

**GREEN SYNTHESIS, KARAKTERISASI DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS
Ni (II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((P-TOLILIMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

Oleh:
INDAH NUR QOMARIYAH
NIM. 210603110034



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

**GREEN SYNTHESIS, KARAKTERISASI DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS
Ni (II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((P-TOLILIMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

Oleh:
INDAH NUR QOMARIYAH
NIM. 210603110034

**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**

**GREEN SYNTHESIS, KARAKTERISASI DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS
Ni (II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((P-TOLILIMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

Oleh:
INDAH NUR QOMARIYAH
NIM. 210603110034

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

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIP. 19890113 202321 1 028

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**



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

**GREEN SYNTHESIS, KARAKTERISASI DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS
Ni (II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((P-TOLILIMINO)METIL)FENOL**

SKRIPSI

Oleh:
INDAH NUR QOMARIYAH
NIM. 210603110034

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Pengaji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

Tanggal: 18 Juni 2025

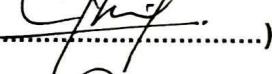
Ketua Pengaji : A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002


(.....)

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


(.....)

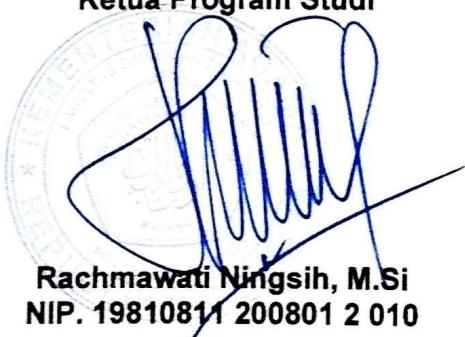
Anggota Pengaji II : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIP. 19851225 202321 1 021


(.....)

Anggota Pengaji III : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIP. 19890113 202321 1 028


(.....)

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**


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

HALAMAN PERSEMPAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamin.

Puji syukur kepada Allah SWT. atas segala kenikmatan yang telah diberikan dalam proses penyelesaian skripsi ini. Saya persembahkan skripsi saya yang masih jauh dari kata sempurna kepada:

Panutanku, Alm. Bapak Komaruddin. Banyak hal menyakitkan yang penulis lalui tanpa sosok seorang bapak, rasa iri dan rindu sering kali membuat penulis terjatuh tertampar realita. Terimakasih telah menjadi alasan kuat hingga saat ini sampai menyelesaikan skripsi ini. Pintu Surgaku, Ibu Uswatun Hasanah. Terimakasih sebesar-besarnya atas segala perjuangan, pengorbanan, semangat dan doa yang diberikan hingga saat ini. Terimakasih atas nasihat yang selalu diberikan meski terkadang pikiran kita tidak sejalan, terimakasih atas kesabaran dan kebesaran hati menghadapi penulis yang keras kepala. Ibu menjadi penguat dan pengingat paling hebat. Terimakasih sudah menjadi tempatku untuk pulang, bu.

Adik tersayang, Yazid Syahroni. Terimakasih sudah ikut serta dalam proses penulis menempuh pendidikan selama ini, terimakasih atas semangat, doa dan cinta yang selalu diberikan kepada penulis. Tumbuhlah menjadi versi paling hebat.

Seluruh dosen kimia UIN Malang khususnya Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc serta Bapak Oky Bagas Prasetyo M.Pd.I selaku pembimbing yang telah membimbing penulis dengan sabar dan memberikan motivasi untuk menyelesaikan skripsi ini. Kemudian kepada Bapak A. Ghananim Fasya M.Si dan Ibu Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech sebagai dosen penguji yang telah membimbing dan memberikan motivasi. Serta Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia dan Dosen wali yang telah membimbing dan memotivasi penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Teruntuk teman seperjuangan Purwita Putri Mihdadiya, Najwa Qotrunnada A., Nada Irsalina Fairuz S., Dhina Adhila Rahmasari dan tim basa Schiff, terimakasih atas segala motivasi, dukungan, pengalaman, waktu dan ilmu yang dijalani bersama selama perkuliahan. Terimakasih selalu menjadi garda terdepan di masa-masa sulit penulis. Terimakasih selalu mendengarkan keluh kesah penulis. Ucapan syukur kepada Allah SWT. karena telah memberikan teman-temanterbaik seperti kalian. *See you on top, gais!*

Kepada Akbardianto Dwi Farisandi, terimakasih atas dukungan, semangat, serta telah menjadi tempat berkeluh kesah, selalu ada dalam suka duka selama proses penyusunan skripsi ini. Terimakasih telah menjadi rumah yang tidak hanya berupa tanah dan bangunan. Terimakasih atas waktu, dan doa yang senantiasa dilangitkan, dan seluruh hal baik yang diberikan selama ini.

Terakhir untuk diri saya sendiri, Indah Nur Qomariyah atas segala kerja keras dan semangat sehingga tidak pernah menyerah dalam mengerjakan skripsi ini. Terima Kasih kepada diri saya sendiri yang sudah kuat melewati lika liku kehidupan hingga sekarang. Terimakasih untuk raga dan hati yang masih tetap tegar dan ikhlas hingga sekarang. Untuk kedepannya, mari lebih berkembang lagi menjadi pribadi yang lebih baik dari hari ke hari.

MOTTO

“Ketika aku melibatkan Allah dalam semua rencana dan impianku, dengan penuh keikhlasan dan keyakinan, aku percaya tidak ada yang tidak mungkin untuk diraih”

“Tidak semua anak perempuan itu putri kecil ayah,
sebagian besar prajurit ibu”

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Indah Nur Qomariyah
NIM : 210603110034
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : *Green Synthesis, Karakterisasi Dan Uji Antioksidan Senyawa Kompleks Ni(II) Dengan Ligand Basa Schiff 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metilfenol*

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

Malang, 18 Juni 2025



Indah Nur Qomariyah
NIM. 210603110034

KATA PENGANTAR

Puji Syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, nikmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi, diantaranya:

1. Prof. Dr. 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. Rachmawati Ningsih, M. Si selaku ketua Program Studi Kimia Fasultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang dan dosen wali yang memberikan motivasi kepada penulis untuk selalu berusaha dan berdoa dalam menyelesaikan skripsi ini.
4. Ahmad Hanapi, M.Sc dan Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk memberikan pengarahan dalam penyusunan skripsi ini dan pengalamannya yang berharga.
5. A. Ghanaim Fasya, M.Si dan Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech selaku dosen penguji yang telah memberikan arahan, kritik dan saran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
6. Seluruh Dosen Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu pengetahuan dan pengalamannya sebagai bekal bagi penulis.
7. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas dukungan dan motivasinya dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa pelaksanaan dan penulisan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penulis memohon maaf kepada seluruh pihak apabila terdapat kesalahan dalam penulisan. Semoga tulisan ini bermanfaat dan dapat menambah ilmu pengetahuan bagi pembaca.

Malang, 18 Juni 2025

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vii
MOTTO	ix
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI.....	xv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR GAMBAR.....	xix
DAFTAR LAMPIRAN.....	xxi
ABSTRAK	xxiii
ABSTRACT	xxv
الملخص	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 Nikel (Ni)	6
2.3 Senyawa Kompleks Ni (II) dengan Ligan Basa Schiff	7
2.4 Sintesis Senyawa Kompleks Menggunakan Metode Penggerusan	8
2.5 Karakterisasi Ligan dan Kompleks	9
2.5.1 Karakterisasi Ligan Basa Schiff dan Kompleks Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis	9
2.5.2 Karakterisasi Ligan Basa Schiff dan Kompleks Menggunakan Spektrofotometer FTIR	10
2.5.3 Karakterisasi Senyawa Menggunakan $^1\text{H-NMR}$	11
2.5.4 Penentuan perbandingan jumlah ligan dan logam menggunakan metode variasi kontinyu (Job)	12
2.6 Uji Aktivitas Antioksidan menggunakan Metode DPPH.....	13
2.7 Sintesis Senyawa Kompleks Ni(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((<i>p</i> -tolilimino)metil)fenol Menggunakan Metode Penggerusan	14
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	 17
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.3 Rancangan Penelitian.....	17
3.5 Prosedur Penelitian	18
3.5.1 Sintesis ligan basa Schiff menggunakan metode penggerusan	18
3.5.2 Uji Sifat Fisika Ligan Basa Schiff menggunakan MPA.....	18
3.5.3 Uji Sifat Kimia Produk Sintesis dengan Larutan NaOH 2M	19
3.5.4 Karakterisasi Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-(<i>p</i> -tolilimino)metil)fenol.....	19
3.5.6 Karakterisasi senyawa kompleks menggunakan UV-Vis.....	20
3.5.7 Karakterisasi senyawa kompleks menggunakan FTIR	20
3.5.8 Penentuan perbandingan jumlah ligan dan logam menggunakan metode variasi kontinyu.....	20
3.5.9 Uji Aktivitas Antioksidan Metode DPPH	21
3.6 Analisis Data.....	22

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Sintesis Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((<i>p</i> -tolilimino)metil)fenol	23
4.2 Uji Sifat Kimia Ligan Basa Schiff 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 Ni(II)	31
4.6 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis	32
4.6.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis	32
4.6.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR	33
4.6.3 Penentuan Perbandingan Jumlah Ligan dan Logam dengan Menggunakan Metode Variasi Kontinyu (Job)	36
4.6.4 Prediksi Struktur Senyawa Kompleks	37
4.6.5 Uji Aktivitas Antioksidan Produk Hasil Sintesis	38
4.7 Sintesis Ligan 2-metoksi-6-((<i>p</i> -tolilimino)metil)fenol dan Senyawa Kompleks Basa Schiff-Ni(II) Menggunakan Metode Penggerusan.....	41
BAB V PENUTUP	43
5.1 Kesimpulan	43
5.2 Saran	43
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	51

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Tingkat kekuatan antioksidan berdasarkan nilai EC ₅₀	14
Tabel 3.1 Variasi volume garam dan ligan pada metode variasi kontinu.....	21
Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisik reaktan dan produk hasil sintesis	24
Tabel 4.2 Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk sintesis	26
Tabel 4.3 Sifat fisik produk sintesis.....	31
Tabel 4.4 Hasil analisa UV-Vis dari ligan dan senyawa kompleks.....	32
Tabel 4.5 Hasil interpretasi spektra FTIR produk sintesis	35
Tabel 4.6 Nilai persen aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II)	40
Tabel 4.7 Nilai EC ₅₀ senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) dan senyawa pembanding	40

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Reaksi sintesis basa schiff dari o-vanilin dan p-toluidina	5
Gambar 2.2 Hibridisasi Ni ²⁺ dengan ligan basa schiff	7
Gambar 2.3 Pembentukan senyawa kompleks basa Schiff dengan logam Ni	8
Gambar 2.4 Sintesis ligan basa Schiff dan senyawa kompleks	8
Gambar 2.5 Spektra ¹ H-NMR produk sintesis	13
Gambar 2.6 Grafik hasil variasi kontinyu	13
Gambar 2.7 Reaksi Antioksidan dengan radikal DPPH	13
Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff.....	23
Gambar 4.2 Reaksi Asam Basa Bronsted-Lowry pada senyawa ligan dan senyawa NaOH.24	
Gambar 4.3 Hasil uji sifat kimia ligan basa schiff dalam larutan NaOH 2M.....	25
Gambar 4.4 Spektra hasil karakterisasi reaktan dan produk menggunakan FTIR	26
Gambar 4.5 Kromatogram produk sintesis	27
Gambar 4.6 Spektra massa produk sintesis	27
Gambar 4.7 Pola fragmentasi senyawa 2-metoksi-6-((p-tolylimino)metil)fenol	30
Gambar 4.8 Hasil penggerusan	31
Gambar 4.9 Spektra UV-Vis produk sintesis	32
Gambar 4.10 Perbandingan Spektra FTIR ligan dan senyawa kompleks	34
Gambar 4.11 Grafik hasil metode variasi kontinyu (job)	37
Gambar 4.12 Dugaan struktur senyawa kompleks [Ni(II)(C ₁₅ H ₁₅ NO ₂) ₂].....	37
Gambar 4.13 Spektrum UV-Vis radikal DPPH.....	38
Gambar 4.14 Dugaan reaksi antara senyawa kompleks dengan radikal DPPH	39

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian.....	51
Lampiran 2 Diagram Alir.....	52
Lampiran 3 Perhitungan.....	57
Lampiran 4. Dokumentasi.....	69

ABSTRAK

Qomariyah, Indah N. 2025. GREEN SYNTHESIS, KARAKTERISASI DAN UJI ANTIOKSIDAN SENYAWA KOMPLEKS Ni (II) DENGAN LIGAN BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((P-TOLILIMINO)METIL)FENOL. Proposal Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I

Kata kunci: Sintesis, *o*-Vanilin, *p*-Toluidina, Ligan Basa Schiff, Kompleks Ni(II), Antioksidan

Senyawa basa Schiff merupakan golongan senyawa yang dihasilkan dari reaksi kondensasi antara amina primer dengan senyawa karbonil. Senyawa basa schiff juga dapat berfungsi sebagai ligan pada pembentukan senyawa kompleks. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakter serta aktivitas antioksidan senyawa kompleks Ni(II) dengan ligan basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina.

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

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol memiliki warna jingga berbentuk padatan dan memiliki titik leleh sebesar 94-96°C. Uji sifat kimia menghasilkan ligan basa Schiff tidak larut dalam akuades dan larut sempurna dalam larutan NaOH 2M dengan hasil berwarna kuning. Hasil karakterisasi ligan basa Schiff menggunakan FTIR diperoleh 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-Ni(II) pada ulangan 1; 2 dan 3 masing-masing memiliki karakter fisik berbentuk padatan berwarna merah tua, serta titik leleh sebesar 110-113°C; 110-112°C dan 110-112°C. karakterisasi menggunakan UV-Vis menunjukkan antara senyawa kompleks dan ligan terjadi pergeseran panjang gelombang serta munculnya transisi d-d pada panjang gelombang 636 nm dan 637 nm. Hal ini diperkuat dengan hasil analisis FTIR yang menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang dari ligan menjadi senyawa kompleks pada gugus imina (C=N) sebesar 1620 cm⁻¹ menjadi 1643 cm⁻¹ puncak baru yang muncul pada 455 cm⁻¹ (Ni-N) dan 524 cm⁻¹(Ni-O) yang menunjukkan adanya ikatan koordinasi antara ligan dan logam. Uji kuantitatif metode Job menghasilkan perbandingan mol logam dan ligan pada senyawa kompleks yaitu 1:2, dimana logam Ni(II) dapat berikatan dengan 2 ligan. Hasil uji aktivitas antioksidan pada kompleks basa Schiff diperoleh nilai EC₅₀ = 102,3 ppm.

ABSTRACT

Qomariyah, Indah N. 2025. GREEN SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND ANTIOXIDANT TEST OF Ni(II) COMPLEX COMPOUNDS WITH SCHIFF BASE LIGANDS 2-METHOXY-6-((P-TOLYLIMINO)METHYL)PHENOL Thesis Proposal. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc; Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I

Keywords: Synthesis, *o*-Vanillin, *p*-Toluidine, Schiff Base Ligand, Ni(II) Complex, Antioxidant.

Schiff base compounds are a class of compounds produced from the condensation reaction between primary amines and carbonyl compounds. Schiff base compounds can also function as ligands in the formation of complex compounds. This study aims to investigate the characteristics and antioxidant activity of the Ni(II) complex with a Schiff base derived from *o*-vanillin and *p*-toluidine.

In this study, the synthesis of the Ni(II) complex with the Schiff base ligand from *o*-vanillin and *p*-toluidine will be conducted. The synthesis of the Schiff base ligand and the Ni(II) complex is carried out using the grinding method. The synthesized Schiff base will be tested for its physical and chemical properties. Physical properties include form, color, and melting point using a Melting Point Apparatus (MPA), while chemical properties include solubility in 2M NaOH and distilled water. Characterization of the Schiff base ligand will be performed using UV-Vis spectrophotometry, FTIR, and GC-MS. As for the complex compound, physical properties including form, color, and melting point will also be examined using MPA. Characterization of the complex compound product will be carried out using UV-Vis, FTIR, and the continuous variation method (Job's method). Antioxidant testing for both the complex compound and its Schiff base ligand will be conducted using the DPPH method.

The results of this study indicate that the Schiff base ligand 2-methoxy-6-((*p*-tolylimine)methyl)phenol is an orange-colored solid with a melting point of 94–96°C. Chemical property testing showed that the Schiff base ligand is insoluble in distilled water but completely soluble in 2M NaOH solution, resulting in a yellow solution. Characterization of the Schiff base ligand using FTIR revealed a characteristic absorption band of the imine group at 1620 cm⁻¹. GC-MS analysis showed a single peak with a molecular ion (*m/z*) of 241 and 100% purity, indicating the successful formation of the synthesized product. Furthermore, the synthesized Schiff base-Ni(II) complex in three replicates exhibited dark red solid physical characteristics with melting points of 110–113°C; 110–112°C and 110–112°C, respectively. UV-Vis spectroscopy characterization revealed a shift in wavelength between the ligand and the complex, along with the appearance of a d-d transition at 636 nm and 637 nm. These findings were supported by FTIR analysis, which showed a shift in the imine group (C=N) absorption from 1620 cm⁻¹ in the ligand to 1643 cm⁻¹ in the complex, along with the appearance of new peaks at 455 cm⁻¹ (Ni–N) and 524 cm⁻¹ (Ni–O), indicating the formation of coordination bonds between the ligand and the metal ion. Quantitative analysis using the Job's method indicated a metal-to-ligand molar ratio of 1:2 in the complex, showing that one Ni(II) ion coordinates with two ligand molecules. The antioxidant activity test of the Schiff base complex yielded an EC₅₀ value of 102.3 ppm.

الملخص

قمرية، إنداه. ن. ٢٠٢٥. التخليق الأخضر، التوصيف واختبار مضادات الأكسدة لمركبات معقدات النيكل (II) مع ربيطات قاعدة شيف -٢- ميشوكسي -٦- ((بارا-توليليمينو) ميثيل) فينول. أطروحة. برنامج دراسة الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبرهيم مالنج. المشرف الأول: أحمد حنفي، ماجستير العلوم. المشرف الثاني: أوكي باغاس براسيتيتو، ماجستير في التربية الإسلامية.

الكلمات الرئيسية: التخليق، أو-فانيلين، بارا-تولويدين، ربيطة قاعدة شيف، معقد النيكل الثنائي، مضاد للأكسدة

مركبات قاعدة شيف هي مجموعة من المركبات الناتجة عن تفاعل التكثيف بين الأمينات الأولية ومركبات الكربونيل. يمكن لمركبات قاعدة شيف أيضًا أن تعمل كريبيطة في تكوين المركبات المعقدة. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد طبيعة ونشاط مضادات الأكسدة لمركب معقد النيكل (II) مع ربيطات قاعدة شيف من أو-فانيلين و بارا- توليدين.

في هذه الدراسة تم إجراء تحضير مركبات معقدة من نيكل (II) مع ربيطات قاعدة شيف من أو-فانيلين و بارا- توليدين. تم إجراء تحضير مركبات ربيطات قواعد شيف ومجمعات النيكل (II) باستخدام طريقة الطحن. تم اختبار نتائج تركيب قاعدة شيف من حيث الخصائص الفيزيائية والكميائية. تتضمن الخصائص الفيزيائية الشكل واللون ونقطة الانصهار باستخدام جهاز نقطة الانصهار (MPA). وفي الوقت نفسه، تشمل الخصائص الكيميائية التذوبان في NaOH 2M والماء المقطر. توصيف مركبات ربيطات قاعدة شيف باستخدام مطياف UV-Vis، GC-MS FTIR.

وفي الوقت نفسه، بالنسبة للمتجانسات المركبة المعقدة، يتم اختبار الخصائص الفيزيائية بما في ذلك الشكل واللون ونقطة الانصهار باستخدام جهاز نقطة الانصهار (MPA). تم إجراء توصيف المنتجات المركبة المعقدة باستخدام طرق FTIR، UV-Vis، و التغير المستمر (Job). وبعد ذلك، تم إجراء اختبارات مضادات الأكسدة للمركبات المعقدة وربطاً ذات القاعدة شيف باستخدام طريقة DPPH.

تشير نتائج هذه الدراسة إلى أن ربيطة قاعدة شيف -٢- ميشوكسي -٦- ((بارا-توليليمينو) ميثيل) فينول لها لون برتقالي على شكل مادة صلبة ودرجة انصهارها ٩٤-٩٦ درجة مئوية. أثبتت اختبارات الحواص الكيميائية ربيطات قاعدة شيف التي كانت غير قابلة للذوبان في الأكسدة وقابلة للذوبان بشكل كامل في محلول NaOH 2M ذو اللون الأصفر. أظهرت نتائج توصيف ربيطة قاعدة شيف باستخدام FTIR امتصاصًا غودجيًا لقاعدة شيف على شكل مجموعة يمين عند رقم موجي ١٦٢٠ سم⁻¹ والتوصيف GC-MS على قمة واحدة مع أيون جزيئي (m/z) ٢٤١ بنقاء ١٠٠٪ مما يشير إلى أن المنتج الناتج قد تم تشكيله. علاوة على ذلك، نتائج البحث على مركب معقد قاعدة شيف- نيكل (II) في التكرار ٢٤١ و ٣- لكل منها خصائص فيزيائية في شكل صلبة حمراء داكنة، ونقطة انصهار تتراوح بين ١١٠-١١٣ درجة مئوية؛ ١١٠ درجة مئوية و ١١٢ درجة مئوية. يظهر التوصيف باستخدام UV-Vis وجود تحول في الطول الموجي بين المركب المعقد والربيطة، وظهور انتقال d-d عند أطوال موجية ٦٣٦ نانومتر و ٦٣٧ نانومتر. و يتعزز ذلك من خلال نتائج تحليل FTIR التي تظهر تحولاً في الرقم الموجي من الربيطة إلى المركب المعقد في مجموعة الإيمين (C=N) من ١٦٢٠ سم⁻¹ إلى ١٦٤٣ سم⁻¹، وتظهر ذروة جديدة عند ٤٥٥ سم⁻¹ (Ni-N) و ٥٢٤ سم⁻¹ (Ni-O)، مما يدل على وجود رابطة تنسيق بين الربيطة والمعدن. يؤدي الاختبار الكمي لطريقة جوب إلى إنتاج نسبة مولية من المعدن والربيط في المركب المعقد ١:٢، حيث يمكن للمعدن نيكل (II) أن يرتبط بربطتين. وقد أظهرت نتائج اختبار النشاط المضاد للأكسدة على مركب قاعدة شيف الحصول على قيمة إي سي ٥٠٪ بلغ ١٠٢,٣ جزء في المليون .

BAB I **PENDAHULUAN**

1.1 Latar Belakang

Senyawa basa Schiff merupakan golongan senyawa yang dihasilkan dari reaksi kondensasi antara amina primer dengan senyawa karbonil. Senyawa basa Schiff memiliki karakteristik struktur dengan adanya gugus imina. Senyawa basa Schiff telah banyak dilaporkan memiliki berbagai aktivitas biologis seperti antijamur (Ashraf, dkk., 2011), antitumor, antituberkolosis (Anand, dkk., 2012), antibakteri (Chaluvaraju dan Zaranappa, 2011; Bhai, dkk., 2014). Senyawa basa schiff juga dapat berfungsi sebagai ligan pada pembentuk senyawa kompleks.

Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol merupakan senyawa basa Schiff yang dihasilkan dari reaksi antara *o*-vanilin dan *p*-toluidina (Fitri, 2020). Ligan tersebut menunjukkan sifat toksitas dan antioksidan meskipun lemah (Hanapi, 2024), sehingga berpotensi untuk diteliti lebih lanjut termasuk kemampuannya dalam membentuk senyawa kompleks dengan logam. Ligan basa Schiff tersebut juga mengandung atom donor (N, dan O) yang membuat aktif secara biologis dan khelasi logam yang sangat baik. Kemudahan basa Schiff membentuk kompleks hampir dengan berbagai ion logam khususnya logam transisi menjadikan ligan basa Schiff sebagai bagian dalam pengembangan penelitian bidang kimia anorganik (Abu-Dief dkk, 2015).

