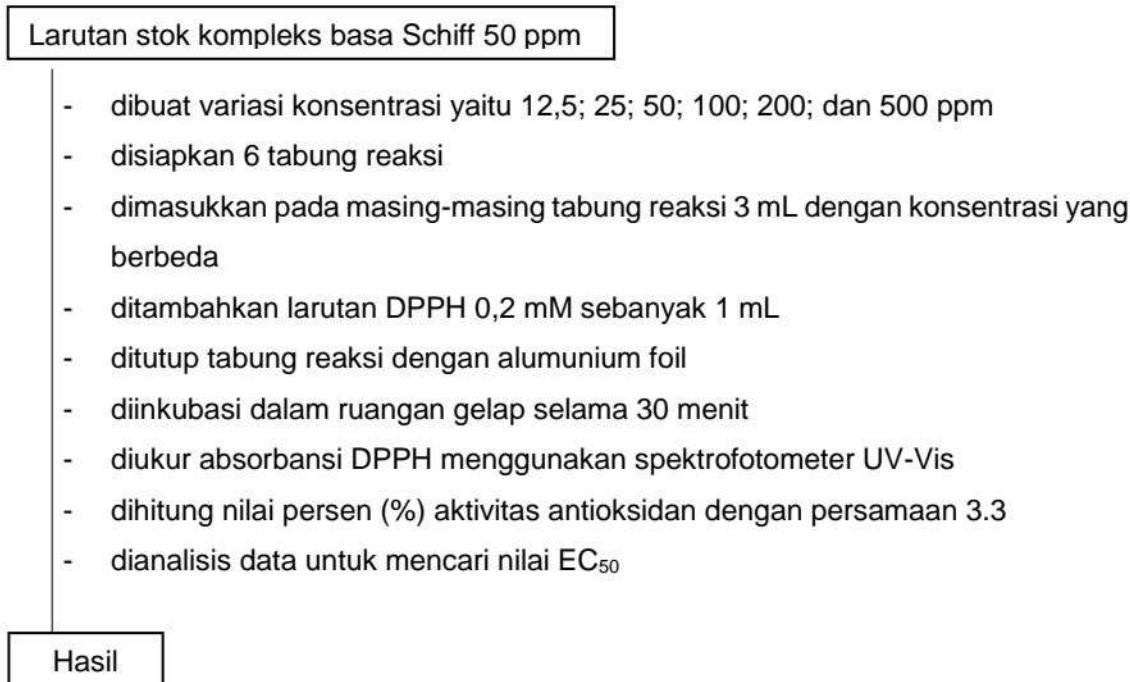
L.2.8.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum



L.2.8.2 Pembuatan Larutan Kontrol



L.2.8.3 Pengujian Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks Basa Schiff



Lampiran 3. Perhitungan

L.3.1 Penentuan Massa o-Vanilin (99%) 0,02 mol yang Digunakan

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{BM senyawa} &= 152,15 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,02 \text{ mol} \\
 \text{Massa yang digunakan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,02 \text{ mol} \times 152,15 \text{ g/mol} \\
 &= 3,043 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned}
 \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{3,043 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 3,043 \text{ g}}{99 \text{ g}} \\
 &= 3,0737 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.2 Penentuan Massa p-Toluidina (98%) 0,02 Mol yang Digunakan

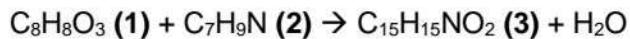
$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{N} \\
 \text{BM senyawa} &= 107,1564 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,02 \text{ mol} \\
 \text{Massa yang digunakan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,02 \text{ mol} \times 107,1564 \text{ g/mol} \\
 &= 2,1431 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned}
 \frac{98 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \frac{98 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{2,1431 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 2,1431 \text{ g}}{98 \text{ g}} \\
 &= 2,1868 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa 2-metoksi-6-[(p-tolilimino)metil]fenol

Reaksi:



Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	→	Senyawa (3)
Mula-mula	0,02 mol		0,02 mol		-
Bereaksi	0,02 mol		0,02 mol		0,02 mol
Sisa	-	-	-		0,02 mol
Rumus molekul senyawa	= C ₁₅ H ₁₅ NO ₂				
BM senyawa	= 241,28 g/mol				

$$\begin{aligned}
 \text{Mol senyawa} &= 0,02 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,02 \text{ mol} \times 241,28 \text{ g/mol} \\
 &= 4,8256 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.4 Penentuan % Rendemen 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol

$$\begin{aligned}
 \text{Massa produk eksperimen} &= 4,749 \text{ g} \\
 \text{Massa produk teoritis} &= 4,8256 \text{ g} \\
 \% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{massa produk eksperimen}}{\text{massa produk teoritis}} \times 100 \% \\
 &= \frac{4,749 \text{ g}}{4,8256 \text{ g}} \times 100 \% \\
 &= 98\%
 \end{aligned}$$

L.3.5 Pembuatan Larutan NaOH 2M

Berat molekul = 40 g/mol

Molaritas = 2 M

Volume = 20 mL

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

$$2 \text{ M} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{20 \text{ mL}}$$

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

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

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

L.3.6 Penentuan Massa CuCl₂.2H₂O yang Digunakan

Rumus molekul senyawa = CuCl₂.2H₂O

BM senyawa = 170,49 g/mol

Mol senyawa = 0,001 mol

Massa yang digunakan = mol × BM

$$= 0,001 \text{ mol} \times 170,49 \text{ g/mol}$$

$$= 0,17049 \text{ g}$$

Massa yang ditimbang

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

$$\frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{0,17049 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\text{Massa yang ditimbang} = \frac{100 \text{ g} \times 0,17049 \text{ g}}{99 \text{ g}}$$

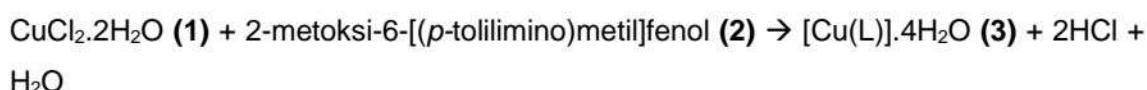
$$= 0,1722 \text{ g}$$

L.3.7 Penentuan Massa Ligand 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol yang Digunakan

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2 \\
 \text{BM senyawa} &= 241,28 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,002 \text{ mol} \\
 \text{Massa yang digunakan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,002 \text{ mol} \times 241,28 \text{ g/mol} \\
 &= 0,48256 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.8 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Kompleks

Reaksi:



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

L.3.9 Metode Job's

L.3.9.1 Pembuatan Larutan Induk

- Konsentrasi 0,001 M

$$\begin{aligned}
 M = \frac{n}{v} \longrightarrow n &= M \times V \\
 &= 0,001 \text{ M} \times 100 \text{ mL} \\
 &= 0,1 \text{ mmol} \\
 &= 0,0001 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

- Penentuan massa $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \\
 \text{BM senyawa} &= 170,49 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,0001 \text{ mol} \\
 \text{Massa yang digunakan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0001 \text{ mol} \times 170,49 \text{ g/mol} \\
 &= 0,017049 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned}
 \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{0,017049 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}} \\
 \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 0,017049 \text{ g}}{99 \text{ g}} \\
 &= 0,01722 \text{ g}
 \end{aligned}$$