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang disintesis dari ligan dengan ion logam. Salah satu ligan yang dapat digunakan untuk senyawa kompleks adalah basa Schiff. Beberapa ligan basa Schiff mengandung gugus hidroksil (OH) yang mampu membentuk cincin khelat dalam senyawa kompleks dengan kestabilan yang cukup baik. Serta berpotensi untuk membentuk kompleks yang stabil dengan ion logam transisi, sehingga basa Schiff sering digunakan sebagai ligan untuk kompleksasi ion logam (Chasanah dkk., 2015). Senyawa basa Schiff mempunyai gugus azometin yang dapat bertindak sebagai ligan netral pada logam transisi, terutama Ni (II), Cu (II), Co (II) dan Fe (II) sebagai akseptor (Sembiring dkk., 2013).

Nikel merupakan salah satu logam transisi dengan konfigurasi elektron 3d⁸ dan banyak digunakan sebagai nikel (II) dalam senyawa kompleks. Nikel biasanya bersifat dipositif dalam senyawanya, tetapi juga dapat berada dalam keadaan oksidasi 0, 1+, 3+, dan 4+. Selain senyawa atau garam nikel, nikel dapat membentuk berbagai senyawa koordinasi (Hasan, dkk., 2016). Ion logam Ni (II) yang merupakan atom pusat akan membentuk senyawa kompleks dengan ligan basa Schiff yang beragam geometri, sifat magnet, dan warna yang beragam, serta ada yang menunjukkan efek termokromik (Alti, 2016). Dalam bidang kimia bioanorganik, logam nikel menjadi semakin diminati karena nikel bersifat antimikroba. Hal ini dipengaruhi aktifitas penghambat ion-ion logam pada geometri kompleks ligan dan logam (Naik dkk.,

2002). Kompleks basa Schiff mempunyai banyak manfaat dalam berbagai bidang salah satunya sebagai antioksidan (Tadele, 2017). Sounni, dkk, (2023) melakukan uji antioksidan dengan menggunakan metode DPPH pada senyawa kompleks Co(II), Fe(II), Zn(II), Cu(II), dan Ni(II) dengan ligan *N,N'-bis(salicylidene)-2,2-dimethyl-1,3-diaminopropane* yang menghasilkan bahwa aktivitas antioksidan kompleks basa Schiff jauh lebih baik daripada ligan basa Schiff. Tadele (2017) juga melakukan uji antioksidan menggunakan ligan basa Schiff (3E)-3-[2-({(E)-[1-(2,4-dihydroxyphenyl)ethylidene]amino}ethyl)imino]-1-phenylbutan-1one dengan kompleks logam [Co(II), Ni(II), Zn(II), Cu(II)] menggunakan metode DPPH yang menunjukkan hasil bahwa kompleks logam (II) menunjukkan aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan basa Schiff bebas. Awolope dkk. (2023) juga melakukan uji antioksidan dengan ligan 4,4'-{ethane-1,2-diylbis[nitrilo(Z)methylylidene]}bis(2-methoxyphenol) dan kompleksnya VO, Zr, Co, Ni, Cu, menggunakan metode DPPH yang menghasilkan bahwa kandungan antioksidan pada kompleks Ni lebih baik dibandingkan dengan ligan basa Schiff dengan nilai IC₅₀ kompleks NiSV sebesar 3,56 ± 1,91 µg/mL dan IC₅₀ ligan SV sebesar 5,59 ± 1,16 µg/mL. Sehingga dapat disimpulkan bahwa aktivitas kompleks basa Schiff lebih baik daripada ligannya.

Senyawa kompleks basa Schiff dapat disintesis menggunakan metode *green synthesis* yang ramah lingkungan. Metode *green synthesis* diantaranya meliputi metode tanpa menggunakan pelarut (metode penggerusan), sintesis dengan menggunakan pelarut air maupun sintesis dengan menggunakan katalis alami. Sintesis ramah lingkungan dengan metode penggerusan memiliki beberapa kelebihan yaitu sederhana, cepat dan murah, hemat energi karena dapat dilakukan pada suhu ruang, mengurangi pemakaian bahan kimia, mengurangi pembentukan produk samping yang berbahaya bagi lingkungan, serta rendemen yang diperoleh tinggi. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam surah al A'raf ayat 56 yang berbunyi:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمْعًا إِنَّ رَحْمَةَ اللَّهِ فَرِبْتُ مِنَ الْمُحْسِنِينَ

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

Ayat di atas menjelaskan bahwa alam raya telah diciptakan Allah swt. dalam keadaan yang sangat harmonis, serasi, dan memenuhi kebutuhan makhluk. Allah telah menjadikannya baik, bahkan memerintahkan hamba-hamba-Nya untuk memperbaikinya. Salah satu bentuk perbaikan yang dilakukan Allah, adalah dengan mengutus para nabi untuk meluruskan dan memperbaiki kehidupan yang kacau dalam masyarakat. Siapa yang tidak menyambut kedatangan rasul, atau menghambat misi mereka, maka dia telah melakukan salah satu bentuk pengrusakan di bumi. Merusak setelah diperbaiki, jauh lebih buruk daripada merusaknya sebelum diperbaiki, atau pada saat dia buruk. Karena itu, ayat di atas secara

tegas menggaris bawahi larangan tersebut, walaupun tentunya memperparah kerusakan atau merusak yang baik juga amat tercela (Shihab, 2002). Hakikat diciptakannya manusia dengan kelengkapan alam semesta semata-mata untuk menyembah Allah. Agar manusia mendapatkan kedudukan yang tinggi, maka manusia dituntut untuk bertanggung jawab terhadap perbuatannya. Allah SWT juga memerintahkan ummatnya melaksanakan ibadah dengan baik, maka akan memperoleh balasan yang baik pula. Dalam hal ini, Allah juga menyeru untuk berbuat baik dalam segala hal dan mengharamkan berbuat jahat dalam segala hal (Rohman dan Ahsan, 2022).

Sani (2017) telah mensintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan *N,N'-Di(1-naphthyl)phthalamide* dan logam Ni (II) dengan menggunakan metode penggerusan selama 30 menit menghasilkan rendemen sebesar 91,4%. Mumtazah (2024) melakukan sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan 2-Metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dan logam Fe (II) menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu 10, 20 dan 30 menit. Produk sintesis variasi 10 menit menghasilkan rendemen sebesar 97,53% berwarna coklat. Dinesh Karthik dkk. (2020) juga mensintesis kompleks basa Schiff menggunakan ligan dari reaktan tirosin dan isoleusin dengan 2,4-dihidroksibenzaldehida dan logam Cu(II). Metode yang digunakan adalah metode penggerusan dan menghasilkan kompleks basa Schiff dengan logam Cu(II) berupa padatan berwarna hijau kebiruan.

Berdasarkan uraian di atas, senyawa kompleks basa Schiff dapat disintesis dengan metode ramah lingkungan dan memiliki berbagai potensi bioaktivitas. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa kompleks Ni (II) dengan ligan basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina dengan teknik *green synthesis* menggunakan metode penggerusan. Produk kompleks basa Schiff yang disintesis kemudian diidentifikasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectrofotometer*) dan metode Job atau variasi kontinyu. Produk sintesis akan diuji aktivitasnya sebagai antioksidan menggunakan metode DPPH dan dianalisis nilai aktivitasnya menggunakan nilai IC₅₀.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakter senyawa kompleks basa Schiff yang disintesis dari ligan 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metil)fenol dengan logam Ni (II) menggunakan metode penggerusan?
2. Bagaimana aktivitas antioksidan produk kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dengan logam Ni (II)?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui karakter senyawa kompleks basa Schiff yang disintesis dari ligan 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metil)fenol dengan logam Ni (II) menggunakan metode penggerusan

2. Untuk mengetahui aktivitas antioksidan produk kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-[*(p*-tolilimino)metil]fenol dengan logam Ni (II)

1.4 Batasan Masalah

1. Ligan yang digunakan ligan basa Schiff 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metil)fenol
2. Sintesis kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metil)fenol dengan garam $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilakukan dengan metode penggerusan.
3. Reaktan yang digunakan untuk mensintesis senyawa kompleks basa Schiff adalah 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metil)fenol dan garam $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan mol 2 : 1
4. Uji aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff menggunakan metode DPPH.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberi informasi tentang sintesis kompleks Ni (II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metil)fenol dengan metode penggerusan yang efektif, tidak membutuhkan waktu lama serta ramah lingkungan. Penelitian ini juga diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai senyawa kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metil)fenol dan logam Ni(II), serta memberikan informasi mengenai potensi antioksidan terhadap radikal bebas DPPH.

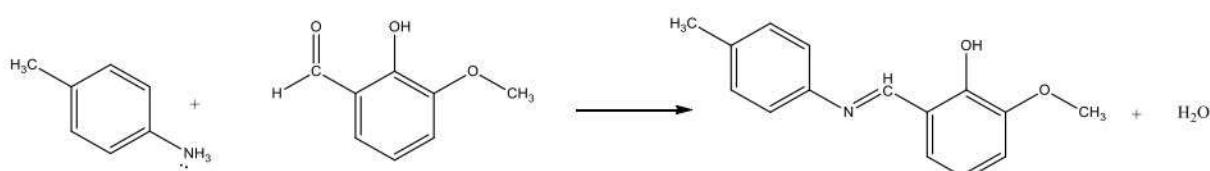
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

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

Basa Schiff merupakan golongan senyawa organik yang dikenal sebagai senyawa azometin atau imina karena adanya ikatan rangkap antara karbon dan nitrogen, $\text{RHC=NR}'$, dimana R dan R' adalah alkil, siklo alkil, aril atau golongan heterosiklik. Senyawa basa Schiff terbentuk dari kondensasi amina primer dan karbonil yang pertama kali disintesis oleh Hugo Schiff seorang kimiawan asal Jerman pada tahun 1864. Senyawa karbonil bisa dari gugus aldehida maupun keton (Xavier & Srividhya, 2014).

Terdapat dua tahapan reaksi pembentukan basa Schiff. Pertama, adisi gugus karbonil yang bersifat parsial positif oleh amina primer. Kedua, terbentuknya gugus azometin dari pelepasan molekul air. Basa Schiff dengan gugus aldehida lebih mudah terbentuk dibandingkan dengan gugus keton. Hal ini dikarenakan senyawa dengan gugus keton lebih sterik daripada gugus aldehida. Produk basa Schiff yang terbentuk dari aldehida aromatik lebih stabil karena memiliki sistem konjugasi, berbeda dengan basa Schiff dari aldehida alifatik yang tidak stabil dan mudah berpolimerisasi (Chigurupati, 2015; Hart, 2012).

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 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 $\text{C}=\text{N}$. Persamaan reaksinya dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Reaksi sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina (Nadhiroh, 2020)

Basa Schiff merupakan ligan Flexi-dentate. Umumnya, basa Schiff adalah ligan kelat di, tri atau tetridentat sehingga menghasilkan kompleks yang sangat stabil dengan ion logam. Berbagai macam senyawa basa Schiff dan sifatnya dipelajari karena senyawa ini memiliki struktur yang sangat fleksibel dan beragam. Ligan basa Schiff memiliki fungsi penting dalam bidang kimia, terutama dalam pengembangan senyawa kompleks basa Schiff yang sangat stabil (Faghih dkk, 2018).

Ligan 2-metoksi-6-[(p-tolilimino)metil]fenol merupakan ligan dengan rumus molekul C₁₅H₁₅NO₂ yang memiliki gugus azometin dan gugus hidroksi. Senyawa tersebut berupa padatan berwarna jingga dengan berat molekul 241,28 g/mol dan titik lebur 94-96 °C. Selain itu, ligan 2-metoksi-6-[(p-tolilimino)metil]fenol juga menunjukkan aktivitas antibakteri (Yu dkk, 2009), antioksidan dan bersifat toksik (Nadhiroh, 2020). Ketika dibentuk senyawa kompleks dengan ligan 2-metoksi-6-[(p-tolilimino)metil]fenol, maka kompleks tersebut menunjukkan aktivitas antibakteri yang lebih kuat daripada ligan bebasnya (Yu dkk, 2009), sehingga kemampuan ligan tersebut dalam membentuk senyawa kompleks memiliki potensi untuk dipelajari lebih lanjut sifat-sifatnya.

2.2 Logam Nikel (Ni)

Logam nikel (Ni) merupakan logam yang mempunyai nomor atom 28 dan massa atom 58,69. Dalam Sistem Periodik Unsur (SPU), nikel terletak pada periode IV golongan VIII B. Nikel mempunyai titik leleh pada 1455°C dan bersifat sedikit magnetis (Svehla, 1979). Nikel adalah logam yang berwarna putih perak mengkilat, keras dan lentur. Logam ini mempunyai sifat tidak berubah jika terkena udara serta tahan terhadap oksidasi (Cotton, 1989). Dalam keadaan ion logam, nikel(II) lebih stabil karena pada nikel(I) dan nikel(0) mudah teroksidasi dan nikel (III) mudah tereduksi menjadi nikel(II) sedang untuk nikel(IV) jarang ditemukan (Lee, 1991).

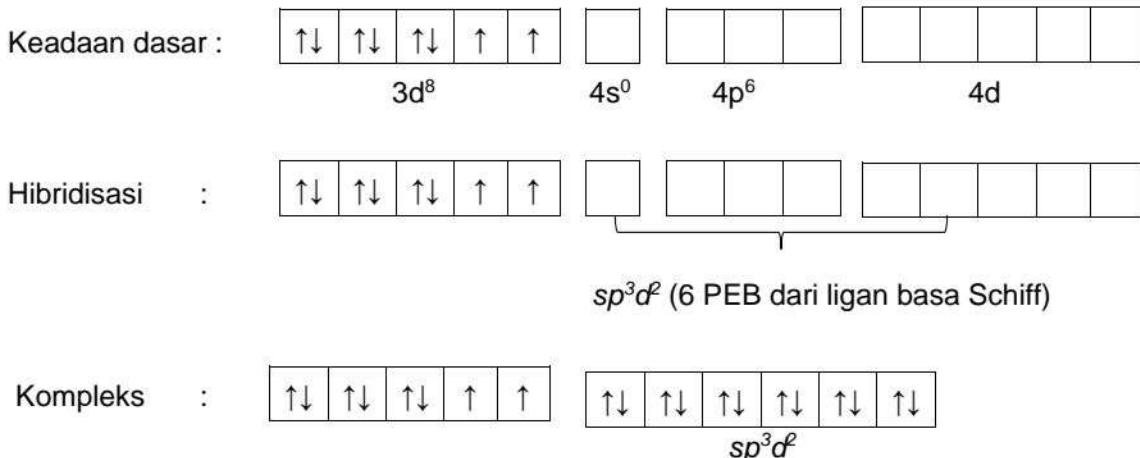
Dalam perkembangannya, Ni(II) dapat berperan sebagai atom pusat yang menerima pasangan elektron bebas dari ligan basa Schiff sehingga keduanya mengalami koordinasi dan membentuk suatu geometri kompleks. Bentuk kompleks nikel(II) pada umumnya berbentuk oktahedral atau bujur sangkar (*square planar*) (Lee, 1991). Pembentukan senyawa kompleks melibatkan reaksi antara asam Lewis (atom pusat) dengan basa-basa Lewis (ligan-ligan) melalui ikatan kovalen koordinasi (Effendy, 2007). Ikatan kovalen terjadi karena adanya tumpang tindih antara orbital kosong logam dengan orbital ligan yang berupa molekul atau ion yang mempunyai pasangan elektron bebas (Day, dkk., 1985). Dalam ikatannya dengan ligan-ligan, atom pusat menggunakan orbital-orbital hibrida yang diperoleh dari proses hibridisasi, yaitu proses pembentukan orbital-orbital hibrida dengan tingkat energi yang sama melalui kombinasi linear orbital-orbital atom dengan tingkat energi yang berbeda (Effendy, 2007). Hibridisasi Ni(II) dengan ligan pada kompleks oktahedral dapat dilihat pada gambar 2.2.



$\uparrow\downarrow$	$\uparrow\downarrow$	$\uparrow\downarrow$	\uparrow	\uparrow	$\uparrow\downarrow$
3d ⁸				4s ²	
$\uparrow\downarrow$	$\uparrow\downarrow$	$\uparrow\downarrow$	\uparrow	\uparrow	
3d ⁸				4s ⁰	



Ni^{2+} dengan ligan membentuk kompleks

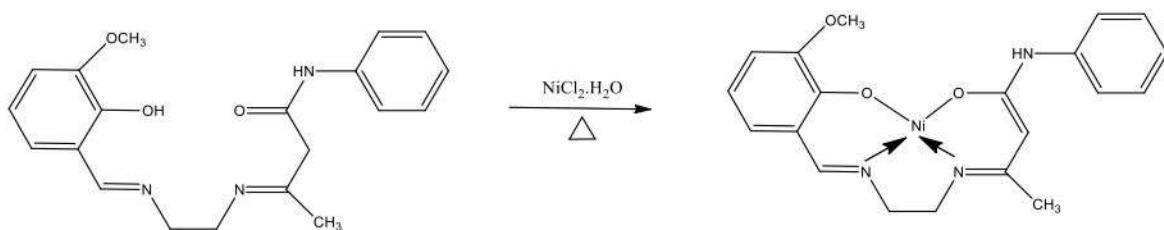


Gambar 2.2 Hibridisasi Ni^{2+} dengan ligan membentuk kompleks (Bulut, dkk., 2009)

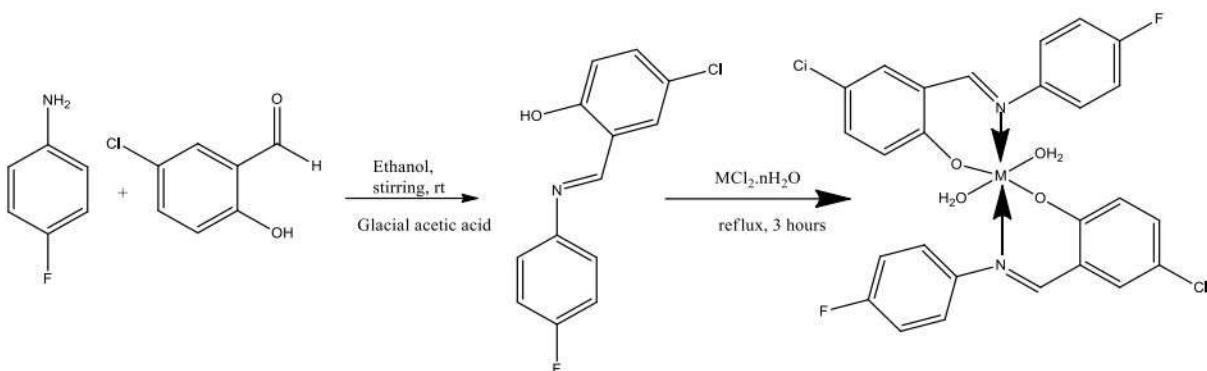
2.3 Senyawa Kompleks Ni (II) dengan Ligan Basa Schiff

Senyawa kompleks atau sering disebut dengan kompleks koordinasi adalah senyawa yang mengandung atom atau ion (biasanya logam) yang dikelilingi oleh molekul atau anion yang disebut dengan ligan atau agen pengkompleks. Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu ligan atau lebih yang menyumbangkan PEB kepada ion logam pusat yang menghasilkan ikatan kovalen koordinasi (Cotton dan Wilkinson., 1984). Sukardjo (1997) mengatakan senyawa kompleks atau senyawa koordinasi adalah senyawa yang terjadi karena adanya ikatan kovalen antara logam transisi dengan satu atau lebih ligan. Senyawa kompleks sangat berhubungan dengan asam dan basa Lewis dimana asam Lewis bertindak sebagai akseptor pasangan elektron bebas sedangkan basa Lewis bertindak sebagai pendonor pasangan elektron (Shriver dan Atkins., 1940).

Kuamr dkk. (2017), telah berhasil melakukan sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan *vanillin-(1,2-ethylenedimine)acetoacetanilide* dengan logam Ni(II) senyawa kompleks basa Schiff berupa padatan hijau tua dengan geometri berbentuk oktahedral. Pembentukan senyawa kompleks basa Schiff dengan kompleks logam dapat dilihat pada Gambar 2.3. Ommenya dkk. (2020) juga telah berhasil mensintesis senyawa kompleks Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Zn(II) dengan ligan basa Schiff dari 4-floroanilina dan 5-klorosalisilaldehida. Penelitian tersebut menghasilkan kompleks basa Schiff Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), dan Zn(II) dengan geometri oktahedral. Sintesis ligan basa Schiff dan senyawa kompleksnya dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.3 Pembentukan senyawa kompleks basa Schiff dengan logam Ni (Kuamr dkk., 2017)



Where M = Mn(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II)

Gambar 2.4 Sintesis ligan basa Schiff dan senyawa kompleks (Ommenya, dkk., 2020)

2.4 Sintesis Senyawa Kompleks Menggunakan Metode Penggerusan

Metode penggerusan adalah salah satu teknik yang dikembangkan dalam konteks sintesis hijau. Metode penggerusan dapat digunakan dalam berbagai reaksi kimia, seperti kondensasi aldol, kondensasi Knoevenagel, reaksi Biginelli, reaksi Cannizzaro, dan sintesis senyawa basa Schiff (Madavhi dan Kavya, 2017). Penggunaan metode penggerusan memiliki sejumlah keunggulan, termasuk keamanan, kecepatan, kesederhanaan, ketidakberacunan, ketiadaan bahaya bagi lingkungan karena tidak membutuhkan pelarut organik, dan kemudahan (Himaja, dkk., 2011). Sintesis dengan metode penggerusan juga mengurangi produksi kontaminan dan meningkatkan efisiensi energi, karena penggerusan dilakukan dalam kondisi ilmiah, yakni pada suhu kamar dan tekanan atmosfer (Ulfah, dkk., 2013). Dalam metode penggerusan, gesekan yang diterapkan mentransfer sejumlah kecil energi dalam bentuk panas (Vibuthe, dkk., 2009). Pembangkitan energi panas merupakan kekuatan pendorong yang kuat dalam reaksi molekuler. Hal ini disebabkan oleh ketergantungan pada transformasi energi mekanik, yaitu energi kinetik yang dihasilkan selama proses penggerusan, yang secara efektif mempercepat laju reaksi (Sana, dkk., 2012).

Muhammad dan Kurawa (2019) telah berhasil mensintesis senyawa kompleks dari ligan 1-(4-nitrofenil)imino)metil)naptalen-2-ol dengan logam Ni(II) menggunakan metode penggerusan. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa metode penggerusan menghasilkan rendemen tinggi yaitu sebesar 86,6%. Sulaiman dkk. (2019) juga telah berhasil mensintesis

senyawa kompleks Ni(II) dan Co(II) dengan menggunakan metode penggerusan selama 30 menit dengan suhu kamar. Hasil penelitiannya juga menunjukkan rendemen yang tinggi berturut-turut sebesar 90,45% dan 82,89%. Serta Chinelo dkk. (2021) mensintesis senyawa kompleks dari ligan 2-(3-fenilalilidin)tiosemikarbazid dengan logam Cu(II), Co(II) dan Ni(II) menggunakan metode penggerusan selama 20 menit menghasilkan rendemen sebesar 72%, 65,3% dan 63,1%.

2.5 Karakterisasi Ligan dan Kompleks

2.5.1 Karakterisasi Ligan Basa Schiff dan Kompleks Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan teknologi yang memanfaatkan radiasi elektromagnetik dari UV dekat (190-380 nm) dan cahaya tampak (380-780 nm) untuk analisis spektroskopi. Alat yang digunakan disebut spektrofotometer (Noviyanto dkk., 2014). Prinsip dasar spektroskopi UV-Vis adalah penerapan hukum Beer-Lambert untuk mengukur penyerapan cahaya, yang menyatakan bahwa penyerapan cahaya (A) berbanding lurus dengan konsentrasi (c) dan ketebalan medium/kuvet (d) (Junaidi, 2017). Spektrometer menghasilkan cahaya dari berbagai panjang gelombang, sementara fotometer adalah perangkat yang mengukur intensitas cahaya yang dipancarkan atau diserap (Khasanah dkk., 2015).

Spektrofotometer UV-Vis berfungsi sebagai alat untuk analisis unsur dalam jumlah kecil secara kuantitatif maupun kualitatif. Analisis kualitatif melibatkan identifikasi puncak pada spektrum unsur pada panjang gelombang tertentu, sedangkan analisis kuantitatif bertujuan untuk menentukan nilai serapan yang dihasilkan oleh spektrum senyawa kompleks (Novianty dan Anggrani, 2013). Spektroskopi UV-Vis sering digunakan untuk analisis molekul organik dan ion dalam larutan, karena spektrumnya yang luas bermanfaat untuk pengukuran kuantitatif. Konsentrasi analit dalam larutan dapat dihitung dengan memperhatikan serapan pada panjang gelombang tertentu (Dachriyanus, 2004). Proses penyerapan radiasi UV-Vis terjadi saat energi ditransfer dari sumber energi ke elektron, sehingga menghasilkan eksitasi elektron ke orbital yang lebih tinggi. Pada kebanyakan molekul, orbital σ yang terikat pada ikatan σ biasanya memiliki energi terendah, sementara orbital π memiliki energi yang lebih tinggi (Pavia dkk., 2001).

Abid dkk. (2020) telah melakukan sintesis kompleks basa Schiff-Ni (II) menggunakan ligan dari senyawa piperonal dan asam antranilat dan melakukan karakterisasi dengan UV-Vis menggunakan pelarut DMSO. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa ligan basa Schiff memiliki panjang gelombang 225 nm dengan transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$ yang merupakan serapan aromatik dan panjang gelombang 266 nm serta 302 nm menunjukkan serapan imina dengan transisi elektron berturut-turut $\pi \rightarrow \pi^*$ dan $n \rightarrow \pi^*$. Sedangkan senyawa kompleks basa Schiff-Ni (II) memiliki serapan aromatik pada panjang gelombang 229 nm dengan

transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$, dan panjang gelombang 274 nm serta 293 nm yang menunjukkan menunjukkan serapan imina dengan transisi elektron berturut-turut $\pi \rightarrow \pi^*$ dan $n \rightarrow \pi^*$.

Akramullazi dkk. (2024) juga telah menganalisis ligan *N'-(4-nitrobenzylidene)isonicotinohydrazide* dan kompleksnya dengan logam Ni(II) menggunakan UV-Vis. Hasil analisis menunjukkan bahwa ligan basa Schiff memiliki panjang gelombang 268 nm dengan transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$ dan panjang gelombang 336 nm dengan transisi elektron $n \rightarrow \pi^*$. Sedangkan senyawa kompleks basa Schiff-Ni (II) memiliki panjang gelombang 273 nm dengan transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$ dan panjang gelombang 344 nm dengan transisi elektron $n \rightarrow \pi^*$.

2.5.2 Karakterisasi Ligan Basa Schiff dan Kompleks Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan alat untuk menganalisis dan mendeteksi sifat vibrasi golongan senyawa dalam suatu sampel berdasarkan intensitas dan panjang gelombang infra merah. Ketika cahaya inframerah melewati sampel senyawa organik, berbagai frekuensi diserap, disebarluaskan, dan ditransmisikan. Ketika cahaya inframerah berinteraksi dengan sampel, molekul-molekul dalam sampel terikat bersama, menekuk dan meregang. Hasil spektral memberikan catatan data penyerapan dan transmisi sampel (Aspi dkk, 2013).

Prinsip dasar FTIR adalah untuk mengidentifikasi senyawa dan menganalisis gugus fungsinya dalam sampel. Teknik FTIR sering digunakan dalam pengenalan senyawa organik dan bisa digunakan secara kuantitatif untuk mengukur konsentrasi analit dalam sampel serta secara kualitatif untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam suatu senyawa (Sankari, 2010). Identifikasi melalui spektrofotometri FTIR berguna untuk memverifikasi keberadaan gugus fungsional tertentu. Senyawa basa Schiff memiliki berbagai gugus fungsi, termasuk gugus imina (C=N), yang menjadi ciri khasnya (Sebastian dan Thapa, 2015). Pita stretching ikatan C=N biasanya terlihat dalam rentang bilangan gelombang 1471-1689 cm^{-1} (Shriner, dkk., 2004). Selain itu, serapan khas dari kompleks juga bisa diamati, seperti serapan M-O sekitar 510 cm^{-1} dan serapan M-N dengan daerah serapan sekitar 435 cm^{-1} .

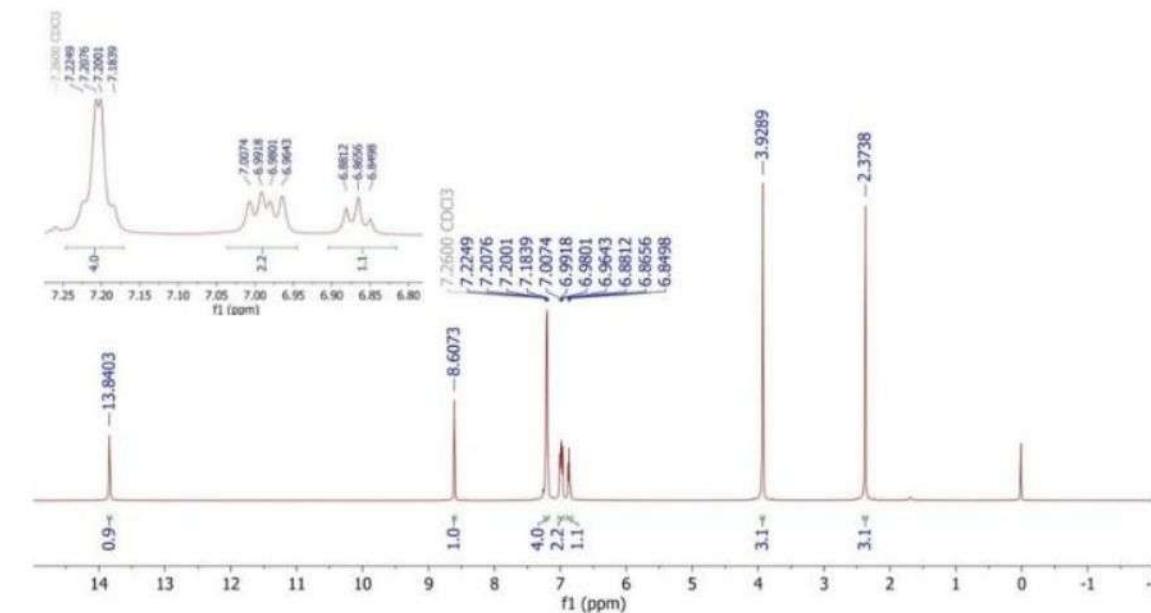
Karakterisasi FTIR senyawa kompleks dilakukan oleh Yu dkk (2009), hasil karakterisasi dari logam Ni(II) dengan ligan basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina, menunjukkan hasil bahwa ligan basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 1614 cm^{-1} yang merupakan serapan khas dari gugus imina (C=N) dan muncul serapan C-O pada bilangan gelombang 1257 cm^{-1} serta serapan O-H pada bilangan gelombang 3468 cm^{-1} . Sedangkan serapan gugus C=N pada senyawa kompleks basa Schiff-Ni (II) muncul pada bilangan gelombang 1643 cm^{-1} dan serapan gugus C-O pada bilangan gelombang 1238 cm^{-1} . Penelitian lain juga dilakukan oleh Khalil dkk (2012) yang telah mensintesis senyawa kompleks yang salah satunya Ni(II) dengan ligan basa Schiff. Hasil karakterisasi menggunakan instrumen

FTIR menghasilkan serapan M-O dan M-N pada bilangan gelombang 436 cm^{-1} dan 521 cm^{-1} . Serapan C=N pada senyawa kompleks muncul pada bilangan gelombang 1600 cm^{-1} dan serapan C-O-C muncul pada bilangan gelombang 1038 cm^{-1} . Serapan senyawa kompleks mengalami pergeseran bilangan gelombang yang lebih rendah dari ligan basa Schiffnya, dikarenakan adanya koordinasi antara ligan dengan logam, yaitu terjadinya donor elektron dari N pada gugus imina ke orbital kosong ion logam.

2.5.3 Karakterisasi Senyawa Menggunakan $^1\text{H-NMR}$

Spektroskopi *nuclear magnetic resonance* (NMR) adalah spektroskopi absorpsi yang memanfaatkan radiasi elektromagnetik pada frekuensi dari sifat-sifat sampel. Spektroskopi NMR digunakan untuk menentukan struktur senyawa organik (Shloikhah, 2017). Prinsip dasar spektroskopi NMR yakni inti dari setiap isotop tertentu memiliki gerakan berputar di sekeliling sumbunya. Perputaran partikel berenergi akan menimbulkan kejadian magnetis sepanjang sumbu peputaran. Jika inti diletakkan di luat medan magnet maka momentum magnetisnya dapat sejajar atau melawan medan magnet (Willard, dkk., 1998).

Karakterisasi menggunakan $^1\text{H-NMR}$ bertujuan untuk mengetahui jumlah proton, tipe proton, dan lingkungan kimia tiap proton yang terdapat dalam suatu senyawa. Selain itu, bertujuan untuk memperkuat dugaan senyawa hasil sintesis yang telah terbentuk. Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Seperti penelitian Hanapi, dkk., (2024) dalam mengkarakterisasi senyawa basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina menggunakan metode penggerusan.



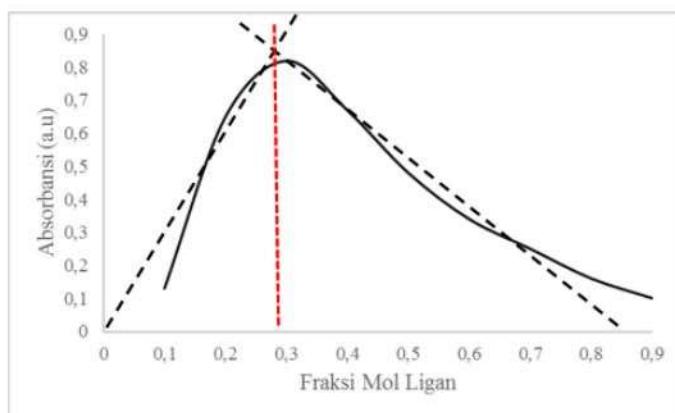
Gambar 2.5 Spektra $^1\text{H-NMR}$ produk sintesis (Hanapi, dkk., 2024)

Berdasarkan data yang diperoleh dari spektra $^1\text{H-NMR}$ yaitu menunjukkan adanya dua sinyal proton metil ($-\text{CH}_3$) pada pergeseran kimia 2,37 ppm (3H, s). sinyal proton metoksi ($-\text{OCH}_3$) muncul pada pergeseran kimia 3,93 ppm (3H, s). selanjutnya muncul beberapa sinyal proton aromatis (δ 6,8-7,2) pada pergeseran kimia 6,85-6,88 ppm (1H, t); 6,96-6,98 ppm (1H, d); 6,99-7,01 ppm (1H, d); 7,18-7,20 ppm (2H, d); 7,21-7,23 ppm (2H, d). Kemudian sinyal proton amina ($-\text{C}=\text{N}$) muncul pada pergeseran kimia 8,61 ppm (1H, s). Sinyal proton hidroksil ($-\text{OH}$) muncul pada pergeseran kimia 13,84 ppm (1H, s). Pergeseran kimia menunjukkan posisi proton pada sampel yang diuji. Semakin besar pergeseran kimia, maka semakin tidak terlindungi karena proton dekat dengan gugus yang lebih elektronegatif. Sedangkan pergeseran kimia yang semakin kecil menunjukkan bahwa semakin terlindungi proton tersebut.

Taufiqurrahman (2022) menyatakan bahwa gugus imina pada senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol muncul pada pergeseran kimia 8,61 ppm. Sinyal muncul pada daerah 13,84 ppm (1H, s) yang menunjukkan gugus OH fenolat. Pergeseran kimia yang tinggi disebabkan oleh terbentuknya ikatan hidrogen intramolekul antara gugus –OH fenol dan gugus imina. Menurut Kirkan dan Ramazan (2008) menyatakan apabila terdapat gugus -OH proton mengalami ikatan hidrogen dengan atom N maka gugus -OH berada di *lower field*, yaitu berada di pergeseran kimia 14,13-15,11 ppm.

2.5.4 Penentuan perbandingan jumlah ligan dan logam menggunakan metode variasi kontinyu (Job)

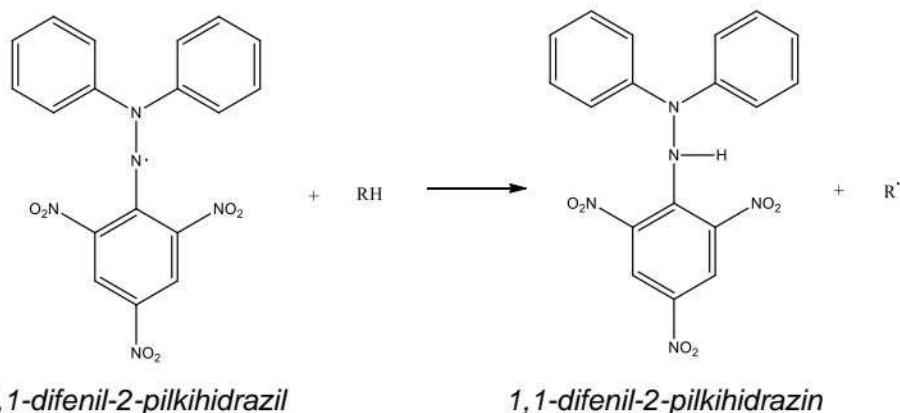
Metode variasi kontinyu dan dikenal juga sebagai metode Job adalah sebuah metode untuk mengidentifikasi stoikiometri pada perbandingan logam dan ligan pada sintesis senyawa kompleks. Prosedur yang digunakan dengan mencampur logam dan ligan dengan konsentrasi yang sama kemudian dilakukan perbandingan volume logam dan ligan tetapi dengan volume campuran yang tetap. Selanjutnya campuran dianalisa dengan spektrofotometer UV-Vis untuk diketahui absorbansi maksimal. Saat absorbansi maksimal sudah tercapai, maka disitulah merupakan stoikiometri perbandingan logam dan ligan (Harris, 1997). Prinsip dari metode variasi kontinyu adalah rasio perbandingan volume logam dan ligan mulai dari 0 hingga 1 pada total konsentrasi yang sama (Kuscahyani, 2012). Grafik yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 2.6. Dari Gambar 2.6 terlihat bahwa puncak tertinggi berada pada perbandingan fraksi mol ligan dan logam 0,3, sehingga perbandingan antara ligan dan logam adalah 1:2. Perbandingan antara logam dan ligan tersebut menunjukkan bahwa satu mol ligan dapat berikatan dengan 2 mol ion logam (Harahap, 2017).



Gambar 2.6 Grafik Hasil Variasi Kontinyu (Harahap, 2017)

2.6 Uji Aktivitas Antioksidan menggunakan Metode DPPH

Penentuan aktivitas antioksidan dapat dilakukan dengan metode DPPH. Metode DPPH merupakan metode aktivitas antioksidan yang sederhana dengan menggunakan 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazil sebagai senyawa pendekripsi (Faisal, 2002). Metode DPPH dipilih karena sederhana, sensitif terhadap sampel dengan konsentrasi yang kecil, mudah, cepat dan membutuhkan sampel yang sedikit (Kumaradewi, dkk., 2021). Prinsip kerja metode DPPH adalah adanya atom hidrogen dari senyawa antioksidan yang berikatan dengan elektron bebas pada senyawa radikal sehingga menyebabkan perubahan dari radikal bebas (*diphenylpicrylhydrazyl*) menjadi senyawa non-radikal (*diphenylpicrylhydrazine*). Hal ini ditandai dengan perubahan warna ungu menjadi kuning (senyawa radikal bebas tereduksi oleh adanya antioksidan) (Setiawan, dkk., 2018). Senyawa DPPH menunjukkan serapan yang kuat pada λ 517 nm. Reaksi antioksidan dengan radikal DPPH dapat dilihat pada gambar 2.7.



Gambar 2.7 Reaksi Antioksidan Dengan Radikal DPPH (Sayuti & Yenrina, 2015)

Adanya perubahan warna yang semula berwarna violet berubah menjadi warna kuning yang terjadi pada radikal DPPH disebabkan adanya senyawa antioksidan yang mendonorkan atom hidrogen terhadap radikal DPPH dan terjadi proses reduksi menghasilkan molekul DPPH-H yang merupakan molekul stabil (Khairunnisa, 2021). Perubahan warna tersebut sebanding dengan jumlah elektron yang diambil (Sayuti & Yenrina, 2015).

Uji antioksidan menggunakan DPPH menghasilkan informasi mengenai aktivitas antioksidan dalam menangkal radikal bebas yang dilihat berdasarkan nilai EC₅₀ (Efficient Concentration) yang dapat dihitung berdasarkan persamaan regresi (Kumaradewi, dkk., 2021). Nilai EC₅₀ merupakan parameter untuk menentukan konsentrasi senyawa antioksidan yang dapat menyebabkan hilangnya 50% aktivitas DPPH yang ditandai dengan perubahan warna (Molyneux, 2014). Nilai EC₅₀ yang diperoleh dibandingkan dengan senyawa yang memiliki aktivitas antioksidan yang baik seperti vitamin C. Semakin kecil nilai EC₅₀, maka semakin tinggi aktivitas antioksidan.

Tabel 2.1 Tingkat kekuatan antioksidan berdasarkan nilai EC₅₀

Intensitas antioksidan	Nilai EC ₅₀
Sangat kuat	< 50
Kuat	50 – 100
Sedang	100 – 250
Lemah	250 – 500
Tidak aktif	> 500

Sumber: Jun (2006)

2.7 Sintesis Senyawa Kompleks Ni(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((p-tolilimino)metil)fenol Menggunakan Metode Penggerusan

Penggunaan metode penggerusan dalam mensintesis senyawa kompleks merupakan salah satu bentuk tindakan yang ramah lingkungan. Dimana peran manusia sebagai khalifah yakni menjaga, memakmurkan dan melestarikan alam sebagaimana mestinya. Hal ini sesuai dengan pesan dalam Surah Al-Baqarah ayat 205 yang berbunyi :

وَإِذَا تَوَلَّ مِنْ سَعْيِ فِي الْأَرْضِ لِيُفْسِدَ فِيهَا وَيُهْلِكَ الْحَرَثَ وَأَنْسَلَ هُنَّ أَلِلَّهِ لَا يُحِبُّ الْفَسَادَ

Artinya: “Dan apabila ia berpaling (dari kamu), ia berjalan di bumi untuk mengadakan kerusakan padanya, dan merusak tanam-tanaman dan binatang ternak, dan Allah tidak menyukai kebinasaan.

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah Swt. menggambarkan perilaku orang-orang yang apabila memiliki kekuasaan dan pengaruh di muka bumi justru menggunakan kemampuan tersebut untuk menimbulkan kerusakan dengan merusak tanaman dan binatang ternak, yang pada hakikatnya merupakan sumber kehidupan bagi umat manusia (Shihab, 2002). Tindakan ini menunjukkan betapa orang-orang tersebut telah merusak tatanan yang sudah baik demi kepentingan diri sendiri, tanpa memikirkan dampak buruk bagi alam dan makhluk hidup lainnya (Shihab, 2002).

Ayat ini menjadi peringatan bahwa Allah tidak menyukai segala bentuk kerusakan yang diakibatkan oleh tangan manusia, baik secara fisik berupa perusakan alam maupun kerusakan

moral dalam masyarakat. Oleh karena itu, manusia sebagai khalifah di bumi memiliki tanggung jawab moral dan spiritual untuk merawat, memakmurkan, serta menjaga keseimbangan alam sebagai wujud ketaatan kepada perintah-Nya (Shihab, 2002).

Penggunaan metode penggerusan dalam sintesis senyawa kompleks merupakan salah satu contoh penerapan teknologi yang ramah lingkungan karena dapat mengurangi penggunaan bahan kimia berbahaya, menekan timbulnya limbah, serta mempercepat proses sintesis sehingga mendukung prinsip keberlanjutan (Shihab, 2002). Dengan demikian, pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi yang mempertimbangkan kelestarian lingkungan merupakan bentuk aktualisasi peran manusia sebagai khalifah sekaligus wujud rasa syukur atas nikmat akal dan ilmu yang telah dikaruniakan oleh Allah Swt. (Shihab, 2002).

BAB III **METODE PENELITIAN**

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2024 – Januari 2025 di Laboratorium Kimia Organik Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi 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-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain kaca arloji, beaker glass 50 mL, tabung reaksi, labu ukur 50 mL dan 100 mL, pipet volume 1; 2; 3; 4 dan 5 mL, pipet ukur 10 mL, pipet tetes, pipa kapiler, spatula, batang pengaduk, mortar dan alu, cawan porselein, mortar agate, bola hisap, botol semprot, desikator, neraca analitik, termometer 200°C, vortex, *Melting Point Aparatus (MPA)* STUART tipe SMP 11, spektrofotometer UV-Vis varian Carry 50, spektrofotometer FTIR tipe FT 1000, dan spektrofotometer GC-MS QP2010S Shimadzu.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain *o*-vanilin, *p*-toluidina, garam NiCl₂.6H₂O, NaOH 2M, klorofom, etanol p.a, KBr, larutan DPPH, Vitamin C dan aquades.

3.3 Rancangan Penelitian

Terdapat beberapa tahapan penelitian dalam penelitian ini, yakni sintesis ligan basa Schiff 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metilfenol dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina menggunakan metode penggerusan. Kemudian, hasil sintesis dilakukan uji titik leleh dengan *melting point apparatus (MPA)* untuk mengetahui sifat fisiknya, dan uji sifat kimia berupa kelarutan menggunakan aquades dan NaOH 2M. Karakterisasi spektra senyawa ligan basa 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metilfenol menggunakan spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FTIR dan spektrofotometer GC-MS.

Ligan basa Schiff 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metilfenol yang dihasilkan kemudian direaksikan dengan NiCl₂.6H₂O menggunakan metode penggerusan. Kemudian, hasil sintesis senyawa kompleks dilakukan uji titik leleh dengan *melting point apparatus (MPA)* untuk mengetahui sifat fisiknya. Hasil produk sintesis tersebut dilakukan karakterisasi lanjut menggunakan UV-Vis, FTIR dan metode variasi kontinyu (Job). Produk hasil sintesis juga dilakukan uji antioksidan menggunakan metode DPPH.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui tahapan-tahapan sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metilfenol dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina menggunakan metode penggerusan.
2. Uji sifat fisik senyawa 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metilfenol berupa pengamatan bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan MPA.
3. Uji sifat kimia senyawa 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metilfenol berupa kelarutan dengan akuades dan NaOH 2M.
4. Karakterisasi senyawa 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metilfenol menggunakan UV-Vis, FTIR dan GC-MS.
5. Sintesis senyawa kompleks Ni(II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metilfenol menggunakan metode penggerusan.
6. Uji sifat fisik senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) berupa pengamatan bentuk, warna, dan titik leleh menggunakan MPA.
7. Karakterisasi senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) menggunakan UV-Vis, FTIR dan metode variasi kontinu.
8. Uji antioksidan senyawa produk hasil sintesis menggunakan metode DPPH

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metilfenol menggunakan metode penggerusan (Nadhiroh, 2020)

Sebanyak 3,043 g *o*-vanilin (20 mmol) dan 3,0737 g *p*-toluidina g (20 mmol) dimasukkan dalam mortar. Kemudian digerus menggunakan alu pada suhu ruang dengan waktu penggerusan selama 30 menit. Produk yang terbentuk dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan dan dihitung rendemen produk sintesis menggunakan persamaan 3.1. Selanjutnya, produk hasil sintesis diamati sifat fisiknya berupa bentuk dan warna.