• Penentuan massa ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol yang digunakan

Rumus molekul senyawa	= C ₁₅ H ₁₅ NO ₂
BM senyawa	= 241,28 g/mol
Mol senyawa	= 0,0001 mol
Massa yang digunakan	= mol × BM
	= 0,0001 mol × 241,28 g/mol
	= 0,024128 g

L.3.9.2 Perhitungan Fraksi Mol Ligan (X_L)

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

Tabung reaksi 1

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

$$= 0$$

Tabung reaksi 2

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

$$= 0,1$$

Tabung reaksi 3

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

$$= 0,3$$

Tabung reaksi 4

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

$$= 0,5$$

Tabung reaksi 5

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

$$= 0,7$$

Tabung reaksi 6

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

$$= 0,9$$

Tabung reaksi 7

$$X_L = \frac{10 \text{ mL} \times 0,001}{(10 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M}) + (9 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M})}$$

$$= 1$$

L.3.9.3 Perhitungan A_{M+L}

$$A_{M+L} = \text{Absorbansi logam} + \text{Absorbansi ligan}$$

Tabung 1

$$A_{M+L} = 2,3926 + -0,0159$$

$$= 2,3767$$

Tabung 2

$$A_{M+L} = 2,1466 + 1,2367$$

$$= 3,3833$$

Tabung 3

$$\begin{aligned} A_{M+L} &= 1,5902 + 3,5108 \\ &= 5,101 \end{aligned}$$

Tabung 4

$$\begin{aligned} A_{M+L} &= 1,1256 + 3,7082 \\ &= 4,8338 \end{aligned}$$

Tabung 5

$$\begin{aligned} A_{M+L} &= 0,6293 + 3,9294 \\ &= 4,5587 \end{aligned}$$

Tabung 6

$$\begin{aligned} A_{M+L} &= 0,1539 + 3,831 \\ &= 3,9849 \end{aligned}$$

L.3.9.4 Perhitungan Akoreksi

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

Tabung reaksi 1

$$\begin{aligned} A_{koreksi} &= 2,6248 - (1-0) \cdot 2,3767 \\ &= 0,2481 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 2

$$\begin{aligned} A_{koreksi} &= 3,4136 - (1-0,1) \cdot 3,833 \\ &= 0,36863 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 3

$$\begin{aligned} A_{koreksi} &= 4,2399 - (1-0,3) \cdot 5,101 \\ &= 0,6692 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 4

$$\begin{aligned} A_{koreksi} &= 8,142 - (1-0,5) \cdot 4,8338 \\ &= 5,7251 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 5

$$\begin{aligned} A_{koreksi} &= 10,0000 - (1-0,7) \cdot 4,5587 \\ &= 8,63239 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 6

$$\begin{aligned} A_{koreksi} &= 6,3166 - (1-0,9) \cdot 3,9849 \\ &= 5,9181 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 7

$$\begin{aligned} A_{koreksi} &= 7,9625 - (1-1) \cdot 3,797 \\ &= 7,9625 \end{aligned}$$

Tabung 7

$$\begin{aligned} A_{M+L} &= -0,0178 + 3,8148 \\ &= 3,797 \end{aligned}$$

L.3.9.5 Data Hasil

Tabung reaksi	$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (mL) 0,001M	$\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2$ (mL) 0,001M	Absorbansi (nm)	X ligan (X_L)
1	10	0	2,6248	0
2	9	1	3,833	0,1
3	7	3	5,101	0,3
4	5	5	4,8338	0,5
5	3	7	4,5587	0,7
6	1	9	3,9849	0,9
7	0	10	3,797	1

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

X ligan	A logam (M)	A ligan (L)	A_{M+L}	A_{terukur}	A_{koreksi}
0,1	2,1466	1,2367	3,833	3,4136	0,36863
0,3	1,5902	3,5108	5,101	4,2399	0,6692
0,5	1,1256	4,2399	4,8338	8,142	5,7251
0,7	0,06293	8,142	4,5587	10,000	8,63239
0,9	0,1539	3,831	3,9849	3,9849	5,91811

L.3.9.6 Perhitungan Perbandingan Mol Logam dan Ligan Berdasarkan Titik Potong pada Senyawa Kompleks

- Persamaan perhitungan fraksi mol ligan : $\frac{a}{1-a}$
(a = perpotongan garis singgung) (Gladys, 2013)
- Pada Gambar 4.12 grafik metode Job's, didapatkan perpotongan garis singgung 0,66 sehingga dari persamaan diatas dimasukkan 0,66 menjadi;
$$\frac{a}{1-a} = \frac{0,66}{1-0,66} = 2$$
, sehingga ligan yang terikat pada ion logam adalah 2 mol.

L.3.10 Uji Antioksidan

L.3.10.1 Pembuatan Larutan DPPH 0,2 mM

Rumus molekul senyawa	= $\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{N}_5\text{O}_6$
BM senyawa	= 349,32 g/mol
Volume larutan	= 25 mL
Mol senyawa	= konsentrasi x volume = 0,2 mM x 25 mL = 0,005 mmol
Massa senyawa	= mol x BM = 0,005 mmol x 349,32 mg/mmol = 1,972 mg

L.3.10.2 Pembuatan Larutan Stok Kompleks Basa Schiff

500 ppm sebanyak 25 mL

$$\text{ppm} = \text{mg/L}$$

$$\text{mg} = \text{ppm} \times L$$

$$= 500 \text{ ppm} \times 0,025 \text{ L}$$

$$= 12,5 \text{ mg}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 12,5 ppm**

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

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 12,5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{12,5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 25 ppm**

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

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 50 ppm**

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

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 50 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 100 ppm**

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

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 100 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 200 ppm**

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

$$500 \text{ ppm} \times V_1 = 200 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_1 = \frac{200 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

L.3.10.3 Pembuatan Larutan Stok Ligan Basa Schiff (Nadhiroh, 2020)

50 ppm sebanyak 50 mL

$$\text{ppm} = \text{mg/L}$$

$$\text{mg} = \text{ppm} \times L$$

$$\begin{aligned} &= 50 \text{ ppm} \times 0,05 \text{ L} \\ &= 2,5 \text{ mg} \end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 5 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} &= 50 \text{ ppm} \times V_2 \\ V_2 &= \frac{5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} \\ V_2 &= 1 \text{ mL} \end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 10 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 10 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} &= 50 \text{ ppm} \times V_2 \\ V_2 &= \frac{10 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} \\ V_2 &= 2 \text{ mL} \end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 15 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 15 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} &= 50 \text{ ppm} \times V_2 \\ V_2 &= \frac{15 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} \\ V_2 &= 3 \text{ mL} \end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 20 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 20 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} &= 50 \text{ ppm} \times V_2 \\ V_2 &= \frac{20 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} \\ V_2 &= 4 \text{ mL} \end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 25 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} &= 50 \text{ ppm} \times V_2 \\ V_2 &= \frac{25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 5 \text{ mL} \end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 30 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 30 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} &= 50 \text{ ppm} \times V_2 \\ V_2 &= \frac{30 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 6 \text{ mL} \end{aligned}$$

L.3.10.4 Pembuatan Larutan Stok Asam Askorbat

30 ppm sebanyak 20 mL

Ppm = mg/L

Mg = ppm x L

$$= 30 \text{ ppm} \times 0,020 \text{ L}$$

$$= 0,6 \text{ mg}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 1,25 ppm**