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

3.5.2 Uji Sifat Fisika Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol menggunakan MPA (Faruq, 2019)

Titik leleh senyawa ligan basa Schiff ditentukan dengan menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA). Produk padat yang diperoleh sebagai hasil sintesis dimasukkan ke dalam tabung kapiler dan ditempatkan pada balok kecil di atas balok termometer pada alat. Selanjutnya masukkan termometer ke dalam alat MPA. Nyalakan MPA dan naikkan suhu hingga 20 °C/menit. Suhu alat MPA kemudian diturunkan menjadi 10°C/menit. Setelah suhu mencapai suhu yang diprediksi secara teoritis, kenaikan suhu diatur ke 1°C/menit. Pengukuran titik leleh dilakukan dengan sistem rentang dimana titik bawah diukur pada saat sampel ligan

basa Schiff pertama kali meleleh dan titik atas diukur pada saat sampel telah meleleh seluruhnya.

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

Uji sifat kimia ligan Basa Schiff 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metil)fenol dilakukan dengan akuades dan NaOH 2M. Sebanyak 0,005 g produk sintesis dimasukkan ke dalam 2 tabung reaksi yang berbeda. Kemudian ditambahkan 2 mL akuades pada salah satu tabung reaksi. Ditambahkan 2 mL NaOH 2M pada tabung reaksi yang lain. Campuran dalam masing-masing tabung reaksi dikocok dan diamati perubahan yang terjadi.

3.5.4 Karakterisasi Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metil)fenol

3.5.4.1 Karakterisasi Senyawa Menggunakan UV-Vis (Faruq, 2019)

Ligan basa Schiff dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Ligan basa Schiff dilarutkan dalam etanol 0,5 mM. Setelah itu, dimasukkan ke dalam kuvet dan dianalisis pada rentan panjang gelombang 200-800 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Kemudian diperoleh spektrum dan panjang gelombang maksimumnya.

3.5.4.2 Karakterisasi Senyawa Menggunakan FTIR (Nadhiroh, 2020)

Gugus fungsi ligan basa Schiff diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR Varian tipe FT 1000. Senyawa produk sintesis dicampur dengan serbuk KBr dengan perbandingan 2:98 dan digerus dalam mortar agate. Selanjutnya, campuran dimasukkan ke dalam alat pembuat pelet dan diletakkan dalam *hidrolic press* dan dipompa untuk memberikan tekanan. Lalu pelet diletakkan pada *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum FTIR pada bulangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

3.5.4.3 Karakterisasi Senyawa Menggunakan GC-MS (Nadhiroh, 2020)

Sebanyak 1 µL ligan basa Schiff dilarutkan dalam kloroform dengan konsentrasi 20.000 ppm. Kemudian, ligan basa Schiff diinjeksiikan dengan menggunakan *syringe* ke dalam tempat spektrofotometer GC-MS QP-2010S/Shimadzu dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis Kolom	: Rtx 5
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: Gain Mode
Oven	: terprogram 70°C (5menit) → 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) 7- eV</i>

3.5.5 Sintesis senyawa kompleks Ni(II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metil)fenol menggunakan metode penggerusan (Fahriyah, 2021)

Sebanyak 0,2377 g $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1 mmol) dan 0,4826 g (2 mmol) senyawa 2-metoksi-6(*p*-tolilimino)metil)fenol digerus dalam mortar pada suhu ruang dengan waktu penggerusan selama 30 menit. Produk yang terbentuk dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan. Selanjutnya, produk hasil sintesis diamati sifat fisiknya berupa bentuk, warna dan titik leleh menggunakan MPA.

3.5.6 Karakterisasi senyawa kompleks produk hasil sintesis menggunakan UV-Vis (Fahriyah, 2021)

Analisa menggunakan spektrofotometer UV-Vis diperlukan untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang yang terjadi antara ligan dengan senyawa kompleks hasil sintesis. Senyawa kompleks hasil sintesis dan ligan dilarutkan dalam pelarut etanol. Kemudian larutan tersebut dimasukkan dalam kuvet dan dianalisa dengan rentang 200-800 nm.

3.5.7 Karakterisasi senyawa kompleks produk hasil sintesis menggunakan FTIR (Nadhiroh, 2020)

Gugus fungsi dalam senyawa kompleks yang terbentuk diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Senyawa kompleks hasil sintesis dicampur dengan KBr dengan perbandingan 2:98 dan digerus menggunakan mortar agate. Kemudian dibentuk pellet dan dipres dengan tekanan 80 torr selama beberapa menit. Pellet yang terbentuk diletakkan dalam cell holder dan dianalisa sampai muncul spektra IR.

3.5.8 Penentuan perbandingan jumlah ligan dan logam menggunakan metode variasi kontinyu (Fahriyah, 2021)

Sebanyak 0,1188 g garam $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 0,1206 g senyawa 2-metoksi-6(*p*-tolilimino)metil)fenol masing-masing dilarutkan dalam etanol dan ditandabataskan sampai volume 50 mL. Kedua larutan tersebut dimasukkan dalam tabung reaksi sesuai perbandingan volume pada Tabel 3.1. Tabung 2-10 kemudian divortex selama 2 menit. Masing-masing larutan diambil 2 mL dan dimasukkan dalam tabung reaksi lain kemudian ditambah 3 mL etanol. Lalu larutan dalam tabung diuji absorbansi pada λ maks kompleks. Hasil absorbansi dimasukkan ke dalam rumus A koreksi dan diplotkan menggunakan excel.

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

Tabel 3. 1 Variasi volume garam dan ligan pada metode variasi kontinu

Tabung	V garam (mL)	V ligan (mL)
1	10	0
2	9	1
3	8	2
4	7	3
5	6	4
6	5	5
7	4	6
8	3	7
9	2	8
10	1	9
11	0	10

3.5.9 Uji Aktivitas Antioksidan Metode DPPH (Nadhiroh, 2020)

3.5.9.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Sebanyak 3 mL etanol p.a dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL. Tabung reaksi ditutup, kemudian diinkubasi dalam inkubator selama 30 menit. Diukur λ_{maks} larutan dengan spektrofotometer UV-Vis dan dicatat hasil pengukuran λ_{maks} untuk digunakan pada tahap selanjutnya.

3.5.9.2 Pengukuran Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks Produk Hasil Sintesis

Larutan kontrol 0 ppm dibuat dengan cara dimasukkan etanol sebanyak 3 mL ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL. Tabung reaksi ditutup dengan aluminium foil, kemudian diinkubasi dalam ruang gelap selama 30 menit. Setelah itu, diukur absorbansi DPPH menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada λ_{maks} yang telah diketahui pada tahap sebelumnya.

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

$$\text{Aktivitas antioksidan} = \frac{\text{abs kontrol} - \text{abs DPPH sisa}}{\text{abs kontrol}} \times 100 \% \quad (3.3)$$

Kemudian ditentukan aktivitas antioksidan senyawa pembanding berupa vitamin C dengan perlakuan yang telah disebutkan. Selanjutnya nilai % aktivitas antioksidan masing-masing senyawa dapat digunakan untuk mencari nilai EC₅₀.

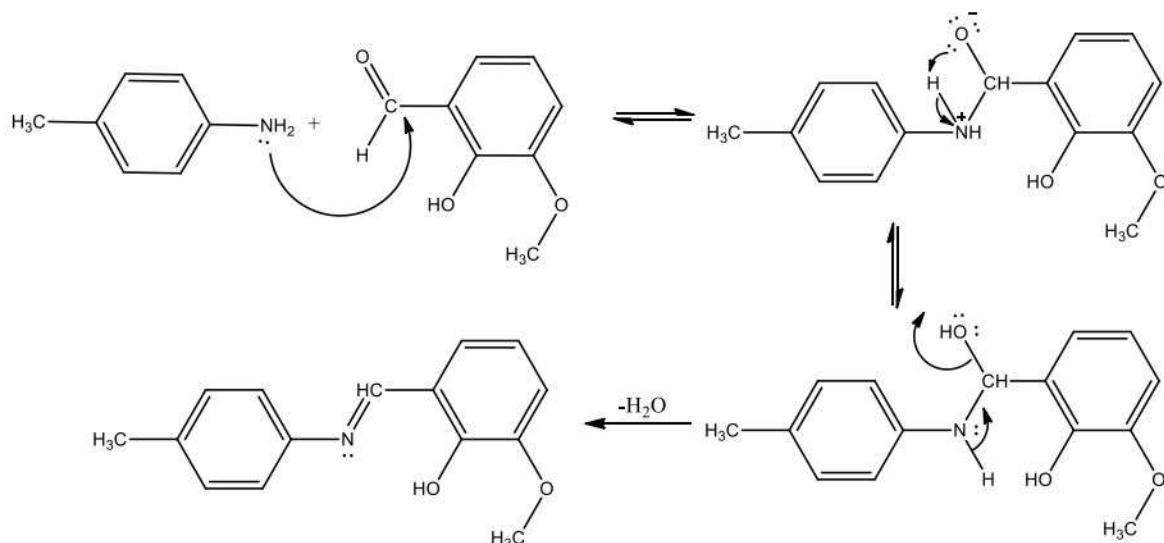
3.6 Analisis Data

1. Hasil uji titik leleh menggunakan Melting Point Apparatus (MPA) menunjukkan hasil titik leleh senyawa.
2. Hasil uji sifat kimia berupa kelarutan dengan akuades dan NaOH 2M. Produk sintesis tidak larut dalam akuades dan larut sempurna dalam NaOH 2M.
3. Hasil karakterisasi UV-Vis berupa panjang gelombang produk sintesis pada panjang gelombang tertentu. Ligan basa Schiff memiliki serapan pada panjang gelombang daerah ultraviolet dengan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dan $n \rightarrow \pi^*$, sedangkan daerah visible menunjukkan adanya interaksi antara logam dan ligan dengan transisi d \rightarrow d pada senyawa kompleks.
4. Hasil karakterisasi FTIR berupa gugus fungsi produk sintesis pada bilangan gelombang tertentu. Ligan basa Schiff memiliki serapan khas gugus imina pada bilangan gelombang 1690 – 1590 cm⁻¹. sedangkan kompleks basa Schiff memiliki serapan khusus gugus imina dan serapan khas dengan ion logam Ni-O serta Ni-N pada bilangan gelombang sekitar 600-400 cm⁻¹.
5. Hasil karakterisasi dengan GC berupa kemurnian produk sintesis yang diperoleh dari persen intensitas puncak. Sedangkan hasil karakterisasi dengan MS berupa ion molekuler dimana nilai m/z-nya setara dengan berat molekul. Senyawa 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol memiliki ion molekuler pada m/z 241.
6. Hasil uji kuantitatif menggunakan metode Jobs berupa perbandingan mol logam dan ligan pada senyawa kompleks.
7. Hasil uji aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH berupa nilai persen (%) aktivitas antioksidan yang diperoleh dari data absorbansi senyawa kompleks digunakan untuk menghitung nilai EC₅₀. Penentuan nilai EC₅₀ menggunakan persamaan nonlinier pada program Graphpad Prism 7 dengan cara membuat grafik hubungan antara log konsentrasi dengan persen (%) antioksidan. Kemudian nilai EC₅₀ senyawa kompleks dibandingkan dengan nilai EC₅₀ senyawa pembanding.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

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

Ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol disintesis menggunakan metode penggerusan selama 30 menit. Metode penggerusan melibatkan terjadinya transfer energi mekanik menjadi energi panas yang akan mendorong terjadinya tumbukan antar molekul. Molekul *o*-vanilin dan *p*-toluidina yang bertumbukan akan membentuk senyawa basa Schiff yaitu 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol (Sana, dkk., 2012). Reaksi sintesis basa Schiff melibatkan adisi gugus amina primer dari *p*-toluidina terhadap gugus karbonil dari *o*-vanilin. Pasangan elektron bebas atom N dari *p*-toluidina yang bertindak sebagai nukleofil akan menyerang atom C karbonil dari *o*-vanilin, sehingga terjadi proses adisi yang diikuti eliminasi H₂O membentuk ikatan C=N. Dugaan mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol

Senyawa produk yang dihasilkan kemudian dikeringkan dalam desikator hingga diperoleh massa produk yang konstan. Produk sintesis yang diperoleh diuji sifat fisiknya dengan mengamati wujud, warna dan titik lelehnya. Uji sifat fisik dilakukan untuk menduga terbentuknya produk dengan adanya perubahan sifat fisik dari reaktan menjadi produk. Hasil pengamatan sifat fisik produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.1.

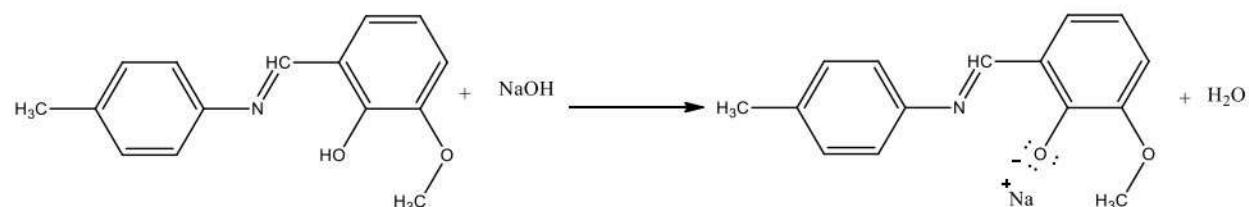
Tabel 4.1 Hasil Pengamatan sifat fisik reaktan dan produk hasil sintesis

Pengamatan	<i>o</i> -vanilin	<i>p</i> -toluidina	Produk
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Kuning pucat	Putih	Jingga
Massa (gram)	3,0737	2,1868	4,749
Titik Lebur (°C)	44,5	44	94-96
Rendemen (%)	-	-	98

Berdasarkan Tabel 4.1, hasil sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina diperoleh produk padatan berwarna jingga dengan rendemen 98%. Selain itu, juga terjadi perubahan titik leleh dari reaktan *o*-vanilin (44,5°C) dan *p*-toluidina (44°C) menjadi produk yang memiliki titik leleh rentang 94-96°C. Produk yang diperoleh memiliki rentang titik leleh yang kecil dengan selisih 1-2 yang menandakan bahwa produk memiliki kemurnian yang cukup tinggi. Adanya perbedaan warna dan titik leleh antara reaktan dengan produk sintesis, mengindikasikan bahwa produk sintesis telah terbentuk. Nadhiroh (2020) juga melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina dan menunjukkan hasil sintesis berupa padatan berwarna jingga dengan titik leleh 95-97°C dengan rendemen sebesar 98,33%. Sehingga, dapat diduga bahwa senyawa target 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol telah terbentuk karena memiliki kesamaan antara hasil produksi dengan literatur.

4.2 Uji Sifat Kimia Ligan Basa Schiff dengan Larutan NaOH 2M

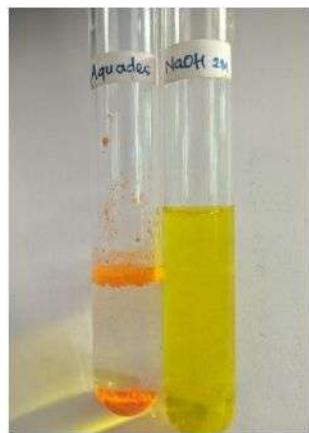
Uji sifat kimia pada senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol bertujuan untuk memperkuat dugaan adanya gugus fenolat dalam produk. Uji ini berdasarkan pada teori asam basa Bronsted-Lowry, yaitu reaksi yang melibatkan transfer proton. Senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol bersifat asam karena memiliki gugus fenol yang bertindak sebagai pendonor proton yang akan didonorkan pada NaOH yang bersifat sebagai penerima proton. Reaksi asam basa menyebabkan ion H⁺ digantikan oleh ion Na⁺ dari NaOH dan akan berubah menjadi garam natrium fenolat (Ladarama, 2022). Persamaan reaksi ligan basa Schiff dengan NaOH ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Reaksi asam Basa Bronsted-Lowry pada senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dengan senyawa NaOH

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Fitri (2020), senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol tidak dapat larut dalam akuades akan tetapi larut dalam

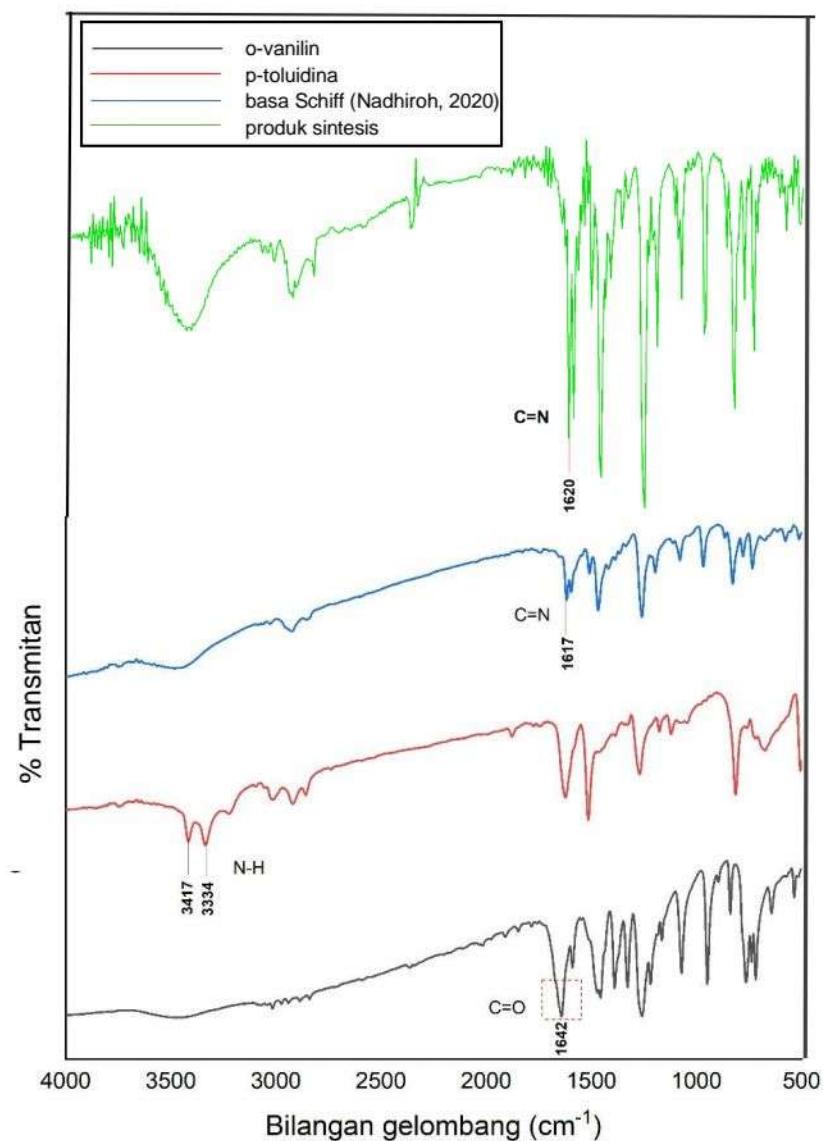
larutan NaOH. Hasil uji sifat kimia ligan basa Schiff menunjukkan hasil yang sama dengan penelitian Fitri (2020) yaitu tidak larut dalam akuades ditandai dengan warna larutan bening dan terdapat endapan yang mengapung pada permukaan akuades. Sedangkan di dalam larutan NaOH senyawa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol larut sempurna yang ditandai dengan berubahnya larutan menjadi berwarna kuning seperti pada Gambar 4.3. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat gugus fenolat pada produk sintesis, sehingga mengindikasikan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol telah terbentuk.



Gambar 4.3 Hasil uji sifat kimia ligan basa Schiff dalam larutan NaOH 2M

4.3 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Karakterisasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa produk tersebut. Spektra FTIR yang diperoleh dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa produk. Kemungkinan terbentuknya senyawa target dapat diketahui dengan membandingkan spektra FTIR reaktan dengan produk. Hasil spektra produk sintesis pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa senyawa target memiliki spektra yang berbeda dengan reaktannya. Pada bilangan gelombang 1642 cm^{-1} yang merupakan serapan khas gugus C=O karbonil senyawa *o*-vanilin tidak muncul pada senyawa target serta serapan gugus N-H senyawa *p*-toluidina pada bilangan gelombang 3417 cm^{-1} dan 3334 cm^{-1} juga tidak muncul pada senyawa target (Fitri, 2020). Hal tersebut mengindikasikan terbentuknya senyawa target yang dibuktikan dengan adanya serapan baru yaitu serapan gugus imina (C=N) yang menjadi ciri khas dari senyawa basa Schiff. Serapan gugus imina muncul pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} dengan serapan yang tajam dan kuat. Hasil tersebut hampir sama dengan penelitian Nadhiroh (2020) dimana gugus imina menghasilkan serapan pada bilangan gelombang 1616 cm^{-1} . Serapan gugus fungsi lain pada senyawa produk sintesis disajikan pada Tabel 4.2.



Gambar 4. 4 Spektra hasil karakterisasi reaktan dan produk menggunakan FTIR

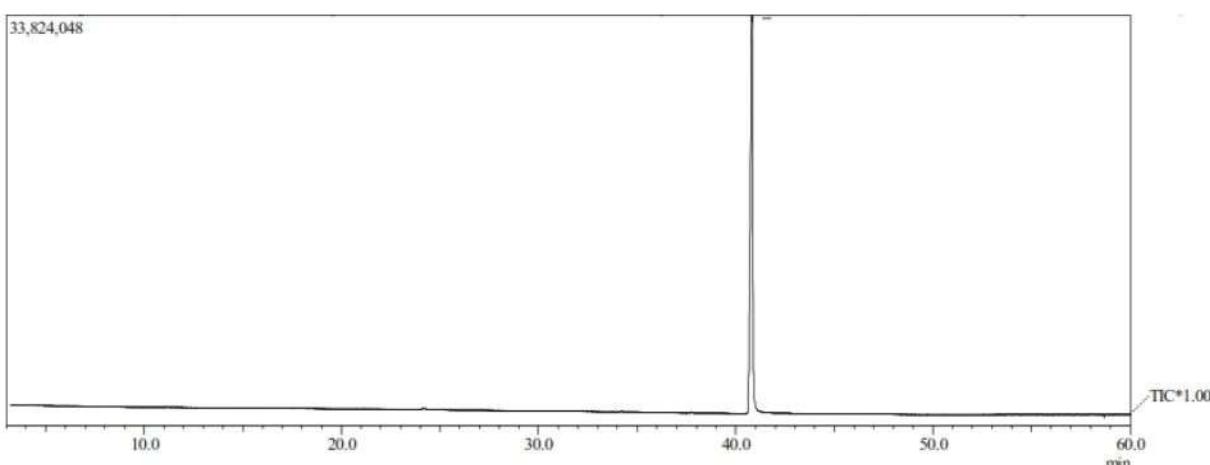
Tabel 4.2 Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk sintesis

Gugus fungsi	Produk Sintesis	Basa Schiff ^a	Referensi
O-H stretch	3448	3483	3580-3480 ^b
C-H stretch alkane	2924	2923	3000-2840 ^c
Overtone	~1951-1681	~1950-1680	2000-1650 ^b
-C=N- stretch	1620	1617	1645-1605 ^b
C=C fenil	1512	1508	1580-1500 ^b
O-C _{sp3}	1465	1467	1470-1435 ^b
C-O fenol	1257	1259	1260-1000 ^c
C-N	1195	1195	1280-1180 ^b

^aNadhiroh (2020); ^bSocrates, G (2001); ^cSilverstein, R.M., dkk (2005)

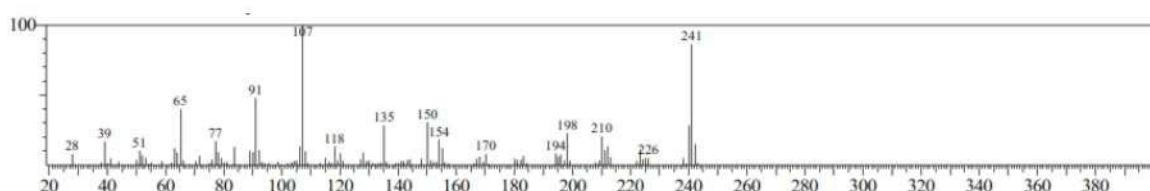
4.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS

Karakterisasi produk sintesis menggunakan GC-MS bertujuan untuk mengetahui jumlah senyawa dan kemurnian dari produk sintesis berdasarkan kromatogram yang dihasilkan. Selain itu, spektra massa yang diperoleh menunjukkan berat molekul dari setiap komponen yang terdapat dalam produk dan dapat menduga struktur senyawa produk berdasarkan pola fragmentasinya. Hasil kromatogram dari produk sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Kromatogram produk sintesis

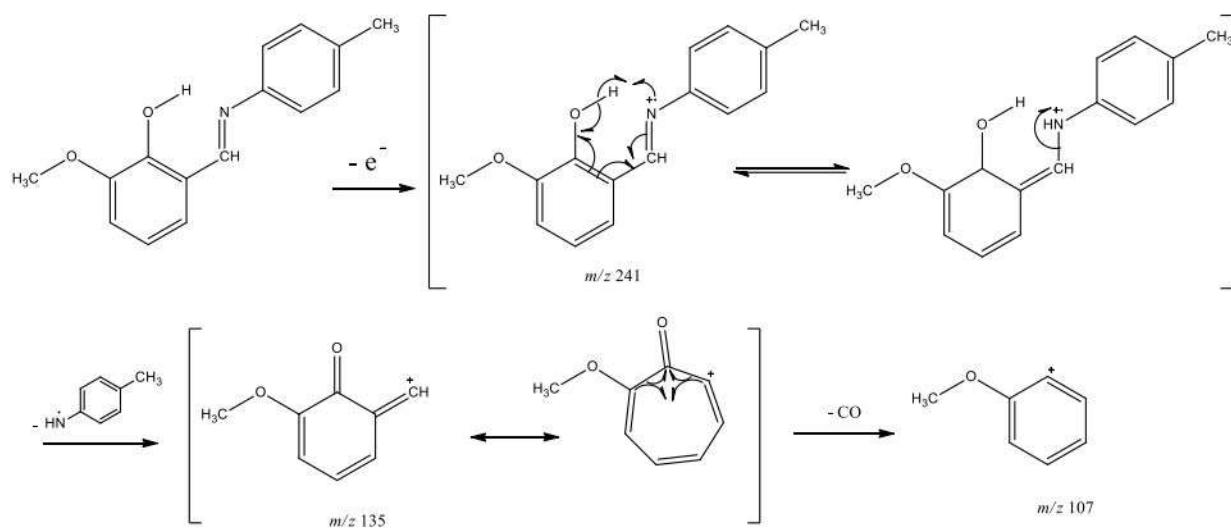
Berdasarkan Gambar 4.5, muncul satu puncak pada kromatogram dengan waktu retensi 40,828 menit dan memiliki % luas area sebesar 100%. Jumlah puncak kromatogram dapat digunakan untuk menentukan kemurnian senyawa produk. Hal tersebut menunjukkan bahwa hanya terdapat satu senyawa dalam produk sintesis dan tidak ada reaktan yang tersisa. Puncak yang muncul diketahui merupakan senyawa target sintesis karena memiliki ion molekuler dengan m/z sebesar 241.



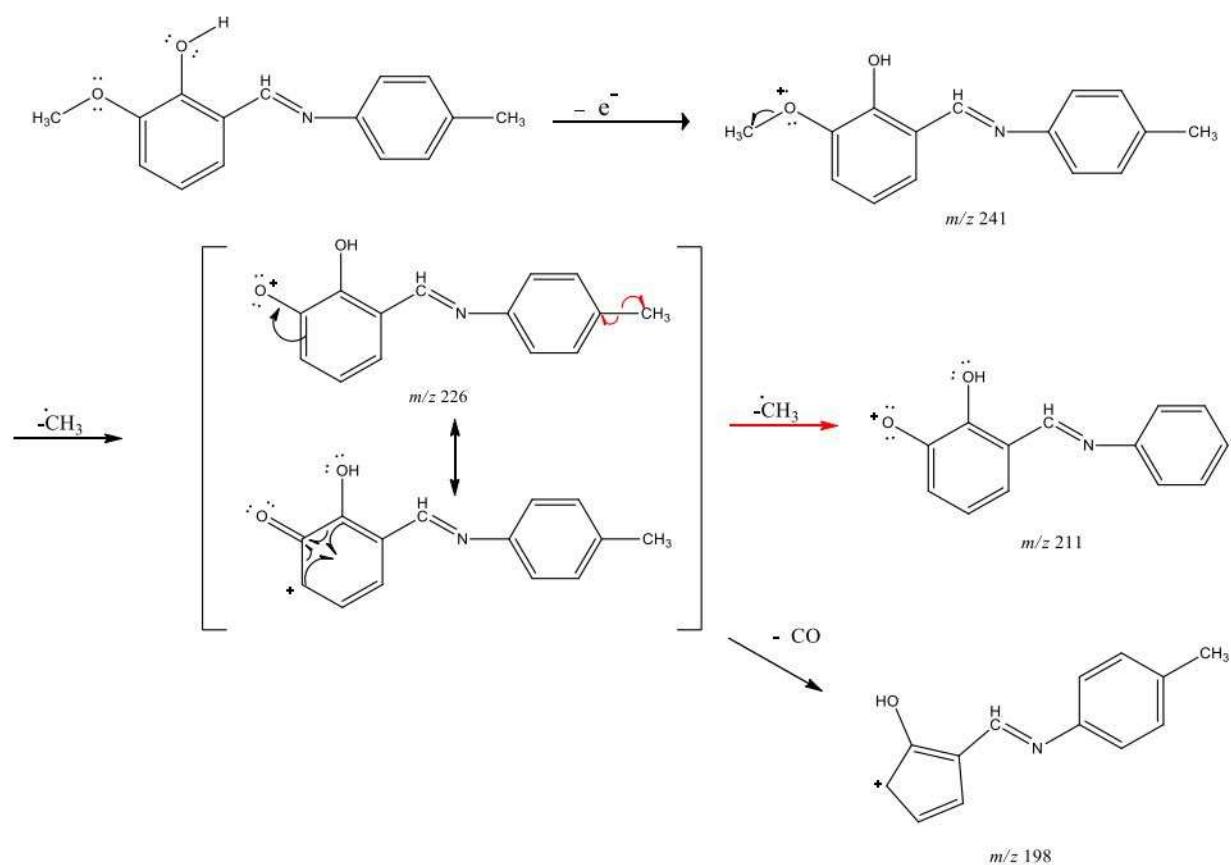
Gambar 4.6 Spektra massa produk sintesis

Spektra massa pada Gambar 4.6 menunjukkan adanya puncak ion molekuler pada m/z 241 dan *base peak* pada m/z 107. Nilai ion molekuler m/z 241 sesuai dengan berat molekul senyawa 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol, sehingga diduga bahwasanya puncak tunggal pada kromatogram yang terbentuk merupakan puncak dari senyawa target. Puncak *base peak* merupakan puncak dengan fragmen yang memiliki kelimpahan tertinggi dan

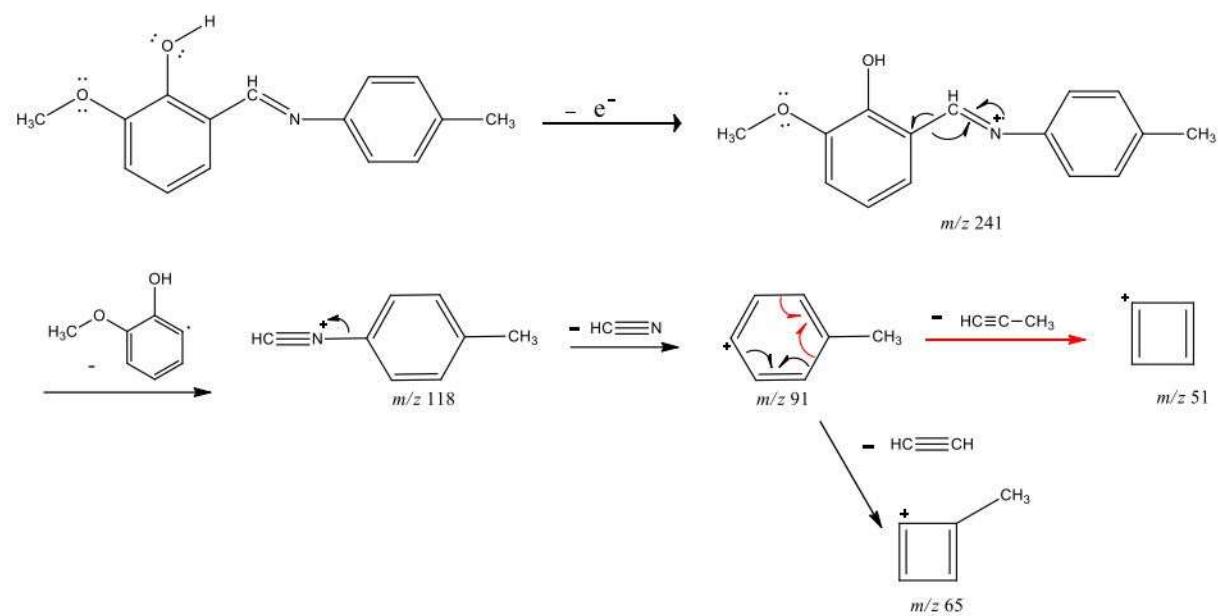
kestabilan tertinggi diantara fragmen-fragmen yang terbentuk. Perkiraan pola fragmentasi senyawa target ditunjukkan pada Gambar 4.7.



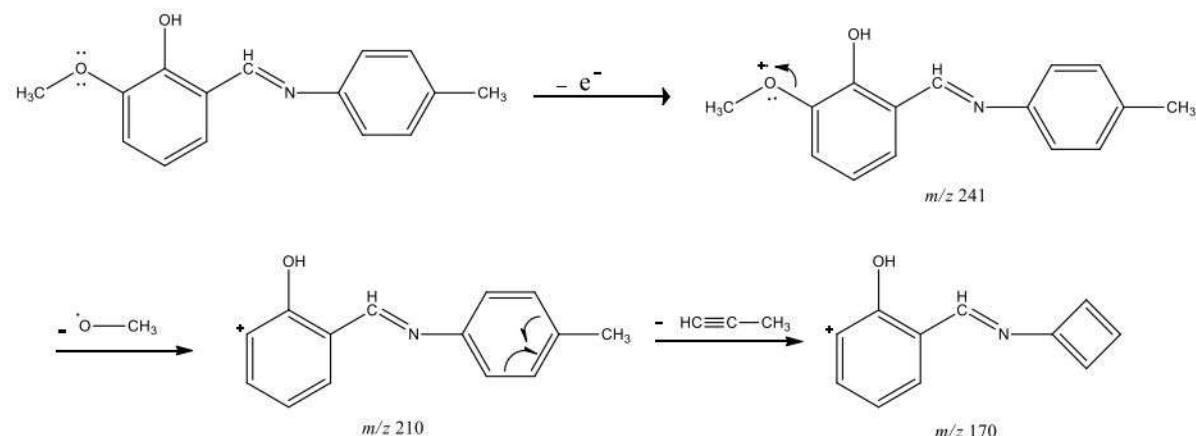
Pola fragmentasi lain:



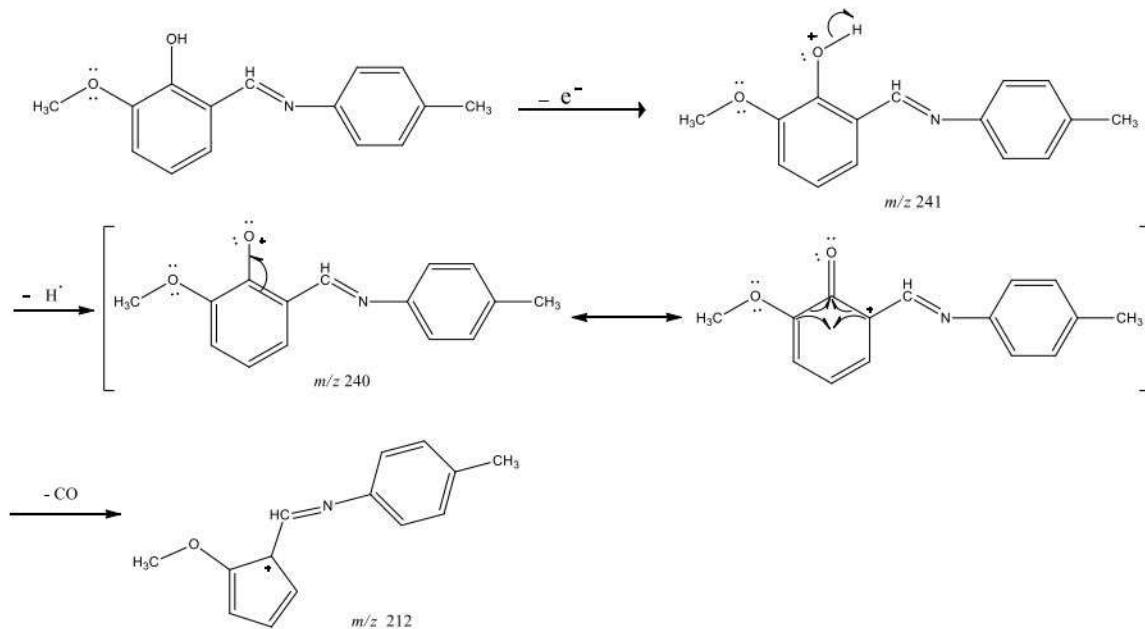
Pola fragmentasi lain:



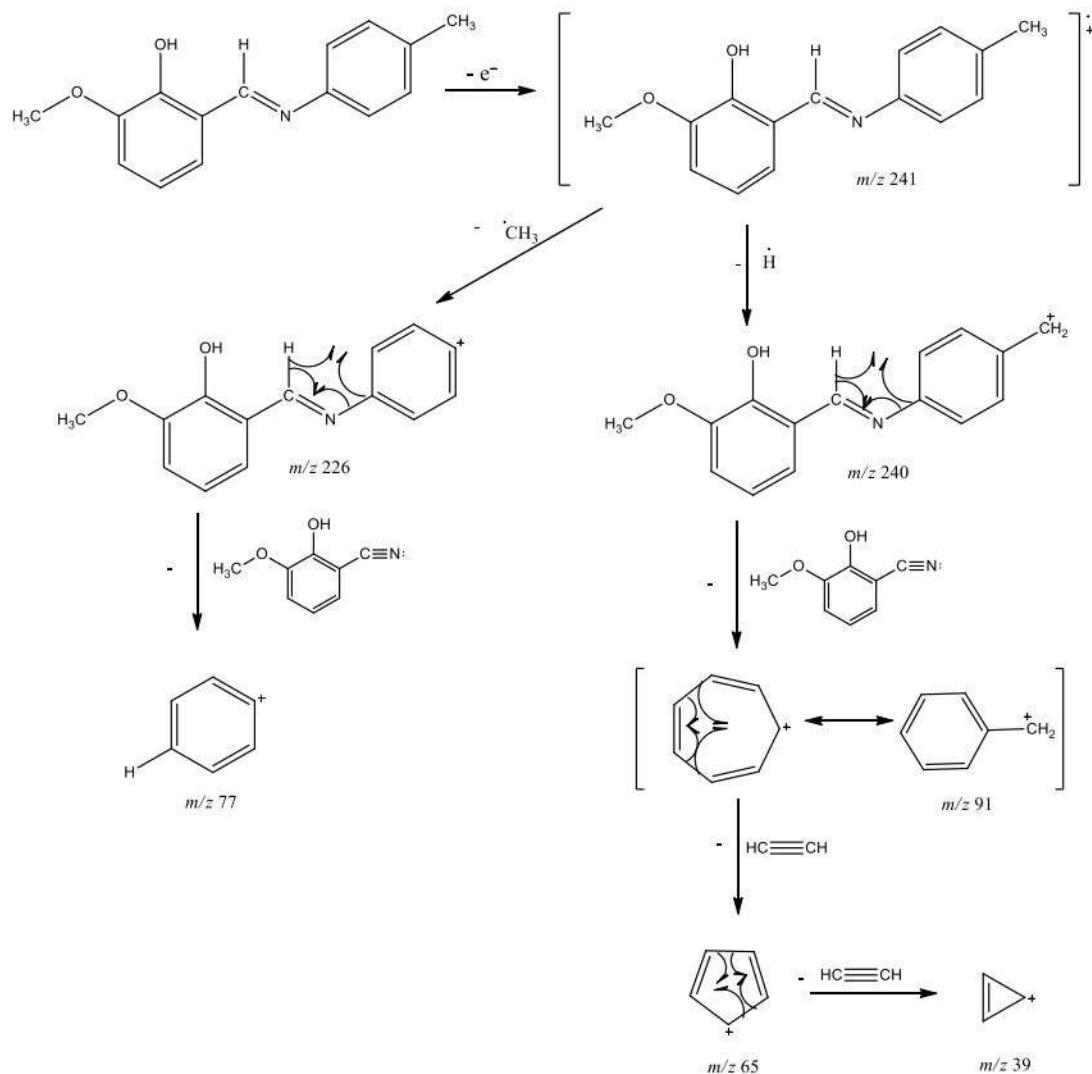
Pola fragmentasi lain:



Pola fragmentasi lain:



Pola fragmentasi lain:



Gambar 4. 7 Pola fragmentasi senyawa 2-metoksi-6-((p-tolilimino)metil)fenol

4.5 Sintesis Senyawa Kompleks Ni(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol

Sintesis senyawa kompleks dari ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dengan logam Ni(II) yang berasal dari garam $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilakukan dengan menggunakan metode penggerusan. Pada metode penggerusan terjadi proses konversi energi mekanik menjadi energi panas yang akan menyebabkan terjadinya gaya pendorong aktivasi molekul (Sana, dkk., 2012), sehingga ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dan garam logam Ni(II) akan bereaksi dan membentuk senyawa kompleks. Adapun hasil penggerusan produk sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.8 dan sifat fisik produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Sifat fisik produk sintesis

Pengamatan	R ₁	R ₂	P ₁	P ₂	P ₃
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Jingga	Hijau	Merah tua	Merah tua	Merah tua
Massa (gram)	0,4826	0,2377	0,6296	0,6513	0,6588
Titik leleh (°C)	94-96	140 ^a	110-113	110-112	110-112

Keterangan:

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

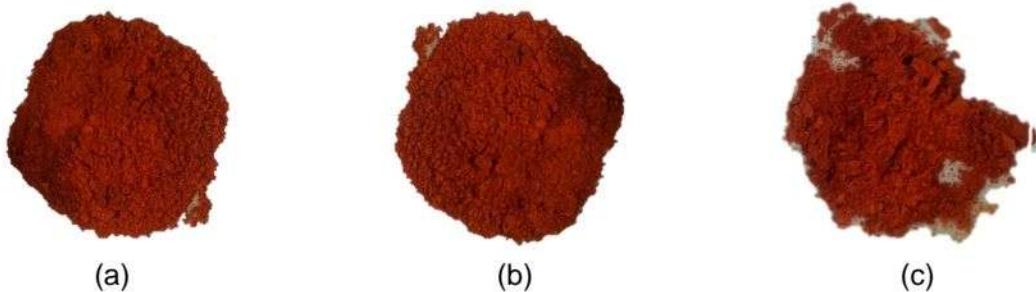
R₂ : $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

P₁ : Produk sintesis ulangan 1

P₂ : Produk sintesis ulangan 2

P₃ : Produk sintesis ulangan 3

a : merck (2021)



Gambar 4.8 Hasil penggerusan (a) ulangan 1 (b) ulangan 2 (c) ulangan 3

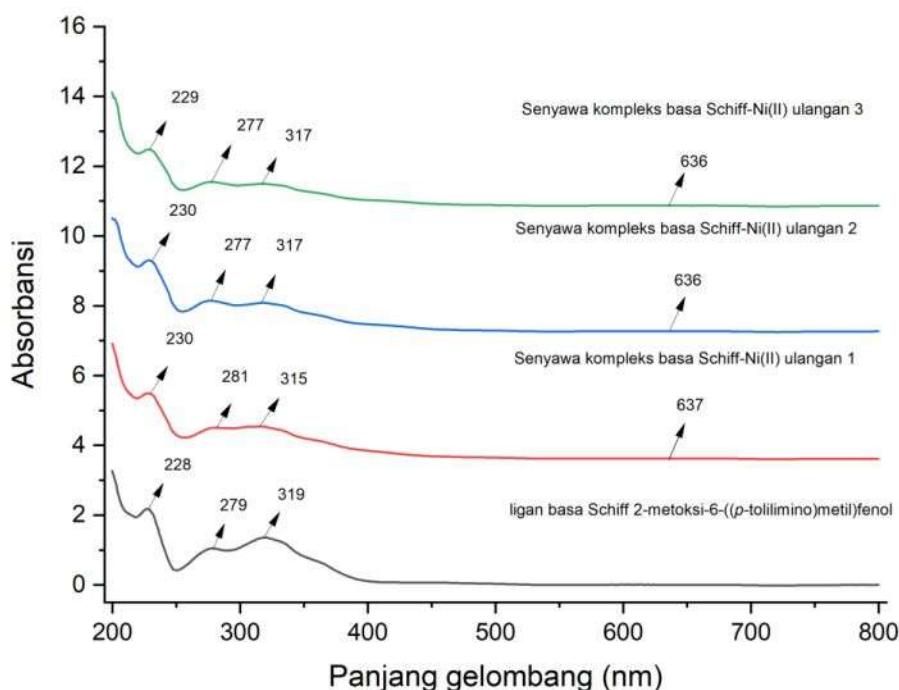
Berdasarkan hasil yang diperoleh pada Gambar 4.8 dan Tabel 4.3 diketahui bahwa senyawa kompleks hasil sintesis pada pengulangan 1; 2; dan 3 masing-masing berbentuk padatan dan berwarna merah tua. Terdapat perbedaan warna yang dihasilkan antara produk dan reaktan. Garam logam $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ berwarna hijau dan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol berwarna jingga. Selain itu, juga terjadi perubahan titik leleh dari reaktan menjadi produk yang memiliki titik leleh pada pengulangan 1; 2; dan 3 yang menunjukkan rentang 110-113°C; 110-112°C; dan 110-112°C, hal ini berbeda dengan titik leleh ligan basa

Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol yang memiliki titik leleh pada rentang 94-96°C, sedangkan garam logam NiCl₂.6H₂O sebesar 140 °C. Adanya perbedaan tersebut dapat dinyatakan bahwa telah terbentuk senyawa baru yaitu senyawa kompleks basa Schiff.

4.6 Karakterisasi Senyawa Kompleks Hasil Sintesis

4.6.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

Karakterisasi menggunakan UV-Vis bertujuan untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang maksimum antara ligan dengan senyawa kompleks. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Hasil spektra UV-Vis antara ligan dan senyawa kompleks disajikan pada Gambar 4.9 dan dirangkum pada Tabel 4.4.