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

$$30 \text{ ppm} \times V_1 = 1,25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_2 = \frac{1,25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{30 \text{ ppm}}$$

$$V_2 = 0,42 \text{ mL}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 2,5 ppm**

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

$$30 \text{ ppm} \times V_1 = 2,5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_2 = \frac{2,5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_2 = 0,83 \text{ mL}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 5 ppm**

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

$$30 \text{ ppm} \times V_1 = 5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_2 = \frac{5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_2 = 1,7 \text{ mL}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 10 ppm**

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

$$30 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_2 = \frac{10 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_2 = 3,3 \text{ mL}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 20 ppm**

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

$$30 \text{ ppm} \times V_1 = 20 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = \frac{20 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$= 10 \text{ mL}$$

L.3.10.5 Perhitungan % Aktivitas Antioksidan

$$\text{Aktivitas Antioksidan (\%)} = \frac{(\text{Absorbansi Kontrol} - \text{Absorbansi DPPH Sisa})}{\text{Absorbansi Kontrol}} \times 100 \%$$

- **Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks basa Schiff**

Konsentrasi 12,5 pppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,3016 - 0,282)}{0,3016} \times 100\%$$

$$= 6,50\%$$

Konsentrasi 25 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,3029 - 0,1625)}{0,3029} \times 100\% \\ = 46,35\%$$

Konsentrasi 50 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,3023 - 0,1259)}{0,3023} \times 100\% \\ = 58,35\%$$

Konsentrasi 100 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,3015 - 0,1219)}{0,3015} \times 100\% \\ = 59,57\%$$

Konsentrasi 200 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,3011 - 0,0855)}{0,3011} \times 100\% \\ = 71,60\%$$

Konsentrasi 500 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,3014 - 0,0742)}{0,3014} \times 100\% \\ = 75,38\%$$

- Aktivitas Antioksidan Ligan basa Schiff (Nadhiroh, 2020)

Konsentrasi 5 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,4449 - 0,43165)}{0,4449} \times 100\% \\ = 2,98\%$$

Konsentrasi 10 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,4454 - 0,4263)}{0,4454} \times 100\% \\ = 4,29\%$$

Konsentrasi 15 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,4446 - 0,4156)}{0,4446} \times 100\% \\ = 6,51\%$$

Konsentrasi 20 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,4444 - 0,4117)}{0,4444} \times 100\% \\ = 7,37\%$$

Konsentrasi 25 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,445 - 0,3981)}{0,445} \times 100\%$$

$$= 10,40\%$$

Konsentrasi 30 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(0,4438 - 0,3830)}{0,4438} \times 100\% \\ = 13,69\%$$

- Aktivitas Antioksidan Asam Askorbat**

Konsentrasi 1,25 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(1,2598 - 1,1351)}{1,2598} \times 100\% \\ = 9,9\%$$

Konsentrasi 2,5 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(1,2626 - 1,1158)}{1,2626} \times 100\% \\ = 11,63\%$$

Konsentrasi 5 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(1,2629 - 0,7169)}{1,2629} \times 100\% \\ = 43,23\%$$

Konsentrasi 10 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(1,2614 - 0,1931)}{1,2614} \times 100\% \\ = 84,69\%$$

Konsentrasi 20 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(1,2636 - 0,0603)}{1,2636} \times 100\% \\ = 95,22\%$$

Konsentrasi 30 ppm

$$\text{Aktivitas Antioksidan} = \frac{(1,263 - 0,0535)}{1,263} \times 100\% \\ = 95.76\%$$

L.3.10.6 Data Hasil

L.3.10.6.1 Hasil Analisa Potensi Antioksidan Senyawa Kompleks basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A3	Rata-Rata
Kontrol	0,3019	0,3012	0,3018	0,3016
12,5	0,2716	0,2806	0,2939	0,2820
Kontrol	0,3032	0,303	0,3025	0,3029
25	0,1589	0,1822	0,1463	0,1625
Kontrol	0,3029	0,3024	0,3017	0,3023
50	0,1232	0,1282	0,1263	0,1259
Kontrol	0,3015	0,3008	0,3021	0,3015
100	0,1221	0,1216	0,1219	0,1219
Kontrol	0,3011	0,3012	0,3011	0,3011
200	0,0879	0,0852	0,0835	0,0855
Kontrol	0,3012	0,3017	0,3012	0,3014
500	0,0759	0,0765	0,0703	0,0742

Konsentrasi (ppm)	A Sampel	A Kontrol	Aktivitas Antioksidan (%)
12,5	0,282	0,3016	6,4987
25	0,1625	0,3029	46,3519
50	0,1259	0,3023	58,3526
100	0,1219	0,3015	59,5688
200	0,0855	0,3011	71,6041
500	0,0742	0,3014	75,3816

- Nilai EC₅₀ dihitung menggunakan aplikasi “GraphPad Prism 8 software” dengan persamaan regresi non linier “Regression for Analyzing dose-respon data”.

Perhitungan EC₅₀ Senyawa Kompleks basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Aktivitas Antioksidan (%)
12,5	1,0969	6,50
25	1,3979	46,35
50	1,6990	58,35
100	2,0000	59,57
200	2,3010	71,60
500	2,6990	75,38

Sehingga diperoleh nilai EC₅₀:

Comparison of Fits	Global (shared)	
Null hypothesis	Can't calculate	
Alternative hypothesis	Different curve for each data set	
P value	One curve for all data sets	
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	
LogEC50	1,729	
EC50	53,61	
Span	= 100,0	
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	1,416 to 2,047	
EC50	26,04 to 111,5	
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom	5	
R squared	0,7524	
Sum of Squares	773,9	
Sy.x	12,44	
Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Top	Top = 100	
 One curve for all data sets		
Best-fit values		
Bottom	= 0,000	
Top	= 100,0	
LogEC50	1,729	1,729
EC50	53,61	53,61
Span	= 100,0	
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	1,416 to 2,047	1,416 to 2,047
EC50	26,04 to 111,5	26,04 to 111,5
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom	5	
R squared	0,7524	0,7524
Sum of Squares	773,9	773,9
Sy.x	12,44	
Constraints		
Bottom	Bottom = 0	
Top	Top = 100	
LogEC50	LogEC50 is shared	
 Number of points		
# of X values	6	
# Y values analyzed	6	

L.3.10.6.2 Hasil Analisa Potensi Antioksidan Ligan basa Schiff^(a)

Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A3	Rata-Rata
Kontrol	0,4342	0,4556	0,4449	0,4449
5	0,4157	0,4476	0,4316	0,43165
Kontrol	0,4342	0,4566	0,4454	0,4454
10	0,4156	0,4370	0,4263	0,4263
Kontrol	0,4342	0,4550	0,4446	0,4446
15	0,3969	0,4344	0,4156	0,41565
Kontrol	0,4335	0,4554	0,4444	0,44445
20	0,3928	0,4306	0,4117	0,4117
Kontrol	0,4335	0,4565	0,4450	0,445
25	0,3743	0,4219	0,3981	0,3981
Kontrol	0,4335	0,4542	0,4438	0,44385
30	0,3501	0,4160	0,3830	0,38305

Keterangan: (a) = (Nadhiroh, 2020)

Konsentrasi (ppm)	A Sampel	A Kontrol	Aktivitas Antioksidan (%)
5	0,43165	0,4449	2,9782
10	0,4263	0,4454	4,2883
15	0,41565	0,4446	6,5115
20	0,4117	0,4445	7,3686
25	0,3981	0,4450	10,5393
30	0,38305	0,44385	13,69483

- Nilai EC₅₀ dihitung menggunakan aplikasi “GraphPad Prism 8 software” dengan persamaan regresi non linier “Regression for Analyzing dose-respon data”.