Gambar 4.9 Spektra UV-Vis produk sintesis

Tabel 4.4 Hasil analisa UV-Vis dari ligan dan Senyawa kompleks

Senyawa	λ_{maks} (nm)		
	$\pi \rightarrow \pi^*$	$n \rightarrow \pi^*$	$d \rightarrow d$
Ligan basa Schiff	279 228	319	-
Kompleks basa Schiff Ni(II) ulangan 1	281 230	315	637
Kompleks basa Schiff Ni(II) ulangan 2	277 230	317	636
Kompleks basa Schiff Ni(II) ulangan 3	277 229	317	636

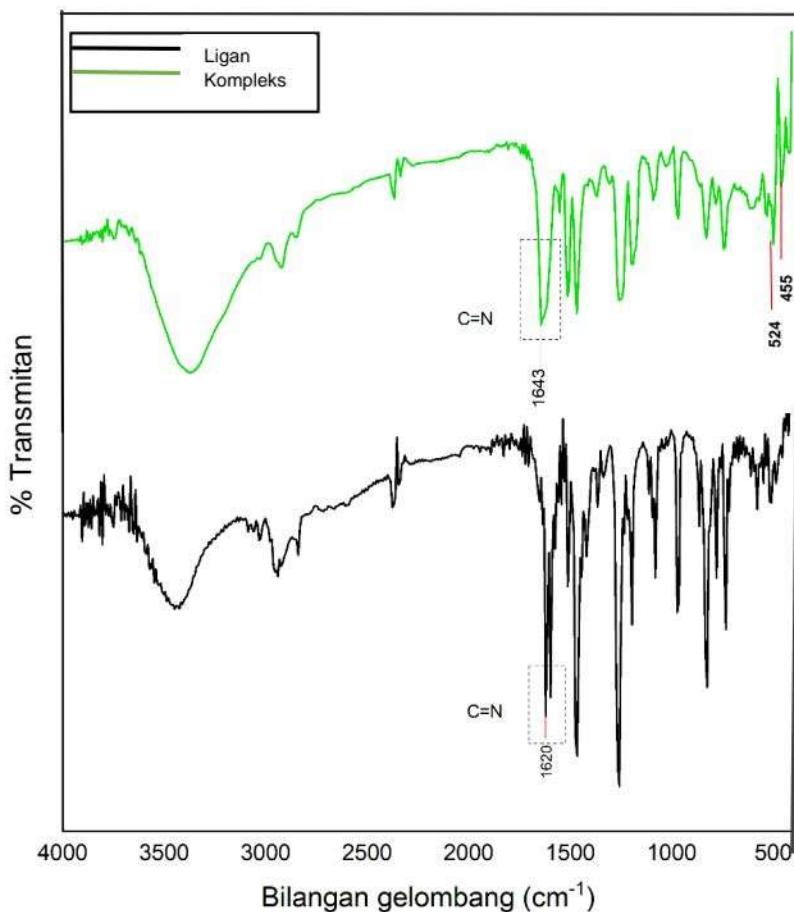
Berdasarkan Tabel 4.4 ligan basa Schiff menunjukkan serapan pada panjang gelombang pada 228, 279 dan 319 nm. Puncak pada panjang gelombang 228 dan 279 menunjukkan adanya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dari cincin aromatik, sedangkan pada panjang gelombang 319 menunjukkan adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$ dari gugus azometin (Gaballa, 2013). Sedangkan puncak-puncak serapan maksimum yang terukur dari larutan kompleks basa Schiff-Ni(II) ulangan 1 pada panjang gelombang 230 nm, 281 nm yang menunjukkan adanya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, panjang gelombang 315 nm menunjukkan adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$, dan panjang gelombang 670 nm menunjukkan adanya transisi d-d. Senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) ulangan 2 pada panjang gelombang 230 nm, 277 nm yang menunjukkan adanya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, panjang gelombang 317 nm menunjukkan adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$, dan panjang gelombang 643 nm menunjukkan adanya transisi d-d. Senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) ulangan 3 pada panjang gelombang 229 nm, 277 nm yang menunjukkan adanya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$, panjang gelombang 317 nm menunjukkan adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$, dan panjang gelombang 636 nm menunjukkan adanya transisi d-d. pada transisi d-d, elektron tereksitasi dari orbital d yang satu ke orbital d yang lain, yaitu dari orbital ${}^3A_{2g} \rightarrow {}^3T_{2g}$.

Hasil dari analisis UV-Vis menunjukkan adanya pergeseran panjang gelombang pada transisi $\pi \rightarrow \pi^*$ dan $n \rightarrow \pi^*$ dari ligan basa Schiff ke senyawa kompleks. Pada transisi $n \rightarrow \pi^*$ ligan menunjukkan serapan pada panjang gelombang 319 nm menjadi 315 nm dari senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) ulangan 1, 317 nm dari senyawa komplek basa Schiff-Ni(II) ulangan 2 dan ulangan 3. Pergeseran ini menunjukkan terjadinya pergeseran ke arah hisokromik atau ke arah panjang gelombang yang lebih pendek. Pergeseran ini disebabkan oleh interaksi pasangan elektron bebas pada ligan dengan logam pusat yang menyebabkan penurunan energi orbital no-bonding. Akibatnya, energi yang dibutuhkan untuk transisi meningkat sehingga serapan bergeser ke panjang gelombang lebih pendek (Hidayati, dkk., 2024). Selain itu, muncul serapan di daerah visible dengan intensitas rendah yang merupakan khas dari senyawa kompleks. Adanya pergeseran panjang gelombang maksimum dari ligan menjadi senyawa kompleks, serta munculnya serapan di daerah visible pada senyawa kompleks merupakan indikasi awal terbentuknya senyawa kompleks. Hal ini dibuktikan oleh penelitian Abdullah (2022) yang menunjukkan adanya pergeseran panjang gelombang 270 nm pada ligan *4-(I1-azaneyl)pyrimidin-2(1H)-one2-methoxy-4-vinylphenol* dan 345 nm pada senyawa kompleks Ni(II) serta muncul serapan pada daerah visible dengan transisi d-d pada panjang gelombang maksimum 785 nm.

4.6.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang ada dalam suatu senyawa. Produk sintesis yang dihasilkan pada pengulangan 1; 2; dan 3 masing-masing diuji pada rentang bilangan gelombang $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$. Dalam penelitian ini, karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui pergeseran bilangan gelombang dari gugus-

gugus senyawa basa Schiff menjadi gugus-gugus fungsi senyawa kompleks. Berdasarkan hasil karakterisasi UV-Vis produk sintesis ulangan 1; 2; dan 3 menunjukkan spektrum yang hampir identik, sehingga tidak diperlukan perbedaan yang signifikan diantara produk sintesis tersebut. Oleh karena itu, untuk mengoptimalkan analisis dilakukan karakterisasi FTIR dilakukan hanya satu produk sintesis. Perbandingan spektra FTIR antara senyawa kompleks dengan ligan dapat dilihat pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Perbandingan spektra FTIR ligan dan senyawa kompleks

Spektra pada Gambar 4.10 menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang dari ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol menjadi senyawa kompleks. Pergeseran bilangan gelombang yang terjadi dari ligan menjadi senyawa kompleks dapat terjadi ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah ataupun lebih tinggi (Nurdianah, 2021). Pergeseran tersebut dapat disebabkan oleh pembentukan ikatan koordinasi antara ligan basa Schiff dengan ion logam, yang mengindikasikan bahwa senyawa kompleks telah terbentuk (Rani, 2019). Perbandingan hasil spektra antara ligan dan kompleks dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Berdasarkan Tabel 4.5, serapan gugus imina (C=N) ligan basa Schiff pada bilangan gelombang 1620 cm⁻¹ dengan senyawa kompleks pada bilangan gelombang 1643 cm⁻¹ menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih besar. Serapan O-H ligan basa Schiff muncul pada bilangan gelombang 3448 cm⁻¹ dengan senyawa kompleks

pada bilangan gelombang 3379 cm^{-1} yang juga menunjukkan pergeseraan bilangan gelombang ke arah yang lebih kecil. Hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa kompleks Ni(II) yang disintesis telah terbentuk. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Yu dkk. (2009), ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol menunjukkan serapan gugus imina ($\text{C}=\text{N}$) pada bilangan gelombang 1614 cm^{-1} . Setelah berkoordinasi dengan logam Ni(II), serapan gugus imina ($\text{C}=\text{N}$) pada senyawa kompleks mengalami pergeseran ke bilangan gelombang yang lebih tinggi yaitu 1643 cm^{-1} .

Tabel 4.5 Hasil interpretasi spektra FTIR produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})		
	Ligan Basa Schiff	Senyawa Kompleks	Literatur
$-\text{OH}$ <i>stretch</i>	3448	3379	3600-3200 ^b
$\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H}$ <i>stretching</i>	3086	3032	3080-3010 ^a
$\text{C}_{\text{sp}3}\text{-H}$ <i>stretching</i>	2839	2854	2970-2800 ^b
Overtone aromatik	~1951-1681	~1951-1681	2000-1667 ^c
$\text{C}=\text{N}$	1620	1643	1645-1605 ^b
$\text{C}=\text{C}$ aromatik	1512	1512	1580-1500 ^b
$\text{C}-\text{O}$ str fenol	1257	1257	1260-1180 ^a
$\text{O}-\text{C}_{\text{sp}3}$	1465	1465	1470-1435 ^b
$\text{C}-\text{N}$	1195	1188	1280-1160 ^a
Ni-O	-	524	599-525 ^d
Ni-N	-	455	488-420 ^e

Keterangan: ^aSocrates (2001); ^bSkoog, dkk., 1998; ^cPavia, dkk., 1979; ^dAlkis, dkk., 2020; ^eMuhammad dan Kurawa, 2019

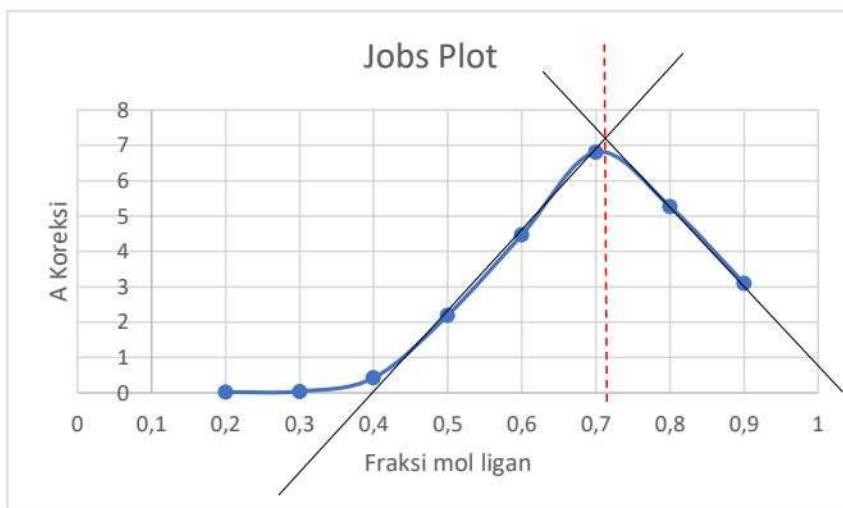
Serapan FTIR lain menunjukkan adanya serapan baru yang muncul pada bilangan gelombang 455 cm^{-1} , serapan tersebut diketahui sebagai vibrasi antara ligan dan logam. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Raji dan Bader (2024) dimana serapan baru kompleks yang menunjukkan ikatan logam (Ni-N) muncul pada bilangan 420 cm^{-1} . Pernyataan ini didukung oleh adanya pergeseran vibrasi $\text{C}=\text{N}$ dari ligan menjadi kompleks pada bilangan gelombang 1620 cm^{-1} menjadi 1643 cm^{-1} dan gugus C-N dari 1195 cm^{-1} menjadi 1188 cm^{-1} . Menurut penelitian Yusuf (2021), pergeseran tersebut menunjukkan bahwa ikatan $\text{C}=\text{N}$ menjadi lebih kuat akibat koordinasi pasangan elektron bebas pada atom nitrogen dengan ion Ni(II). Interaksi ini meningkatkan energi yang dibutuhkan untuk vibrasi, sehingga pita serapan bergeser ke bilangan gelombang yang lebih tinggi. Sementara itu, menurut penelitian Farda (2016) pergeseran bilangan gelombang pada gugus C-N mengindikasikan bahwa ikatan C-N menjadi lebih lemah yang disebabkan oleh koordinasi pasangan elektron pada atom nitrogen yang terdorong ke arah ion Ni(II).

Munculnya serapan baru pada bilangan gelombang 524 cm^{-1} dengan intensitas rendah juga menunjukkan adanya ikatan antara ion logam dan ligan yaitu ikatan Cu-O. Hal ini sesuai dengan penelitian Yu, dkk., (2009) yang menunjukkan bahwa ikatan Cu-O muncul pada bilangan gelombang 495 cm^{-1} . Pertanyaan ini didukung oleh adanya pergeseran bilangan gelombang pada gugus -OH dari 3448 cm^{-1} menjadi 3379 cm^{-1} setelah pembentukan kompleks, yang mengindikasikan adanya koordinasi antara atom oksigen dari gugus hidroksil fenolik dengan ion logam Ni(II). Koordinasi ini menyebabkan ikatan O-H menjadi lebih lemah, sehingga frekuensi vibrasinya menurun. Yu, dkk., (2009) menyatakan bahwa koordinasi atom oksigen pada gugus -OH terhadap ion logam dapat menyebabkan pita serapan -OH bergeser ke bilangan gelombang yang lebih rendah atau hilang dalam spektra FTIR. Dalam penelitian ini, pita O-H masih terdeteksi pada spektra FTIR senyawa kompleks yang menunjukkan bahwa atom hidrogen tidak mengalami deprotonasi. Dugaan ini diperkuat dengan hasil penelitian Jahan (2019) yang menunjukkan bahwa ion logam tetap berkoordinasi dengan atom oksigen pada gugus fenol, meskipun atom hidrogen tidak terdeprotonasi. Sehingga dapat disimpulkan bahwa ligan basa Schiff mengkhelat secara bidentat melalui atom nitrogen pada gugus imina dan atom oksigen dari gugus fenol, hal ini membuktikan bahwa senyawa kompleks telah terbentuk.

4.6.3 Penentuan Perbandingan Jumlah Ligan dan Logam dengan Menggunakan Metode Variasi Kontinyu (Job)

Metode variasi kontinyu (*the method of continuous variations*) atau *the method of job's* adalah suatu metode yang digunakan untuk menentukan perbandingan jumlah ligan dan logam yang terikat ketika senyawa kompleks telah terbentuk (Renny, dkk., 2013). Rumus senyawa kompleks pada metode variasi kontinyu didapatkan melalui pengamatan absorbansi pada variasi komposisi ligan-logam. Dengan mengukur absorbansi pada berbagai rasio molar antara ligan dan logam, dapat diketahui titik maksimum absorbansi yang menunjukkan rasio molar yang optimal untuk pembentukan kompleks. Hasil pengukuran absorbansi pada variasi komposisi ligan-logam dijelaskan dalam kurva yang ditunjukkan pada Gambar 4.11.

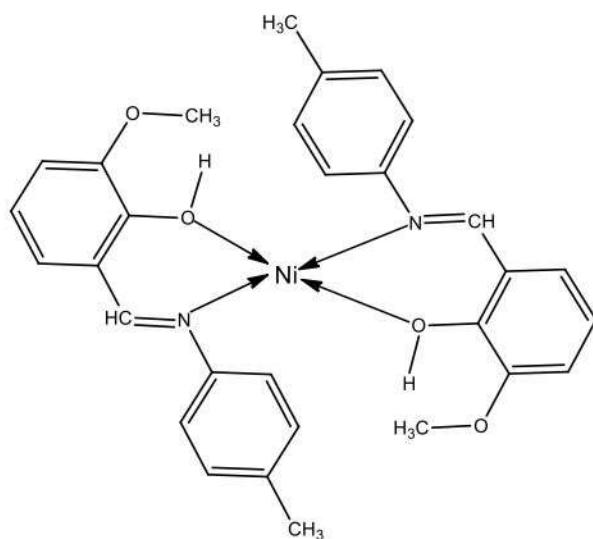
Pada Gambar 4.11 merupakan grafik A koreksi sebagai fungsi fraksi mol senyawa kompleks dari ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol yang direaksikan dengan garam logam $\text{NiCl}_{2.6}\text{H}_2\text{O}$. Pada grafik tersebut, garis singgung dapat ditarik dari sisi kiri dan kanan puncak, pertemuan kedua garis singgung ditarik titik potong ke sumbu fraksi mol ligan. Pada sumbu fraksi mol ligan didapatkan nilai fraksi mol ligan sebesar 0,71. Hasil perpotongan tersebut kemudian dihitung fraksi mol dari logam yang dijelaskan dalam lampiran 3.9. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa perbandingan mol antara ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dan logam Ni^{2+} sebesar 2:1 yang berarti 1 mol logam dapat berikatan dengan 2 mol ligan.



Gambar 4.11 Grafik hasil metode variasi kontinu (Job)

4.6.4 Prediksi Struktur Senyawa Kompleks

Berdasarkan hasil dari karakterisasi senyawa kompleks menggunakan UV-Vis, FTIR dan metode variasi kontinu diperoleh dugaan bahwa pembentukan senyawa kompleks basa Schiff melibatkan ikatan koordinasi antara ion logam Ni(II) dengan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol. Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol merupakan ligan bidentat yang dapat menyumbangkan dua pasangan elektron bebas melalui atom nitrogen pada gugus imina dan atom oksigen pada gugus fenol yang dapat didonorkan ke ion logam Ni(II). Berdasarkan teori ikatan valensi, pembentukan senyawa kompleks melibatkan reaksi antara asam Lewis dengan basa Lewis melalui ikatan kovalen koordinasi (Effendy, 2007). Ligan basa Schiff bertindak sebagai basa Lewis yang bertindak sebagai pendonor pasangan elektron bebas, sedangkan logam Ni(II) bertindak sebagai asam Lewis yang memiliki orbital kosong untuk menerima pasangan elektron bebas. Konfigurasi ion logam Ni (II) (Ar) 3d^8 memiliki 2 elektron yang tidak berpasangan dengan hibridisasi $d\text{s}^2$. Adapun dugaan struktur senyawa kompleks ditunjukkan pada Gambar 4.12.



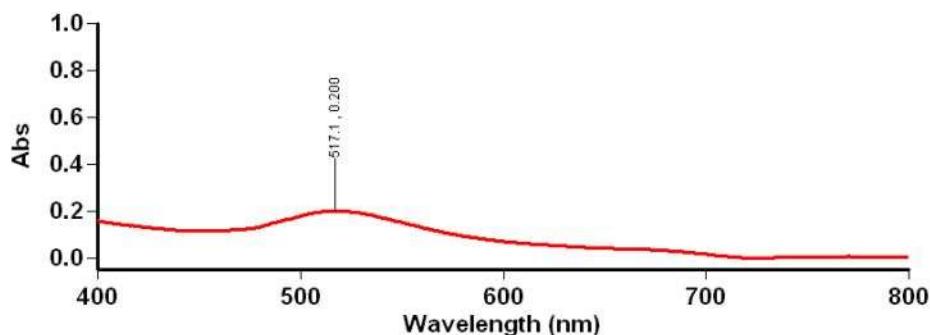
Gambar 4.12 Dugaan Struktur senyawa kompleks $[\text{Ni(II)}(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2)_2]$

Geometri bujur sangkar pada struktur senyawa kompleks mengacu pada penelitian Ahmed dan Lemos (2020) yang mensintesis ion logam $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan ligan basa Schiff *Benzophenone-2-Aminophenol*. Dugaan struktur senyawa kompleks terbentuk melalui koordinasi antara ion logam Ni(II) dengan atom O pada gugus fenol dan atom N pada gugus imina yang dimiliki oleh ligan basa Schiff. Dugaan tersebut dikarenakan ligan netral dalam mendonorkan PEB yang dipengaruhi oleh keelektronegatifan (Effendy, 2013). KEELEKTRONEGATIFAN atom O lebih besar dari atom N sehingga atom N cenderung lebih besar mendonorkan PEB dibanding atom O.

4.6.5 Uji Aktivitas Antioksidan Produk Hasil Sintesis

4.6.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum DPPH

Panjang gelombang DPPH ditentukan berdasarkan serapan maksimum larutan DPPH yang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 400-800 nm. Hasil analisis menunjukkan bahwa DPPH memiliki serapan maksimum pada $\lambda_{\text{maks}} = 517,1$ nm. Berdasarkan penelitian Shekar dan Anju (2014) radikal DPPH memiliki serapan pada 517 nm dengan warna ungu yang khas. Hasil ini digunakan untuk uji aktivitas antioksidan pada senyawa Kompleks basa Schiff-Ni(II) dan vitamin C. Spektrum UV-Vis radikal DPPH dapat dilihat pada Gambar 4.13.



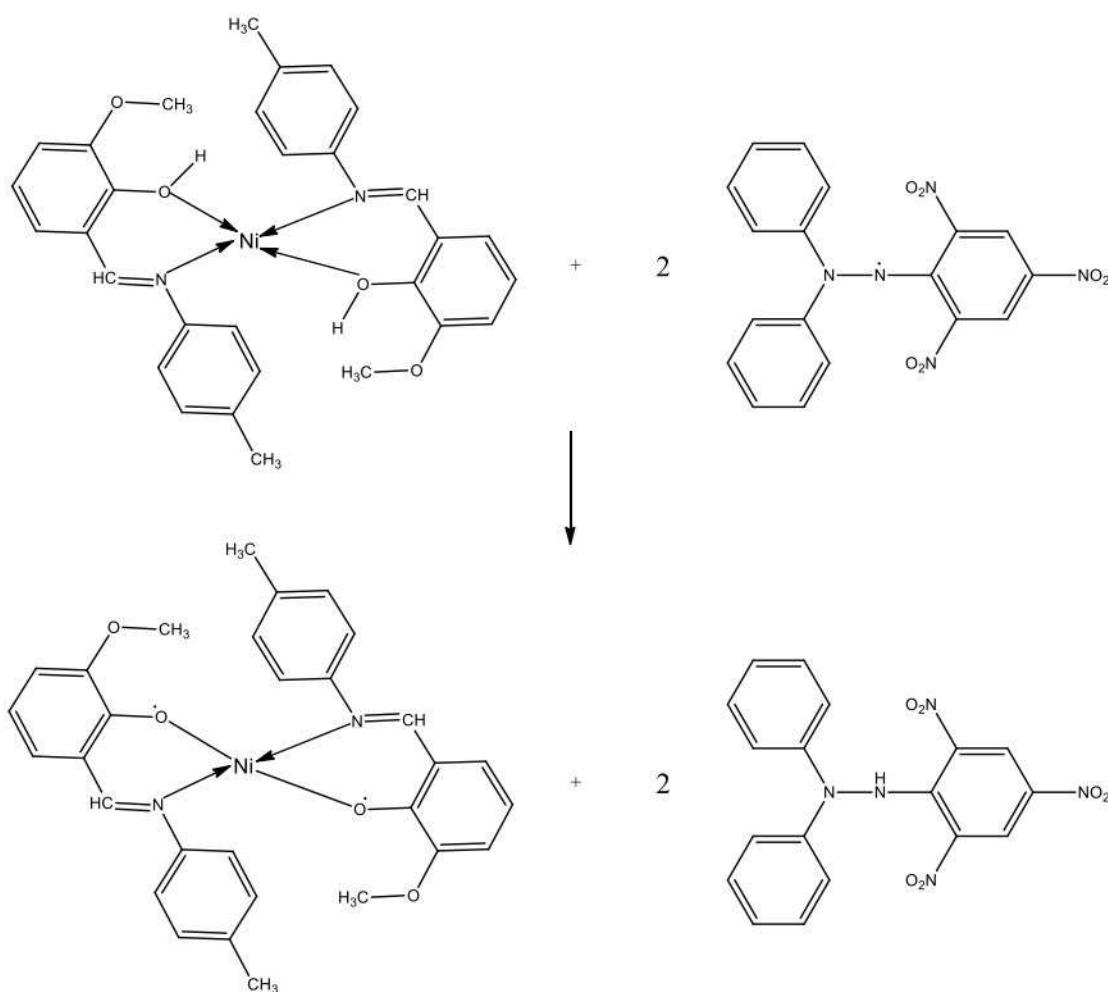
Gambar 4.13 Spektrum UV-Vis radikal DPPH

4.6.5.2 Pengukuran Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks Basa Schiff-Ni(II) dengan metode DPPH

Aktivitas antioksidan dari senyawa kompleks-Ni(II) diuji menggunakan metode DPPH dengan $\lambda_{\text{maks}} = 517,1$ nm. DPPH berperan sebagai radikal bebas yang dapat menerima radikal hidrogen dari senyawa yang memiliki aktivitas antioksidan. Adanya aktivitas donor radikal hidrogen dari suatu senyawa yang memiliki potensi akntioksidan ke radikal bebas DPPH, ditandai dengan menurunnya absorbansi DPPH hasil uji menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Secara visual, aktivitas antioksidan dari suatu senyawa dapat

diamati melalui perubahan warna larutan DPPH dari ungu menjadi kuning (Bariyyah, dkk., 2013).