Perhitungan EC₅₀ Ligan basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Aktivitas Antioksidan (%)
5	0,6990	2,98
10	1,0000	4,29
15	1,1761	6,51
20	1,301	7,37
25	1,3979	10,54
30	1,4771	14,70

Sehingga diperoleh nilai EC₅₀

Comparison of Fits	Global (shared)	
Null hypothesis	Can't calculate	
Alternative hypothesis	Different curve for each data set	
P value	One curve for all data sets	
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		
LogEC50	2,223	
HillSlope	1,112	
EC50	167,2	
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	1,955 to 2,714	
HillSlope	0,7196 to 1,627	
EC50	90,08 to 518,2	
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom	4	
R squared	0,9586	
Sum of Squares	3,286	
Sy.x	0,9064	
 One curve for all data sets		
Best-fit values		
LogEC50	2,223	2,223
HillSlope	1,112	1,112
EC50	167,2	167,2
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	1,955 to 2,714	1,955 to 2,714
HillSlope	0,7196 to 1,627	0,7196 to 1,627
EC50	90,08 to 518,2	90,08 to 518,2
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom		4
R squared	0,9586	0,9586
Sum of Squares	3,286	3,286
Sy.x		0,9064
Constraints		
LogEC50	LogEC50 is shared	
HillSlope	HillSlope is shared	
 Number of points		
# of X values	6	
# Y values analyzed	6	

L.3.10.6.3 Analisa Potensi Antioksidan Asam Askorbat

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	Absorbansi	Aktivitas Antioksidan
	Sampel	Kontrol	(%)
1,25	1,1351	1,2598	9,8984
2,5	1,1158	1,2626	11,6268
5	0,7169	1,2629	43,2338
10	0,1931	1,2614	84,6916
20	0,0603	1,2636	95,2279
30	0,0535	1,263	95,7641

- Nilai EC₅₀ dihitung menggunakan aplikasi “GraphPad Prism 8 software” dengan persamaan regresi non linier “Regresion for Analyzing dose-respon data”.

Perhitungan EC₅₀ Ligan basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Aktivitas Antioksidan (%)
1,25	0,0969	2,90
2,5	0,3979	11,63
5	0,6990	43,23
10	1,0000	84,69
20	1,3010	95,22
30	1,4771	95,76

Sehingga diperoleh nilai EC₅₀

Comparison of Fits	Global (shared)	Can't calculate
Null hypothesis		2 parameters different for each data set
Alternative hypothesis		2 parameters same for all data sets
P value		
Conclusion (alpha = 0.05)	Models have the same DF	
Preferred model	2 parameters different for each data set	
F (DFn, DFd)		
2 parameters different for each data set		
Best-fit values		
Bottom	= 0,000	
Top	= 100,0	
LogEC50	0,7353	
HillSlope	2,476	
EC50	5,436	
Span	= 100,0	
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	0,6674 to 0,8021	
HillSlope	1,757 to 3,858	
EC50	4,650 to 6,340	
Goodness of Fit		

Degrees of Freedom	4
R squared	0,9909
Sum of Squares	74,29
Sy.x	4,310
Constraints	
Bottom	Bottom = 0
Top	Top = 100
2 parameters same for all data sets	
Best-fit values	
Bottom	= 0,000
Top	= 100,0
LogEC50	0,7353
HillSlope	2,476
EC50	5,436
Span	= 100,0
95% CI (profile likelihood)	
LogEC50	0,6674 to 0,8021
HillSlope	1,757 to 3,858
EC50	4,650 to 6,340
Goodness of Fit	
Degrees of Freedom	4
R squared	0,9909
Sum of Squares	74,29
Sy.x	4,310
Constraints	
Bottom	Bottom = 0
Top	Top = 100
LogEC50	LogEC50 is shared
HillSlope	HillSlope is shared
Number of points	
# of X values	6
# Y values analyzed	6

Lampiran 4. Dokumentasi Hasil Penelitian**L.4.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan**

Hasil sintesis ligan basa Schiff

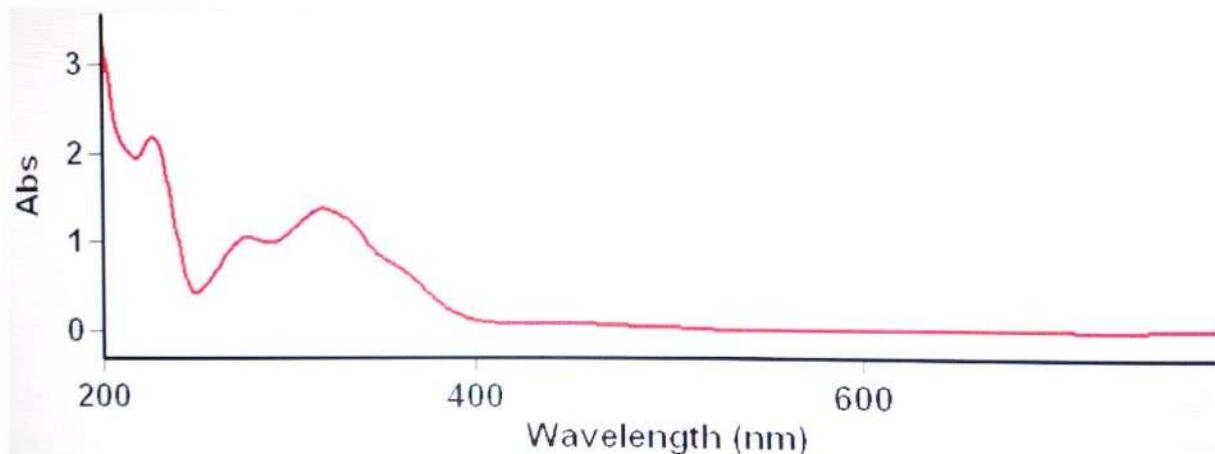
L.4.2 Uji Titik Leleh Produk Menggunakan MPA

Hasil Uji Titik Leleh

L.4.3 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis dengan NaOH 2M

Hasil Uji Sifat Kimia

L.4.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis



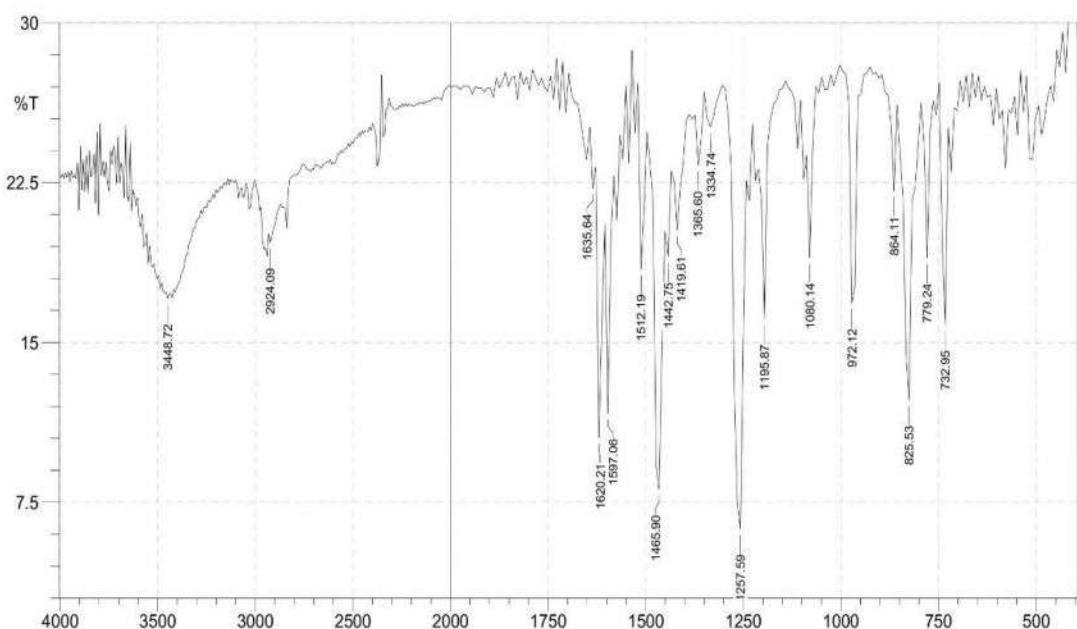
L.4.5 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

L.4.5.1 Produk Sintesis Basa Schiff

 SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA UGM



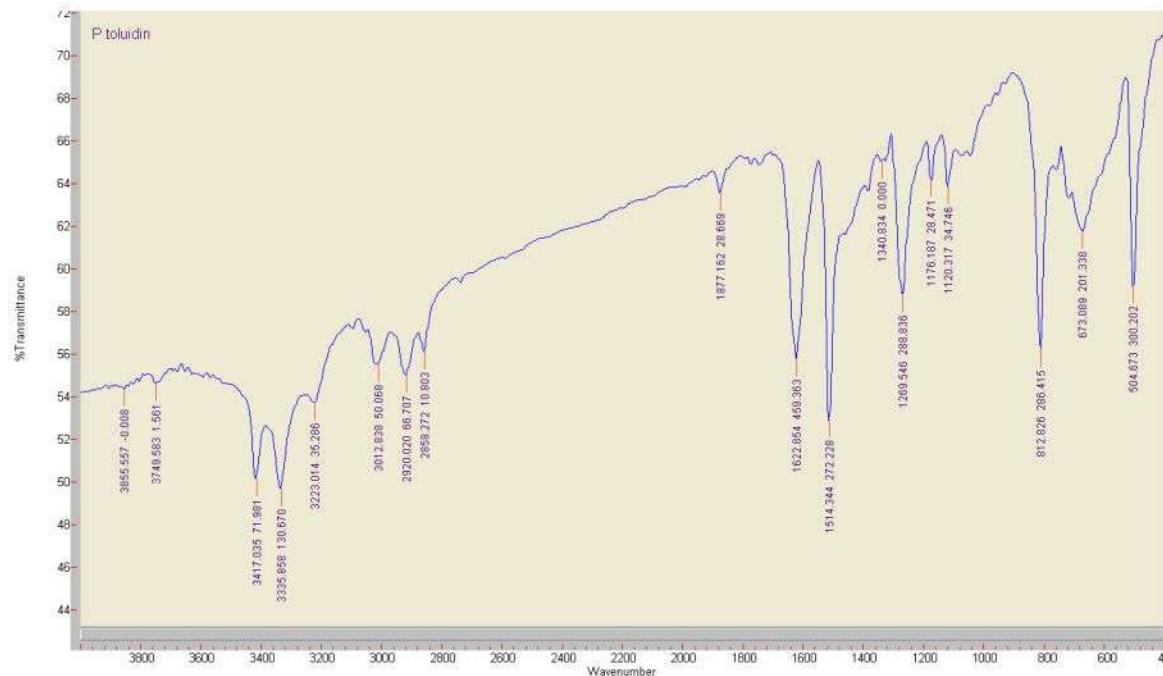
L.4.5.2 Produk Sintesis Basa Schiff (Nadhiroh, 2020)