Reaksi antara senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) dan DPPH merupakan reaksi redoks, dimana senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) berperan sebagai reduktor dengan mendonorkan atom hidrogen kepada radikal DPPH. Ketika DPPH bereaksi dengan senyawa yang dapat mendonorkan atom hidrogen maka akan menghasilkan bentuk tereduksi dari DPPH dan berkurangnya warna ungu (Molyneux, 2004). Hal tersebut dikarenakan elektron radikal pada struktur DPPH telah berpasangan dengan atom hidrogen, sehingga tidak terjadi delokalisasi elektron. Reaksi yang terjadi antara senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) dan DPPH ditunjukkan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Dugaan reaksi antara senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) dengan radikal DPPH

Parameter yang digunakan untuk mengetahui adanya aktivitas antioksidan suatu sampel dengan uji DPPH adalah persen aktivitas antioksidan dan nilai EC₅₀. Besarnya persen (%) aktivitas antioksidan menunjukkan kemampuan senyawa sampel dalam menghambat radikal DPPH. Nilai persen aktivitas antioksidan yang diperoleh, digunakan untuk menghitung nilai EC₅₀ senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II). Nilai EC₅₀ merupakan konsentrasi larutan

senyawa antioksidan yang dibutuhkan untuk mereduksi radikal DPPH sebesar 50%. Semakin kecil nilai EC₅₀ menunjukkan bahwa semakin kuat aktivitas antioksidan senyawa basa Schiff-Ni(II) sebagai penghambat radikal bebas. Hasil persen aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Nilai persen aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II)

Konsentrasi (ppm)	Aktivitas Antioksidan (%)
1,25	2,04 ± 0,81
2,5	36,05 ± 5,01
5	46,19 ± 0,30
10	50,42 ± 0,39
20	62,31 ± 0,04
30	68,95 ± 0,03

Hasil analisis aktivitas antioksidan berdasarkan Tabel 4.6 menunjukkan bahwa persen aktivitas antioksidan berbanding lurus dengan kenaikan konsentrasi sampel. Persen aktivitas antioksidan tersebut kemudian dihitung nilai EC₅₀ menggunakan aplikasi GraphPad Prism 8 dan diperoleh nilai EC₅₀ sebesar 100,2 ppm. Hasil uji aktivitas antioksidan senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) dibandingkan dengan reaktan ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dan vitamin C. Vitamin C digunakan sebagai pembanding dikarenakan memiliki kemampuan aktivitas antioksidan yang kuat. perbandingan ini bertujuan untuk mengetahui seberapa besar potensi antioksidan yang dimiliki senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II). Nilai EC₅₀ dari senyawa uji dan senyawa pembanding ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Nilai EC₅₀ senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) dan senyawa pembanding

Sampel	EC ₅₀ (ppm)
Senyawa Kompleks basa Schiff-Ni(II)	100,2
2-metoksi-6-((<i>p</i> -tolilimino)metil)fenol	167,4 ^a
Vitamin C	5,436

Keterangan : ^aNadhiroh (2020)

Tabel 4.7 menunjukkan nilai EC₅₀ senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) dengan pembanding berupa ligan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dan vitamin C. Berdasarkan hasil tersebut menunjukkan nilai EC₅₀ hasil uji secara berturut-turut sebesar 100,2 ppm; 167,4 ppm dan 5,436 ppm. Vitamin C memiliki nilai EC₅₀ paling rendah, hal ini menunjukkan kemampuan vitamin C dalam mereduksi radikal DPPH sangat kuat. Sedangkan nilai EC₅₀ untuk senyawa kompleks basa Schiff sebesar 100,2 ppm dan ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol memiliki nilai EC₅₀ yang lebih tinggi sebesar 167,4 ppm. Hal ini disebabkan oleh adanya efek sinergi antara pusat logam dan ligand pada struktur kompleks. Ikatan koordinasi logam memungkinkan terjadinya transfer elektron atau hidrogen secara

ganda serta stabilisasi radikal yang terbentuk, sehingga satu molekul kompleks dapat meredam dua radikal DPPH atau lebih. Dengan demikian, kompleks basa Schiff-Ni(II) memiliki aktivitas antioksidan yang lebih baik daripada ligannya. Nilai EC₅₀ senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) menunjukkan bahwa senyawa ini tergolong dalam antioksidan yang lemah. Namun tetap memiliki potensi sebagai antioksidan yang dapat meredam radikal DPPH, dibuktikan dengan persen aktivitas antioksidan yang semakin meningkat dengan meningkatnya konsentrasi.

4.7 Sintesis Ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dan Senyawa Kompleks Basa Schiff-Ni(II) Menggunakan Metode Penggerusan

Allah SWT menganugerahkan akal kepada manusia untuk memahami kebenaran dan menjalankan tugasnya sebagai khalifah di bumi. Dengan akal tersebut, manusia diberi tanggung jawab untuk menjaga keseimbangan alam serta menghindari kerusakan. Islam mengatur hubungan manusia dengan Allah, sesama manusia, dan lingkungan, sehingga pemanfaatan sumber daya alam harus dilakukan dengan bijaksana. Sebagaimana firman Allah Swt. dalam surah Al-'Imran ayat 190-191 yang berbunyi:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاحْتِلَافِ الْأَيْمَنِ وَالْأَيْمَانِ لَآيَٰتٍ لِأُولَٰئِكَ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَى
جُنُوبِهِمْ وَيَنْفَكِحُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا حَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَنَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: 190. "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal". 191 ""(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 ini menegaskan bahwa manusia diperintahkan untuk senantiasa bertafakkur atau berpikir kritis dan mendalam terhadap fenomena alam, agar dapat memetik pelajaran dan mengelola alam dengan bijaksana. Segala bentuk pengelolaan sumber daya alam harus dilakukan dengan penuh tanggung jawab, tidak melampaui batas, serta tidak menimbulkan kerusakan yang dapat merusak keseimbangan ekosistem (Shihab, 2002). Oleh karena itu, sebagai khalifah, manusia wajib memanfaatkan akal dan ilmu pengetahuan untuk kemaslahatan umat, merawat bumi, dan menjaga harmoni antara manusia, alam, dan Sang Pencipta sebagai wujud rasa syukur atas nikmat akal dan alam yang telah dianugerahkan Allah Swt. (Shihab, 2002).

Sintesis senyawa kompleks basa Schiff dari ligan 2-metoksi-6-[(*p*-tolilimino)metil]fenol dan logam Ni(II) menggunakan metode penggerusan merupakan suatu upaya yang dilakukan agar tidak merusak lingkungan. Dalam penelitian ini, metode penggerusan dipilih karena lebih

ramah lingkungan dibandingkan metode konvensional yang menggunakan pelarut organik berbahaya. Penggunaan metode sintesis hijau ini sejalan dengan prinsip Islam yang menekankan pentingnya menjaga lingkungan. Allah SWT berfirman dalam surah Ar-Rum ayat 41 yang berbunyi:

ظَاهِرُ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ إِمَّا كَسَبُوهُ إِنَّمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيَذِيقَهُمْ بَعْضُ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

“Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan perbuatan tangan manusia. (melalui hal itu) Allah membuat mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka agar mereka kembali (ke jalan yang benar).

Ayat di atas menjelaskan bahwa kerusakan yang terjadi di darat dan di laut merupakan akibat dari ulah tangan manusia sendiri. Allah SWT menampakkan sebagian dari dampak kerusakan tersebut sebagai peringatan, agar manusia menyadari kesalahan dan kembali ke jalan yang benar. Ayat ini mengandung pesan bahwa menjaga keseimbangan dan kelestarian alam adalah tanggung jawab manusia, dan kerusakan lingkungan merupakan bentuk penyimpangan dari amanah tersebut. Dengan demikian, Islam mendorong manusia untuk tidak berbuat kerusakan dan senantiasa memperbaiki bumi sebagai wujud kepatuhan kepada perintah Allah. (Shihab, 2002).

Manusia memiliki kewajiban untuk menjaga keseimbangan alam dan menghindari tindakan yang dapat merusak lingkungan. Oleh karena itu, sebagai ilmuwan muslim memiliki tanggung jawab dalam mengembangkan metode yang lebih ramah lingkungan guna mengurangi dampak negatif terhadap bumi. Dalam penelitian ini, metode sintesis penggerusan dipilih sebagai metode yang lebih berkelanjutan dibandingkan metode konvensional yang menggunakan pelarut organik berbahaya. Metode ini lebih sesuai dengan nilai-nilai Islam menekankan pentingnya menjaga lingkungan, karena mengurangi produksi limbah kimia yang dapat mencemari alam.

BAB V **PENUTUP**

5.1 Kesimpulan

- Kesimpulan yang diperoleh berdasarkan hasil penelitian adalah:
1. Senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) pada ulangan 1; 2 dan 3 masing-masing memiliki karakter fisik berbentuk padatan berwarna merah tua dengan titik leleh sebesar 110°C-113°C; 110°C-112°C dan 110°C-112°C. Hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis menunjukkan bahwa antara senyawa kompleks dan ligan terjadi pergeseran bilangan gelombang maksimum secara berturut-turut pada transisi $n \rightarrow \pi^*$ sebesar 319 nm menjadi 315 nm dan 317 nm, serta munculnya transisi d-d pada panjang gelombang 636 nm dan 637 nm. Perbandingan hasil karakterisasi FTIR ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dengan kompleks basa Schiff-Ni(II) menunjukkan adanya pergeseran pada gugus imina (C=N) dari 1620 cm⁻¹ menjadi 1643 cm⁻¹. Serapan lain muncul pada bilangan gelombang 524 cm⁻¹ (Ni-O) dan bilangan gelombang 455 cm⁻¹ (Ni-N). Melalui metode variasi kuntinyu (Job), dapat diketahui perbandingan logam dengan ligan ialah 1:2 dimana satu logam dapat mengikat 2 ligan basa Schiff.
 2. Hasil Uji antioksidan senyawa kompleks basa Schiff Ni(II) dari ligan 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol) dan logam NiCl₂.6H₂O terhadap DPPH memiliki aktivitas antioksidan dengan nilai EC₅₀ = 100,2 ppm, lebih kuat daripada ligannya.

5.2 Saran

- Adapun saran yang dapat diberikan, antara lain:
1. Karakterisasi menggunakan XRD untuk menentukan struktur kristal dan informasi mengenai susunan atom dalam senyawa kompleks.
 2. Karakterisasi menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui persebaran unsur penyusun senyawa kompleks basa Schiff-Ni(II) dan mengetahui perbandingan jumlah unsur untuk memperkuat penentuan struktur senyawa kompleks .

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Q. R., & Mustafa, Z. M. (2022). Synthesis and characterization of new Schiff bases complexes with ions elements (Co(II), Ni(II), Cu(II) Mn(II), Zn(II),) and evaluation of the bacterial activity. *International Journal of Health Sciences*, 6(S3), 10849–10871.
- Abid, A. A., Obaid, R., Rehman, W dan Kashif, M. 2020. Ultrasonic Assisted Synthesis, Characterization and Bioactivity Assessment of Novel Piperonal Based Schiff Base and Its Metal Complexes. *Iran. J. Chem. Chem. Eng.* 39(2):105-111.
- Abu-Dief, A. M., Ibrahim, M. A dan Mohamed. 2015. A Review on Versatile Applications of Transition Metal Complexes Incorporating Schiff Bases. *BeniSuef University Journal of Basic and Applied Sciences*. 4(2):119-133.
- Akramullazi, A., Mst, Sabiha, S., Md, Kudrat-E-Z., Md, Ali, A., C. M. Zakaria dan Md, Faruk, H. 2024. Synthesis and Characterization of Novel Schiff Base Complexes of Cu (II), Cd (II), Ni (II), and Co (II) Ions with N,-(4-Nitrobenzylidene)Isonicotinohydrazide. *Int. Res. J. Pure and Appl Chem.* 25(3): 55-67.
- Alkış, M. E., Buldurun, K., Turan, N., Alan, Y., Yılmaz, U. K., & Mantarçı, A. 2020. Synthesis, Characterization, Antiproliferative of Pyrimidine Based Ligand and its Ni(II) and Pd(II) Complexes and Effectiveness of Electroporation. *Journal of Biomolecular Structure and Dynamics*, 40(9), 4073–4083.
- Alti, R. M. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Nikel (II) dengan Ligand 4,7-Diazadecanediamide Variasi Anion NO_2^- , SCN^- , dan OH^- . *Tesis. Program Studi Magister Kimia Institut Teknologi Bandung*.
- Anand, P., dkk., 2012. Schiff Base: A Review on Biological Insights. *International Journal of Drugs Design and Discovery*. 3(3): 851-868.
- Ashraf, M.,A., Mahmoud K., Wajid A. 2011. *Synthesis, Characterization and Biological Activity of shiff base*. Singapore: IACSIT Press. Vol. 10.
- Aspi, A. 2013. Analisis Data Spektrum Spektroskopi FT-IR untuk Menentukan Tingkat Oksidasi Polianilin. *Jurnal Prisma Fisika*. 1(2) : 92-96.
- Awelope, R. O., Ikechukwu P. E., Hadley, S. C. 2023. Schiff base metal complexes as a dual antioxidant and antimicrobial agents. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*. 13(03): 132-140.
- Bariyyah, S.K., Fasya, A.G., Abidin M., dan Hanapi, A. 2013. Uji Antioksidan Terhadap DPPH dan Identifikasi Golongan Senyawa Aktif Ekstrak Kasar Mikroalga Chlorella sp. Hasil Kultivasi dalam medium Ekstrak Tauge. *Alchemy*, 2(3): 150-204.
- Bhai, D., Girija, C.R., and Reddy, R. 2014. Green Synthesis of Novel Schiff Bases Derivired from 2,6 Diamino Pyridine characterization and Biological Activity. *Journal of Advances in chemistry*. 10(5): 2705-2710.
- Chaluvaraju dan Zaranappa. 2011. Synthesis and Biological Evaluation of Some Isatin Derivatives for Antimicrobial Properties. *Research Journal of PharmatChemical*. 2(1): 541-546
- Bulut, I., Ibrahim U., Canan K. 2009. Spectroscopic and Structural Study of Ni(II) Dipicopinate Complex with 2-Amino-4-methylpyrimidine. *Turk. J. Chem.* Vol. 33. 1-8.

- Chasanah, U. C., Didik S.W., dan Nies S. M. 2015. Sintesis Elektrokimia Kompleks Cu(II)-Basa Schiff N-Benziliden Anilin dan Uji Aktivitas sebagai Antibakteri terhadap Escherichia Coli dan Staphylococcus Aureus. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*.18(1)
- Chigurupati, S. 2015. Designing New Vanillin Schiff Base and Their Antibacterial Studies. *Journal of Medical and Bioengineering*. 4(5): 363-366.
- Chinelo, A. O., Oviawe A. P., Olajide O. O., Afolayan M. O., Adediran O. 2021. Solvent-free Synthesis and Characterization of Cu(II), Co(II) and Ni(II) Compelexes of 2-(3-phenylallylidene)thiosemicarbazide. *Journal of Science and Mathematics Letters*. 9(1): 11-18.
- Cotton, F. A.M wilkinson. G. 1984. *Kimia Anorganik Dasar,(terjemahan)*. Jakarta: UI Press.
- Cotton, F.A., dan Wilkinson, G. 1989. *Kimia Anorganik I*. Jakarta : Universitas Indonesia
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang:Andalas University Press.
- Day, M. C., dan J. Selbin. 1985. *Theoretical Inorganic Chemistry*. Second edition. Eat-West Press. New Delhi.
- Effendy. 2007. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi*. Edisi Pertama. Bayu media Publishing. Malang.
- Faghih, Z., Neshat A., Wojtczak A., Faghih Z., Z. Mohammadi, and S. Varestan. 2017. Palladium (II) complexes based on Schiff base ligands derived from ortho- vanillin; synthesis, characterization and cytotoxic studies. *Inorganica Chimica Acta*.
- Farda, E. 2016. Sintesis, Karakterisasi dan Uji Bioaktivitas Kompleks dari Ion Logam Cu(II) dengan Ligan 2,6-Bis(4-Nitrobenzamido)piridin. *Tesis*. Program Magister Kimia Anorganik, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Fitri, N. L. 2020. Perbandingan Metode Refluks, Penggerusan, Pengadukan dan Sonikasi pada Sintesis Basa Schiff dari o-Vanillin dan p-Toluidina. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Hanapi, A., Rahmawati N., Sri A. N., Ainun N., Fatin, O. 2024. Syntheses, Characterization, Antioxidant Activity, and Toxicity Evaluation of Schiff Base from O-Vanillin. *J.Pure App. Chem. Res.* 12(1): 1-10.
- Harahap, H. W. 2017. Sintesis Senyawa Kompleks Co(II) dengan Ligan 2-Metil Imidazol dan 2,4,5 Trifenil-1H-Imidazol sebagai Agent anti Kanker. *Tesis*. Program Magister Bidang Keahlian Kimia Anorganik Departemen Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Harris, N. V., Smith, C., Ashton, M. J., Bridge, A. W., Bush, R. C., Coffe, E. C. J., Dron, D. I., Harper, M. F., Lythgoe, D. J., Newton, C. G., Riddell, D. 1992. AcylCoA:cholesterol O-acyl transferase (ACAT) inhibitors 2(alkylthio)-4,5-diphenyl-1H-imidazole ase potent inhibitors of ACAT. *Journal Medicinal Chemistry*. 43844392.
- Hart, Harild, L.E. Craine, D.J. Hart. 2012. *Organic Chemistry*. United States: Houghton Mifflin Pub.Co.
- Hasan, Md. R., Mohammad A. H., Md., A., S., Mohammad, N. U. 2016. Nickel complexes of Schiff bases derived from mono/diketone with anthranilic acid: Synthesis,

- characterization and microbial evaluation. *Journal of Taibah University for Science*. 10: 766-773.
- Hidayati, N., Erika, D., Desnelli, D., Nova Y., Muhammad S., Umi N. 2024. Synthesis and Characterization of Schiff Base from 4,4-Diaminodiphenyl Ether and Vanillin and its Interaction with Cu²⁺ Metal ion. *Indonesian Journal of Fumdamental and Applied Chemistry*. 3(5): 163-169.
- Himaja, M., Poppy, D. dan Asif, K. 2011. Green Technique Solvent Free Synthesis and It's Advantages. Review. IJRAP, 2(4): 1079-1086.
- Iqbal, M. 2016. Mewujudkan Kesadaran Energi Melalui Konsep Khalifah Fi al-'Ard. *Jurnal Penelitian*. 13(2): 187-200.
- Jahan, Farheen. 2019. Structural Characterization of Newly Synthesized Ln(III) Nitrate Complexes with o-vanillin and p-toluidine Derivatives. *International Journal of Advanced Academic Studies*, Vol 1, No.1.
- Junaidi. 2017. Spektrofotometer UV-Vis untuk Estimasi Ukuran Nanopartikel Perak. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. 5(1) : 97-102.
- Khalil, M. M. H., Eman, H. I., Gehad, G. M., Ehab, M. Z., Ahmed B. 2012. Synthesis and Caracterization of a novel schiff base metal complexes and their application in determination of iron in different types of natural water. *Open Journal of Inorganic Chemistry*, 2, 13-21.
- Khartik, A. D., D. S., K. G., I. M. 2021. Greem approach to synthesize, spectral investigation and biological applications of potentially active ternary schiff base copper (II). *Material Today: Proceedings*. 43: 2389-2396.
- Khasanah, N.N., ramadhanti, N., Tamako, P.D., Steephanny E.A., dan Nurohmah D. 2015. Studi Aplikasi Metode Spektrofotometri pada Penentuan Kandungan Logam Besi dalam Sampel Air. *Skripsi*. Bandung: UIN Sunan Gunung Djati.
- Kirkan dan Ramazan. 2008. Synthesis of New Azo Dyes and Copper(II) Complexes Derived from Barbituric Acid and 4-Aminobenzoylhydrazone. *Turkish Journal of Chemistry*, 32(1),9-17.
- Kuamr, K. S., Varma, C. P., Reena, V. N., & Aravindakshan, K. K. (2017). Synthesis, characterization, cytotoxic, anticancer, and antimicrobial studies of novel Schiff base ligand derived from vanillin and its transition metal complexes. *Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 9(8), 1317-1323.
- Kuscahyani, A. W. (2012). Kompleks Tembaga piridin-2,6dikarboksilat: Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antikanker terhadap Sel Kanker Kolon. *Skripsi*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Lee, J.D. 1994. *Concise Inorganic Chemistry*. Fourth edition. Chapman and Hall. London
- Lever, A. B. P. (1984). *Inorganic Electronic Spectroscopy*. Elsevier.
- M. Muhammad dan Kurawa, M. A. 2019. Solid-State Synthesis, Characterization and Antimicrobial Studies of Ni(II), Co(II) dan Cu(II) Complexes 1-(4-nitrophenyl)imino)methyl)napohthalen-2-ol. *ChemSearch Journal*. 10(1): 38-45.

- Madhavi, K., dan Kavya T. 2017. Synthesis of Novel 5-Aminosalicylic Acid Schiff Bases By Grinding Method: Evaluation for in Vitro Antioxidant and Antibacterial Activities. *International Research Journal of Pharmacy* 8(2).
- Molyneux, P. 2004. The use of the stable free radical diphenylpicryl- hydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Journal of science and Technology*, 26(2): 211-219.
- Mumtazah, L. K. 2024. Sintesis Hijau dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Fe(III) dengan Ligand Basa Schiff 2-metoksi-6(((4-Metoksifenil)imino)methyl)fenol menggunakan Metode Penggerusan pada Variasi Waktu 10; 20; dan 30 menit. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Nadhiroh, A. 2020. Uji aktivitas antioksidan dan toksitas 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.
- Naik, A. D., S. M. Annigeri, U. B. Gangadharmath, V.K. Revankar dan V. B. Mahale. 2002. *The stereochemical Diversity of new SNONS binucleating ligand towards 3d metal ion*. Acta A Molar Bioloekul Spectroscopy. 17131719.
- Noviarty, N., dan Anggraini, D. 2013. Analisis Neodium Menggunakan Metoda Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal BATAN*. (11): 9-17.
- Noviyanto, F., Tjiptasurasa, T., dan Utami, P.I. 2014. Ketoprofen, penetapan Kadarnya dalam Sediaan Gel dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Farmasi Indonesia*. 11(1) : 1-8.
- Nurdianah. 2021. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Co(II)-Disianamida-Niasinamida dengan Metode Larutan. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya.
- Ommenya, F. K., Nyawade, E. A., Andala, D. M., & Kinyaa, J. (2020). Synthesis, characterization, and antibacterial activity of Schiff base, 4-chloro-2-[(E)-[(4-florophenyl)imino]methyl]phenol metal (II) complexes. *Hindawi Journal of Chemistry*. Volume 2020, Article ID 1753358.
- Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S. 1979. *Introduction To Spectroscopy: A Guide For Students Of Organic Chemistry*. United states: W. B. Saunders Co.
- Pavia, D. L., Lampman., G. M., Kriz, G. S., Vyvyan, J. R. 2001. *Introduction to Spectroscopy Fourth Edition*. Brooks/Cole Cengage Learning, United State.
- Raji, S. Q. & Bader, A. T. 2024. Synthesis and Characterization of Ni(II) Schiff Base Complex as a Precursor for NiO Nanoparticles and an Investigation of Their Corrosion Inhibition. *Science and Technology Indonesia*, 9(4):914-928
- Rasyda Y. A., Mudhita K. W., Soerya D. M., Sentot B. R. 2021. Synthesis, Characterization and Antibacterial Properties of Nickel(II) Complex with 4-aminoantipyrine Ligand. *Indones. J. Chem.*, 21(2): 391-399.
- Rohman, A. A., dan Ahsan M. W. F. 2022. Relasi Manusia dengan Alam dalam Tafsir Al-Ibriz dan Al-Misbah. *Kontemplasi: Jurnal Ilmu-Ilmu Ushuluddin*. 10 (2)
- Sana, Sand Midro KR Rajanna, K. C., Venkateswarlu M., dan Ali Mir M. 2012 Mortar-Pastle and Microwave Assisted Regioselective Nitration of Aromatic in Presence of Certain Group V and VI Metal alts under Solvent Free Conditions. *International Journal of Organic Chemistry*.