L.4.5.3 Reaktan o-Vanilin

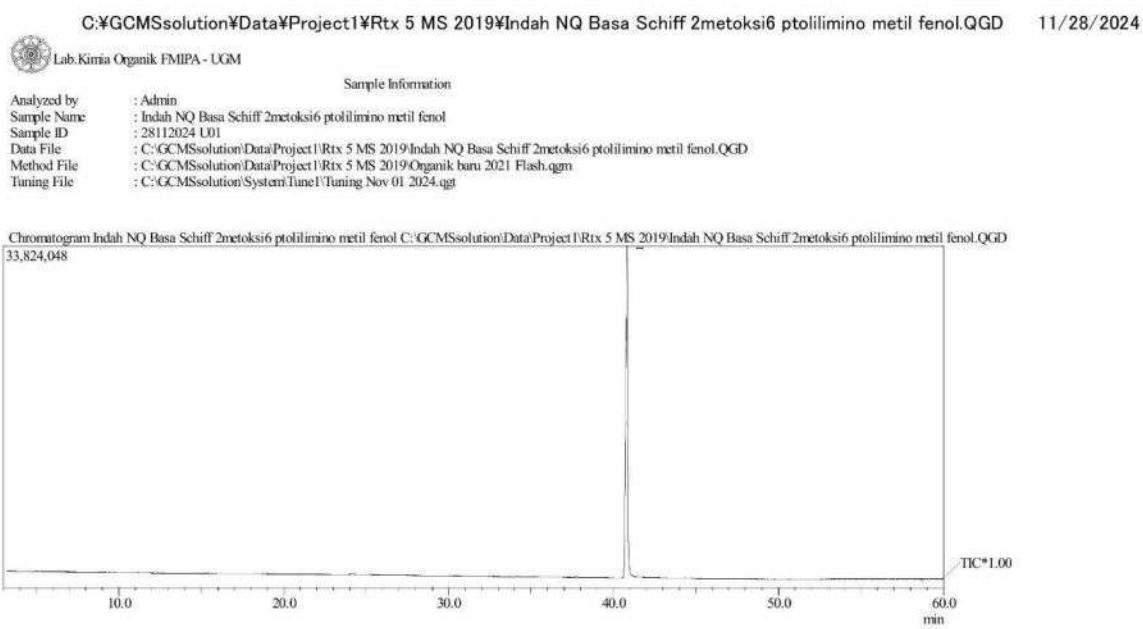


L.4.5.4 Reaktan p-Toluidina

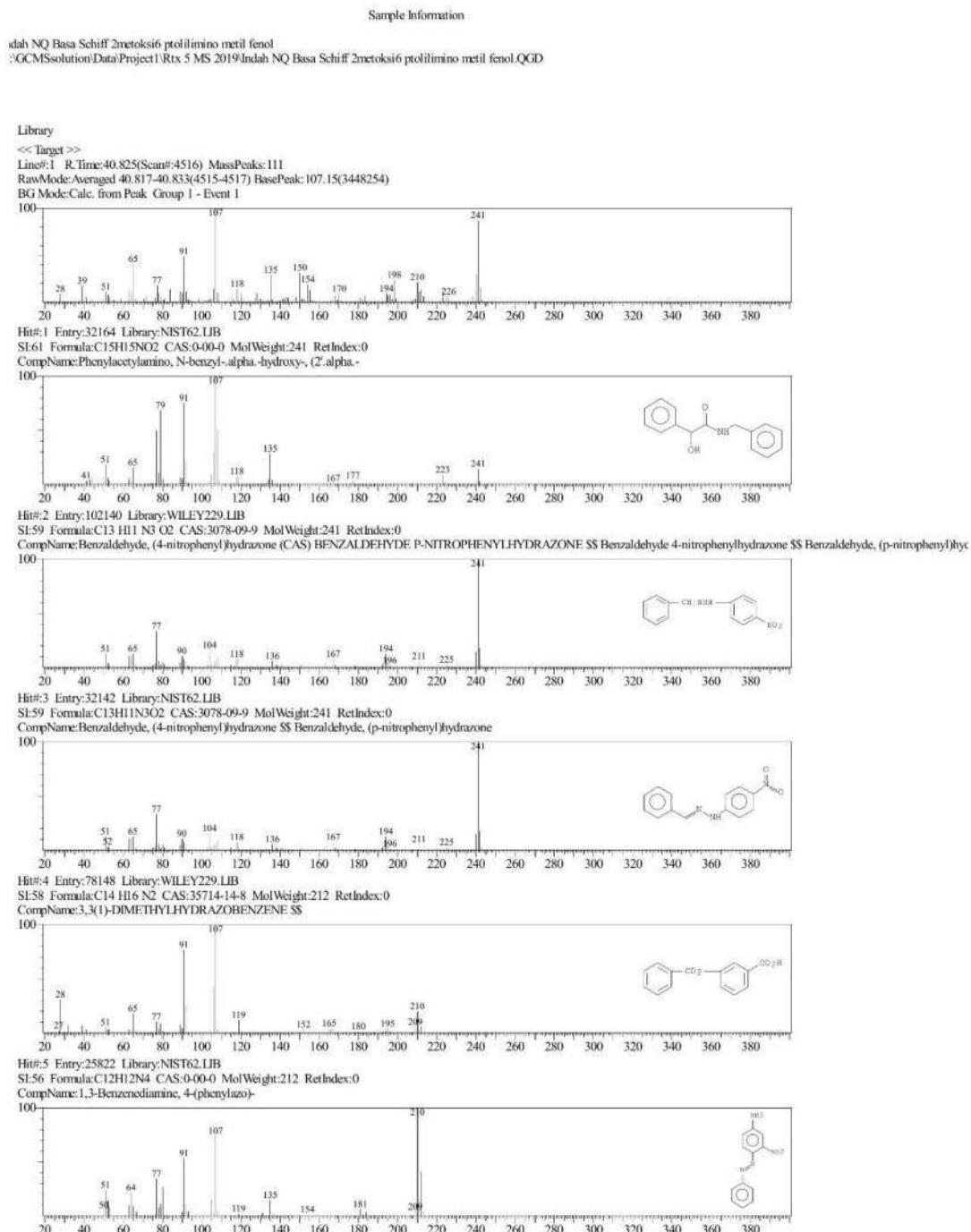


L.4.6 Karakterisasi Menggunakan GC-MS

- Hasil analisa GC**



- Hasil analisa MS



L.4.7 Sintesis Senyawa Kompleks Cu(III) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol

Sintesis kompleks basa Schiff-Cu(II)



Hasil produk sintesis senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) Ulangan 1



Hasil produk sintesis senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) Ulangan 2



Hasil produk sintesis senyawa kompleks basa Schiff-Cu(II) Ulangan 3

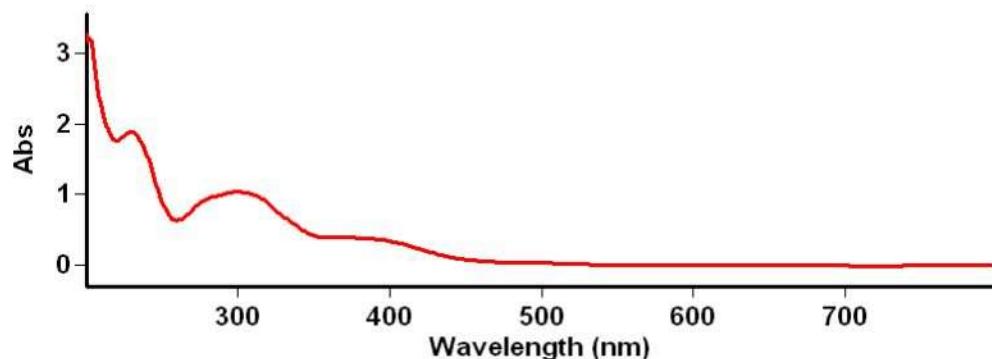
L.4.8 Uji Titik Leleh Senyawa Kompleks Basa Schiff

Hasil Uji Titik Leleh

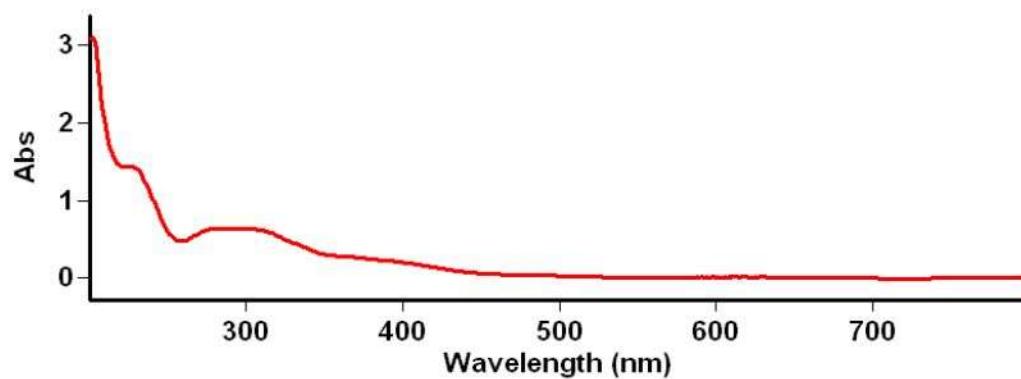
L.4.9 Karakterisasi Senyawa Kompleks

L.4.9.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

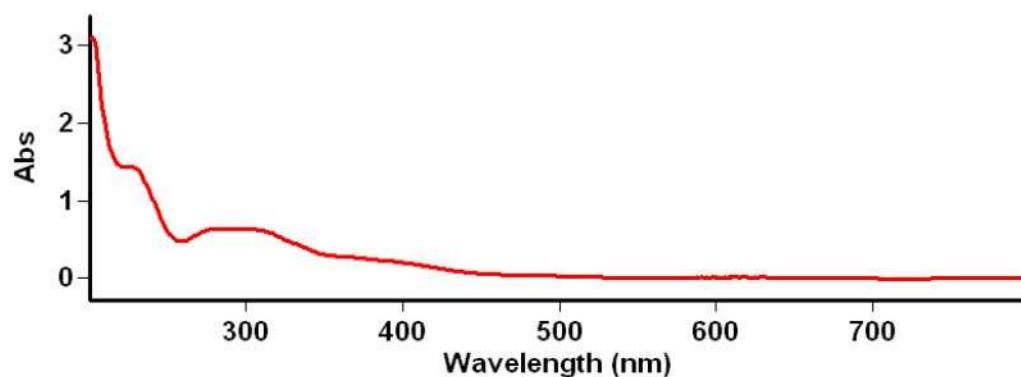
- Ulangan 1



- Ulangan 2



- Ulangan 3

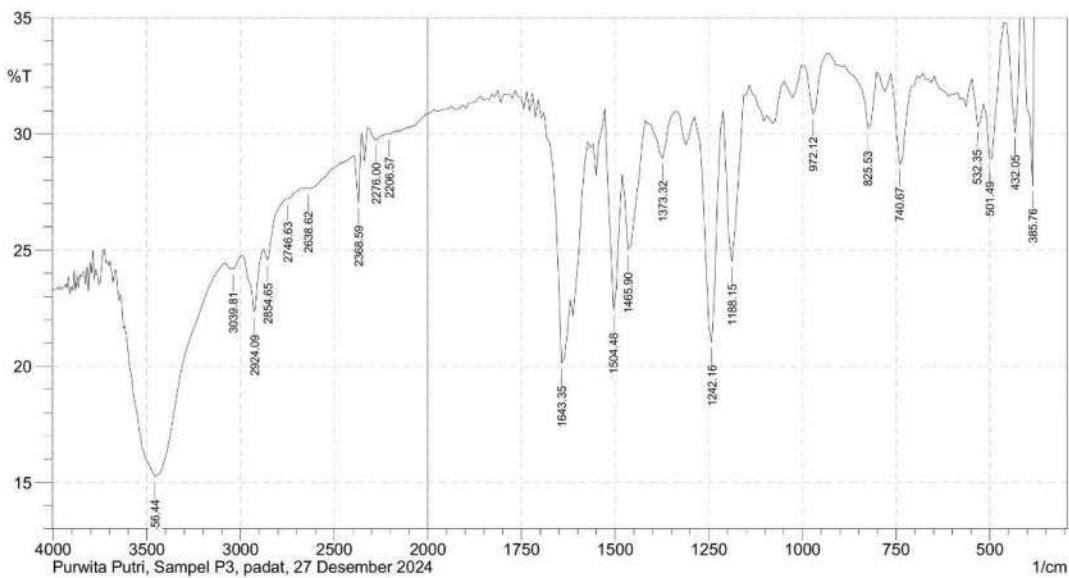


L.4.9.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

 SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA UGM

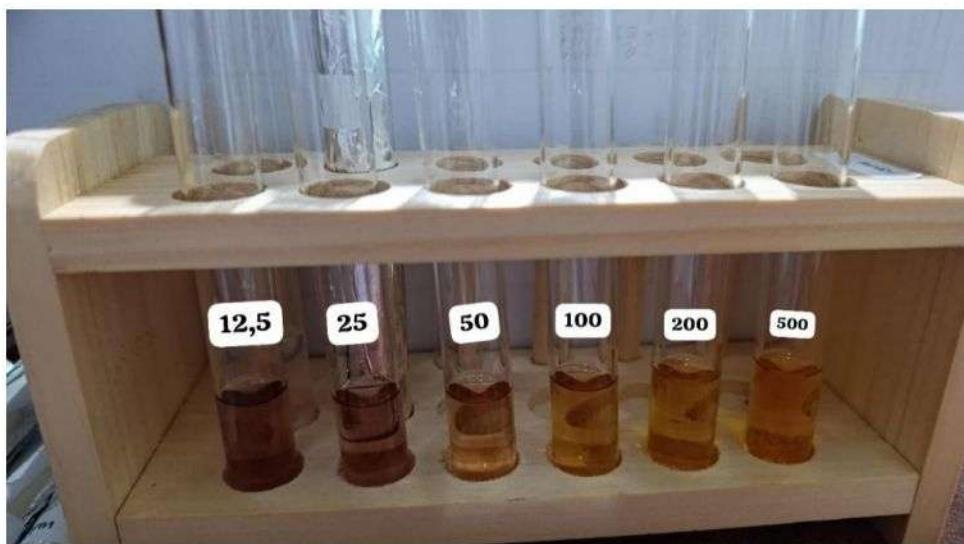


L.4.9.3 Metode Job's

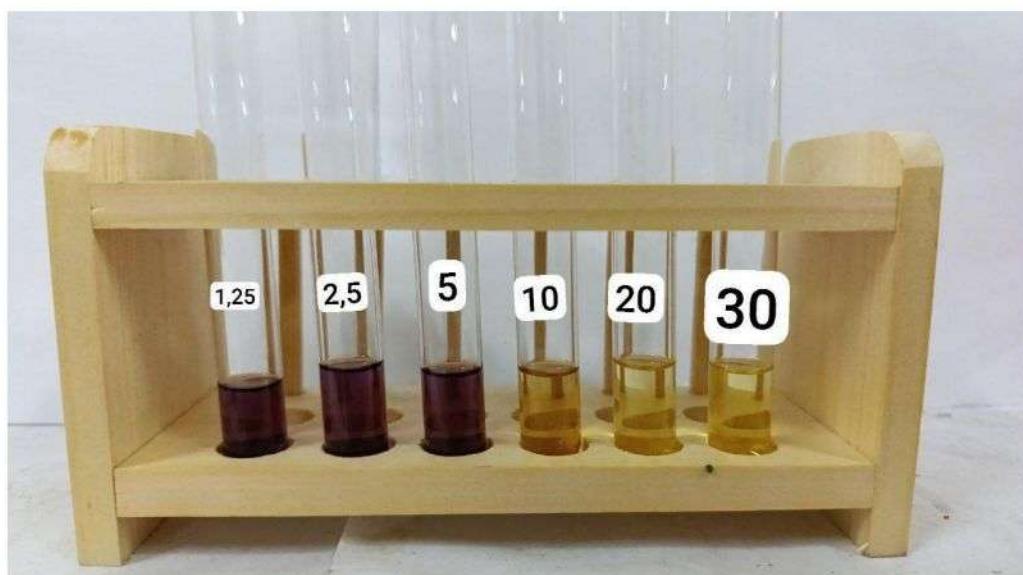


L.4.10 Uji Antioksidan

L.4.10.1 Uji Antioksidan Senyawa Kompleks

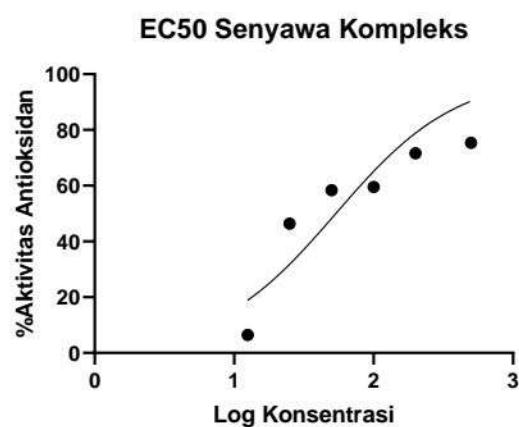


L.4.10.2 Uji Antioksidan Asam Askorbat

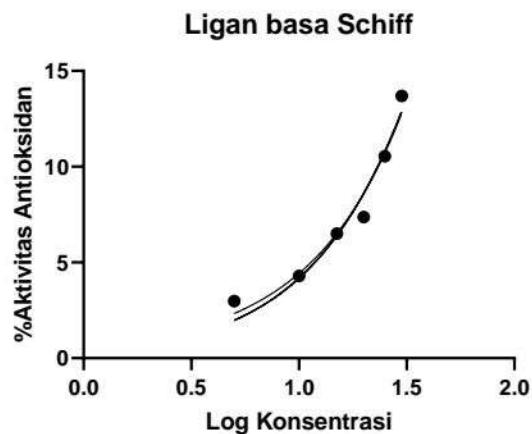


L.4.10.3 Grafik hasil uji antioksidan

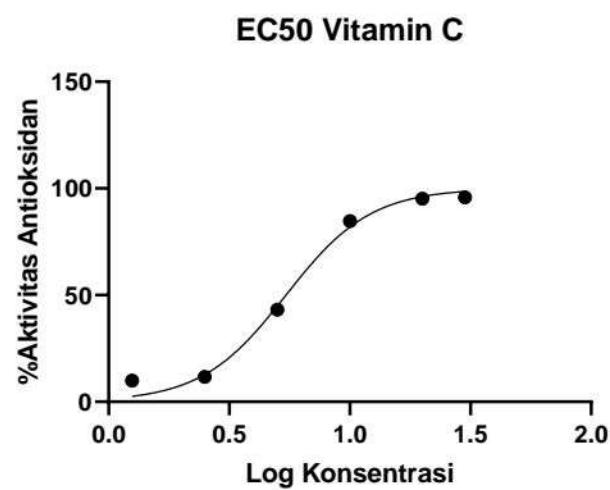
- Senyawa Kompleks



- Ligan basa Schiff



- Asam Askorbat



Lampiran 5. Jadwal Pelaksanaan Penelitian Skripsi

JADWAL PELAKSANAAN PENELITIAN SKRIPSI

Nama / NIM	:	Purwita Putri Mihdadiya / 210603110038
Nama Dosen Pembimbing Skripsi	:	Ahmad Hanapi, M.Sc
Judul Skripsi	:	SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF DARI REAKTAN o-VANILIN DAN p-TOLUIDINA

No	Kegiatan	Tanggal Kegiatan
	Pelaksanaan seminar proposal skripsi	21 Oktober 2024
	Disetujui oleh pembimbing skripsi untuk perijinan masuk di laboratorium	28 Oktober 2024
	Disetujui oleh ketua laboratorium dan ketua prodi untuk perijinan masuk laboratorium	28 Oktober 2024
	Mulai masuk laboratorium untuk mengumpulkan data penelitian skripsi	30 Oktober 2024
	Mulai proses penulisan pembahasan hasil data penelitian skripsi	24 Februari 2025
	Disetujui perijinan bebas tanggungan di laboratorium	08 Mei 2025
	Mengikuti ujian komprehensif tulis bidang kimia dan status lulus/tidak lulus	1. 26 Oktober 2024 (LULUS) 2. 3.
	Mengikuti ujian komprehensif tulis bidang agama dan status lulus/tidak lulus	1. 21 November 2024 (LULUS) 2. 3.
	Mendaftar seminar hasil	19 Maret 2025
	Pelaksanaan seminar hasil	16 April 2025
	Mendaftar ujian skripsi	10 Juni 2025
	Pelaksanaan ujian skripsi	18 Juni 2025
	Selesai revisi naskah setelah ujian skripsi	19 Juni 2025

Malang, 18 Juni 2025
Mengetahui,
Dosen Pembimbing Skripsi,

Ahmad Hanapi,M.Sc
NIP.198512252023211021

Lampiran 6. Anggaran Belanja Penelitian**ANGGARAN BELANJA PENELITIAN SKRIPSI**

Nama / NIM	:	Purwita Putri Mihdadiya / 210603110038
Nama Dosen Pembimbing Skripsi	:	Ahmad Hanapi, M.Sc
Judul Skripsi	:	SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF DARI REAKTAN <i>o</i>-VANILIN dan <i>p</i>-TOLUIDINA

No	Uraian	Merk	Volume	Satuan	Harga Satuan (Rp)	Jumlah (Rp)	Sumber Dana	Tempat Pembelian/ Analisa
1	<i>o</i> -Vanilin	Merck	1	2g	-	-	Subsidi	-
2	<i>p</i> -Toluidina	Merck	1	2g	-	-	Subsidi	-
3	Logam CuCl ₂ .2H ₂ O		4	3g	27.000	108.000	Mandiri	Sari Kimia
4	NaOH	Merck	1	5g	7.500	7.500	Mandiri	Duta Jaya
5	Etanol		8	100 mL	40.000	320.000	Mandiri	Duta Jaya
6	DPPH		1	50 mg	7.000	350.000	Mandiri	Sari Kimia
7	Aquades	Smart-Lab	1	5L	30.000	30.000	Mandiri	Duta Jaya
8	Vitamin C (Asam askorbat)	Merck	1	5g	60.000	60.000	Mandiri	Nura Gemilang
9	Analisa UV-Vis	Carry50	12	Sampel	2.000	24.000	Mandiri	Lab. Kimia UIN Malang
10	Analisa FTIR	Shimadzu	2	Sampel	83.000	166.000	Mandiri	Lab. Kimia UGM
11	Analisa GC-MS	Shimadzu	1	Sampel	305.000	305.000	Mandiri	Lab. Kimia UGM
12	Analisa Metode Job	Carry50	48	Sampel	2.000	96.000	Mandiri	Lab. Kimia UIN Malang
13	Analisa Antioksidan	Carry50	25	Sampel	2.000	50.000	Mandiri	Lab. Kimia UIN Malang
Total Pengeluaran					Rp. 1.516.000			

Malang, 18 Juni 2025
Mengetahui,
Dosen Pembimbing,

Ahmad Hanapi, M.Sc.
NIP.198512252023211021

Lampiran 7. Bukti Konsultasi Bimbingan

BUKTI KONSULTASI BIMBINGAN

Nama / NIM	:	Purwita Putri Mihdadiya / 210603110038
Nama Dosen Pembimbing Bidang Kimia	:	Ahmad Hanapi, M.Sc
Nama Dosen Pembimbing Bidang Integrasi	:	Dr. M. Mukhlis Fahruddin,M.S.I
Judul Skripsi	:	SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Cu(II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF DARI REAKTAN o-VANILIN DAN p-TOLUIDINA

BIDANG KIMIA

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Paraf Pembimbing
1.	15 Agustus 2024	Konsultasi Bab I	
2.	01 Oktober 2024	Acc Bab I, II, dan III	
3.	04 Maret 2025	Bimbingan Bab IV	
4.	17 Maret 2025	Bimbingan Bab V dan Lampiran	
5.	18 Maret 2025	Acc Seminar Hasil	
6.	24 April 2025	Revisi Seminar Hasil	
7.	04 Juni 2025	Acc Sidang Akhir	

BIDANG INTEGRASI SAINS ISLAM

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Paraf Pembimbing
1.	12 November 2024	Bimbingan Bab I dan II	
2.	14 Maret 2025	Bimbingan Bab IV	
3.	04 Juni 2025	Acc Sidang Akhir	