- Sani, S. 2017. A Convenient Method to Synthesis and Characterization of Ni(II) and Zn(II) Schiff Base Complexes. *International Journal og Innovative Research & Development.* 6(12): 156-160.
- Sankari, G., Kriahnamoorthy, E., Jayakumaran, S., Gunaeakaran, S., Priya, V.V., Subramanlam, S. dan Mohan, S.K. 2010. Analysis of Serum Immunoglobulins Using Fourier Transform Infrared Spectral Measurements. *Biol. Med.* Volume 2, Nomor 3: 42-48.
- Sebastian, O. Dan Thapa, A., 2015. Schiff Base metal complexes of Ni, Pd and Cu. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research.* 7 (10): 953-963.
- Sembiring Z., Hastiawan. L., Zainudin, A., and Bahti, H.H. 2013. Sintesis Basa Schiff Karbazona Variasi gugus fungsi: uji kelarutan dan analisis Struktur Spektroskopi UVVis. *semirata FMIPA UNILA.* 484-487.
- Shekhar, T.C. dan Anju, G. 2014. Antioxidant Activity by DPPH Radical Scavenging Method of Ageratum conyzoides Linn. Leaves. *American Journal of Ethnomedicine,* 1(4): 244-249.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah: Pesan, kesan dan keserasian Al-Qur'an.* Jakarta: Lentera Hati
- Shihab, M. Q. 2017. *Tafsir Al-Misbah; Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-qur'an.* Vol 2. Tangerang: Lentera Hati. Shriner, R. L., Herman, C. K. F., Morril, T.C., Curtin, D. Y., dan Fuson, R. C. 2004. *The Systematic identification of Organic Compounds, 8 th ed.* John Wiley & Sons, ins.
- Shriver, D. F and P. W. Atkins. 1940. *shriver and Atkins Inorganic Chemistry.* W.H freeman and Co., c2006. Newyork.p.822.
- Skoog, A. D., F. James Holler, Stanley R. Crouch. 1998. *Principles Of Instrumental Analysis Seventh Edition.* USA: Cengage Learning.
- Sounni, B. E., Asmae, N., Aziz, B., Ibtissam, E., Mohamed, B., Fouzia R. F., Mohamed, E. Y., Noureddine, E. M., and Mohammed F. 2023. Synthesis, Characterization, Antioxidant and Antibacterial Activities of Six Metal Complexes Based Tetradentate Salen Type Bis-Schiff Base. *Biointerface Research in Applied Chemistry.* 13(4),333.
- Sholikhah, M. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Asam 3-(4-Klorobenzoamido)-4-Metil Benzoat. *Skripsi.* Fakultas Farmasi Universitas Jember
- Sukardjo. 1997. *Kimia fisika.* Rineka Cipta. Yogyakarta.p.155.
- Sulaiman, Z., Na'aliya, J., & Umar, A. A. (2019). Solid state synthesis, characterization and antimicrobial studies of Co(II) and Ni(II) metal complexes with Schiff base derived from L-valine and vanillin. *Bayero Journal of Pure and Applied Sciences,* 12(1), 638-650.
- Svehla. 1979. Buku Ajar Vogel: *Analisis Anorganik Kuantitatif Makro dan Semimikro.* Jakarta: PT. Kalman Media Pusaka.
- Tadele, K.T. 2017. Antioxidant Activity of Schiff Bases and Their Metal Complexes: A Recent review. *J. Pharmaceutical and Mendicinal Research.* 3(1): 73-77.
- Taufiqurrahman. 2022. Sintesis dan Karakterisasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol sebagai inhibitor korosi menggunakan *Electrochemical*

Impedance Spectroscopy (EIS). Skripsi. Program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

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.

Vibhute, A.Y., Zangade, S.B., Chavan, S.B ., & Vibhute, Y.B. (2011). A one pot synthesis of 1,3-benzoxazines from Schiff's bases. *Der Pharmacia Sinica*, 2(5), 2017-2022.

Willard, H. H., Merritt, L. L., Dean, J. A., dan Settle, F. A. 1998. *Instrumental Methods of Analysis* Edisi Ketujuh. New Delhi: CBS Publishers and Distributors.

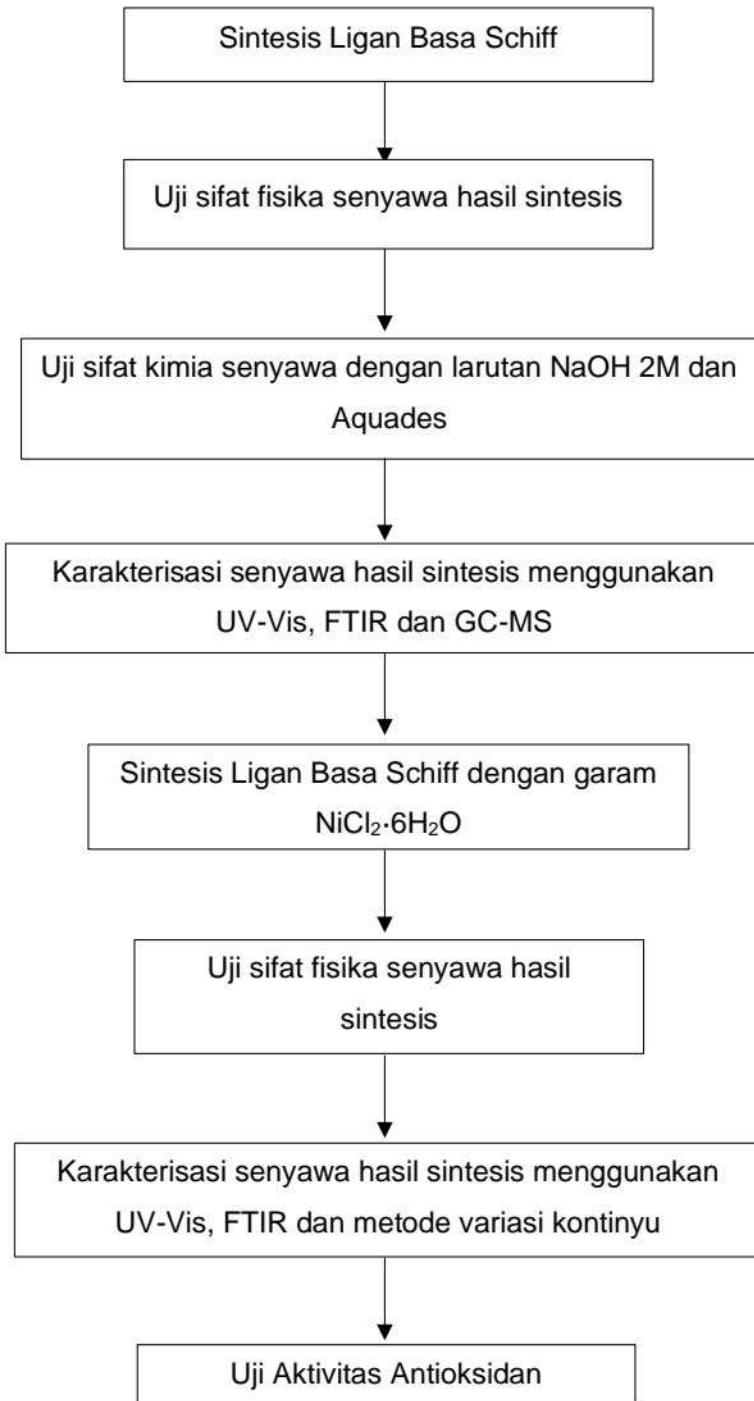
Xavier, A dan Srividhya, N. 2014. Synthesis and Study of Schiff Base Ligands. *IOSR Journal of Applied Chemistry*. 7(11): 6-15.

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

Yusuf, T. L., Oladipo, S. D., Zamisa, S., Kumalo, H. M., Lawal, I. A., Lawal, M. M., & Mabuba, N. 2021. Design of New Schiff-Base Copper(II) Complexes: Synthesis, Crystal Structures, DFT Study, and Binding Potency toward Cytochrome P450 3A4. *ACS Omega*, 6(21): 13704–13718.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian



Lampiran 2. Diagram Alir

L.2.1 Sintesis Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metilfenol menggunakan Metode Penggerusan

o-Vanilin dan p-Toluidina

- ditimbang o-Vanilin sebanyak 3,0737 g dan p-toluidina sebanyak 2,1868 g
- dimasukkan kedalam mortar
- digerus menggunakan alu pada suhu ruang selama 30 menit
- dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan
- ditimbang dan dihitung rendemen produk sintesis
- diamati sifat fisiknya berupa bentuk dan warna

Hasil

L.2.2 Uji Titik Leleh Produk Sintesis menggunakan *Melting Point Apparatus (MPA)*

Produk Hasil Sintesis

- diambil secukupnya produk hasil sintesis
- dimasukkan dalam pipa kapiler
- dimasukkan kapiler kedalam blok kecil di atas blok termometer
- dinyalakan heating control dengan memutar pemutar suhu hingga 20°C /menit
- diturunkan suhu menjadi 10°C/menit ketika suhu pada termometer mencapai 60% dari titik leleh teori
- diturunkan suhu menjadi 1°C/menit, ketika suhu pada termometer kurang 15%°C dari titik leleh teori
- diamati proses pelelehan sampel pada kaca pengamatan sambil dilihat suhu pada termometer

Hasil

L.2.3 Uji Sifat Kimia Produk dengan Larutan Akuades dan NaOH 2M

Produk Hasil Sintesis

- dimasukkan ligan basa Schiff dalam 2 tabung reaksi yang berbeda
- ditambahkan 2 mL akuades pada tabung reaksi pertama
- ditambahkan 2 mL NaOH 2M pada tabung reaksi kedua
- dikocok
- diamati perubahan yang terjadi

Hasil

L.2.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

Produk Hasil Sintesis

- dilarutkan senyawa hasil sintesis kedalam etanol dengan konsentrasi 0,5 mM
- dimasukkan kedalam kuvet
- dianalisis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm
- dicatat λ_{maks} yang didapatkan

Hasil

L.2.5 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Produk Hasil Sintesis

- diambil 0,05 g produk dan KBr dengan perbandingan 2:98
- digerus campuran produk dan KBr dalam mortar agate
- dipress membentuk pelet
- diletakkan campuran dalam sel holder
- dilewatkan berkas sinar inframerah pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1}
- diamati hasil spektra IR yang diperoleh

Hasil

L.2.6 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS

Produk Hasil Sintesis

- diambil 0,1 g senyawa hasil sintesis
- dilarutkan dengan kloroform dengan konsentrasi 20.000 ppm
- diinjeksikan ke dalam instrumen GC-MS dengan kondisi operasional sebagai berikut :

Jenis Kolom	: Rtx 5
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: Gain Mode
Oven	: terprogram 70°C (5menit) → 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) 7- eV</i>

- diamati pola kromatog yang dihasilkan

Hasil

L.2.7 Sintesis Senyawa Kompleks Ni(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan

Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metil)fenol dan garam NiCl₂·6H₂O

- ditimbang Ligan 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metil)fenol sebanyak 0,4826 g dan garam NiCl₂·6H₂O sebanyak 0,2389 g
- dimasukkan kedalam mortar
- digerus menggunakan alu pada suhu ruang selama 30 menit
- dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan
- ditimbang dan dihitung rendemen produk sintesis
- diamati sifat fisiknya berupa bentuk dan warna dan titik leleh menggunakan MPA

Hasil

L.2.8 Karakterisasi Senyawa Kompleks

L.2.8.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

Produk Hasil Sintesis

- dilarutkan senyawa hasil sintesis kedalam etanol dengan konsentrasi 0,5 mM
- dimasukkan kedalam kuvet
- dianalisis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm
- dicatat λ_{maks} yang didapatkan

Hasil

L.2.8.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

Produk Hasil Sintesis

- diambil 0,05 g produk dan KBr dengan perbandingan 2:98
- digerus campuran produk dan KBr dalam mortar agate
- dipress membentuk pelet
- diletakkan campuran dalam sel holder
- dilewatkan berkas sinar inframerah pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹
- diamati hasil spektra IR yang diperoleh

Hasil

L.2.8.3 Penentuan Perbandingan Jumlah Ligand dan Logam menggunakan metode Variasi Kontinyu (job)

Ligan basa Schiff dan $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

- ditimbang 0,0238 g $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 0,0241 g ligan basa Schiff
- dilarutkan masing-masing ke dalam etanol hingga menjapai tanda batas pada labu ukur 100 mL
- dimasukkan larutan induk dalam tabung reaksi sesuai variasi volume pada Tabel 3.1
- divortex selama 2 menit pada tabung 2-10
- diambil masing-masing 2 mL pada tabung 1-11
- dimasukkan ke dalam tabung reaksi berbeda
- ditambahkan 3 mL etanol pada masing-masing tabung reaksi
- diukur absorbansi pada λ maks kompleks
- data absorbansi yang didapat dimasukkan dalam rumus A koreksi
- diplotkan menggunakan excel
- ditarik garis pada grafik yang didapat dan dicari titik potong pada sumbu x
- dibandingkan fraksi mol logam dengan ligan

Hasil

L.2.9 Uji Antioksidan Senyawa Kompleks dengan Metode DPPH

L.2.9.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Etanol

- dimasukkan 3 ml ke dalam tabung reaksi
- ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL
- ditutup tabung reaksi dengan aluminium foil
- diukur absorbansi DPPH menggunakan spektrofotometer UV-Vis
- dicatat hasil pengukuran λ maks untuk digunakan pada tahap selanjutnya

Hasil

L.2.9.2 Pembuatan Larutan Kontrol

Etanol

- dimasukkan 3 mL ke dalam tabung reaksi
- ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL
- ditutup tabung reaksi dengan aluminium foil
- diinkubasi dalam ruang gelap selama 30 menit
- diukur absorbansi DPPH menggunakan spektrofotometer UV-Vis

Hasil

L.2.9.3 Pengujian Aktivitas Antioksidan Senyawa Kompleks Basa Schiff

Larutan Stok Kompleks basa Schiff 50 ppm

- dibuat variasi konsentrasi yaitu 12,5; 25; 50; 100; 200; 500 ppm
- disiapkan 6 tabung reaksi
- dimasukkan pada masing-masing tabung reaksi 3 mL dengan konsentrasi yang berbeda
- ditambahkan larutan DPPH 0,2 mM sebanyak 1 mL
- ditutup tabung reaksi dengan aluminium foil
- diinkubasi dalam ruang gelap selama 30 menit
- diukur absorbansi DPPH menggunakan spektrofotometer UV-Vis
- dihitung nilai persen (%) aktivitas antioksidan dengan persamaan 3.3
- dianalisis data untuk mencari nilai EC₅₀

Hasil

Lampiran 3. Perhitungan

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

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

Massa yang ditimbang

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

$$\frac{99}{100 \text{ g}} = \frac{3,043 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

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

L.3.2 Penentuan Massa Garam p-Toluidina (98%) 0,02 mol

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{N} \\
 \text{BM senyawa} &= 107,15 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,02 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,02 \text{ mol} \times 107,15 \text{ g/mol} \\
 &= 2,143 \text{ g}
 \end{aligned}$$

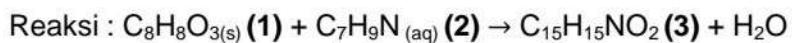
Massa yang ditimbang

$$\frac{98 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{\text{massa senyawa}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\frac{98}{100 \text{ g}} = \frac{2,143 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{2,143 \text{ g} \times 100 \text{ g}}{98 \text{ g}} \\
 &= 2,18868 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.3 Perhitungan Stoikiometri massa Schiff 2-metoksi-6 (*p*-tolilimino)metil fenol



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
Mol senyawa	= 0,02 mmol
Massa senyawa	= mol x BM
	= 0,02 mol x 241,28 g/mol
	= 4,8256 g

L.3.4 Penentuan % Rendemen 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)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 NaOH 2M

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NaOH} \\
 \text{BM Senyawa} &= 40 \text{ g/mol} \\
 \text{Volume Larutan} &= 50 \text{ mL} \\
 \text{Konsentrasi larutan} &= 2M \\
 2M &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{\text{volume}} \\
 2M &= \frac{\text{massa}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{50 \text{ mL}} \\
 2M &= \frac{\text{massa}}{40 \text{ g/mol}} \times 20 \\
 \text{Massa NaOH} &= 4 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.6 Penentuan Massa Garam NiCl₂·6H₂O (99,5%) yang digunakan

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \\
 \text{BM senyawa} &= 237,6911 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,001 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,001 \text{ mol} \times 237,6911 \text{ g/mol} \\
 &= 0,2377 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\frac{99,5 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{\text{massa senyawa}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\frac{99,5 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{0,2377 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa yang ditimbang} &= \frac{0,2377 \text{ g} \times 100 \text{ g}}{99,5 \text{ g}} \\ &= 0,2389 \text{ g}\end{aligned}$$

L.3.7 Massa Ligan 2-metoksi-6-(*p*-tolilimino)metil)fenol yang digunakan

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2 \\ \text{BM senyawa} &= 241,28 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,002 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,002 \text{ mol} \times 241,28 \text{ g/mol} \\ &= 0,4826 \text{ g}\end{aligned}$$

L.3.8 Metode Variasi Kontinyu (Job)

L.3.8.1 Pembuatan Larutan Induk

- Konsentrasi 0,001 M

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

- Penentuan massa $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \\ \text{Berat molekul senyawa} &= 237,6911 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ \text{Massa yang digunakan} &= 0,0001 \text{ mol} \times 237,6911 \text{ g/mol} \\ &= 0,02377 \text{ g}\end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\begin{aligned}\frac{99,5 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{\text{massa senyawa}}{\text{massa yang ditimbang}} \\ \frac{99,5 \text{ g}}{100 \text{ g}} &= \frac{0,02377 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa yang ditimbang} &= \frac{0,02377 \text{ g} \times 100 \text{ g}}{99,5 \text{ g}} \\ &= 0,02389 \text{ g}\end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2 \\ \text{BM senyawa} &= 241,28 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 0,0001 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= 0,0001 \text{ mol} \times 241,28 \text{ g/mol} \\
 &= 0,0241 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.8.2 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

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

Tabung reaksi 2

$$\begin{aligned}
 X_L &= \frac{2 \text{ mL} \times 0,001}{(2 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M}) + (8 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M})} \\
 &= 0,2
 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 3

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

Tabung reaksi 4

$$\begin{aligned}
 X_L &= \frac{4 \text{ mL} \times 0,001}{(4 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M}) + (6 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M})} \\
 &= 0,4
 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 5

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

L.3.8.3 Perhitungan A_{M+L}

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

Tabung 1

$$\begin{aligned}
 A_{\text{koreksi}} &= -0,0194 + 0,785 \\
 &= 0,7656
 \end{aligned}$$

Tabung 2

$$\begin{aligned}
 A_{\text{koreksi}} &= -0,0195 + 1,7976 \\
 &= 1,7781
 \end{aligned}$$

Tabung 3

$$\begin{aligned}
 A_{\text{koreksi}} &= -0,0194 + 3,2993 \\
 &= 3,1799
 \end{aligned}$$

Tabung 4

$$\begin{aligned}
 A_{M+L} &= -0,0146 + 4,6146 \\
 &= 4,6
 \end{aligned}$$

Tabung 5

$$\begin{aligned}
 A_{M+L} &= -0,0157 + 3,877 \\
 &= 3,8613
 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 6

$$\begin{aligned}
 X_L &= \frac{6 \text{ mL} \times 0,001}{(6 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M}) + (4 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M})} \\
 &= 0,6
 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 7

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

Tabung reaksi 8

$$\begin{aligned}
 X_L &= \frac{8 \text{ mL} \times 0,001}{(8 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M}) + (2 \text{ mL} \times 0,001 \text{ M})} \\
 &= 0,8
 \end{aligned}$$

Tabung reaksi 9

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

Tabung 6

$$\begin{aligned}
 A_{M+L} &= -0,0154 + 4,1823 \\
 &= 4,1669
 \end{aligned}$$

Tabung 7

$$\begin{aligned}
 A_{M+L} &= -0,0241 + 4,1513 \\
 &= 4,1272
 \end{aligned}$$

Tabung 8

$$\begin{aligned}
 A_{M+L} &= -0,0237 + 3,9582 \\
 &= 3,9345
 \end{aligned}$$

Tabung 9

$$\begin{aligned}
 A_{M+L} &= -0,0254 + 4,7096 \\
 &= 4,6842
 \end{aligned}$$

L.3.8.4 Perhitungan A_{koreksi}

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

Tabung 1

$$\begin{aligned} A_{\text{koreksi}} &= 0,68990 - 0,08904 \\ &= 0,00086 \end{aligned}$$

Tabung 2

$$\begin{aligned} A_{\text{koreksi}} &= 1,4451 + 1,42248 \\ &= 0,02262 \end{aligned}$$

Tabung 3

$$\begin{aligned} A_{\text{koreksi}} &= 2,3672 + 2,22593 \\ &= 0,04127 \end{aligned}$$

Tabung 4

$$\begin{aligned} A_{\text{koreksi}} &= 3,1839 + 2,76 \\ &= 0,4239 \end{aligned}$$

Tabung 5

$$\begin{aligned} A_{\text{koreksi}} &= 4,1273 + 1,93065 \\ &= 2,19665 \end{aligned}$$

Tabung 6

$$\begin{aligned} A_{\text{koreksi}} &= 6,1348 + 1,66676 \\ &= 4,46804 \end{aligned}$$

Tabung 7

$$\begin{aligned} A_{\text{koreksi}} &= 2,3926 + -0,0159 \\ &= 2,3767 \end{aligned}$$

Tabung 8

$$\begin{aligned} A_{\text{koreksi}} &= 2,3926 + -0,0159 \\ &= 2,3767 \end{aligned}$$

Tabung 9

$$\begin{aligned} A_{\text{koreksi}} &= 2,3926 + -0,0159 \\ &= 2,3767 \end{aligned}$$

L.3.8.5 Data Hasil

Tabung reaksi	CuCl ₂ .2H ₂ O (mL) 0,001M	C ₁₅ H ₁₅ NO ₂ (mL) 0,001M	Absorbansi (nm)	X ligan (X _L)
1	10	0	-0,0146	0
2	9	1	0,6899	0,1
3	8	2	1,4451	0,2
4	7	3	2,2672	0,3
5	6	4	3,1839	0,4
6	5	5	4,1273	0,5
7	4	6	6,1348	0,6
8	3	7	8,0474	0,7
9	2	8	6,0591	0,8
10	1	9	3,5701	0,9
11	0	10	2,6513	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	-0,0194	0,785	0,7656	0,6899	0,00086
0,2	-0,0195	1,7976	1,7781	1,4451	0,02262
0,3	-0,0194	3,1993	3,1799	2,2672	0,04127
0,4	-0,0146	4,6146	4,6	3,1839	0,4239
0,5	-0,0157	3,877	3,8613	4,1273	2,19665
0,6	-0,0154	4,1823	4,1669	6,1348	4,46804
0,7	-0,0241	4,1513	4,1272	8,0474	6,80924
0,8	-0,0237	3,9582	3,9345	6,0591	5,2722
0,9	-0,0254	4,7096	4,6842	3,5701	3,10168

L.3.8.6 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, didapatkan perpotongan garis singgung 0,71 sehingga dari persamaan diatas dimasukkan 0,71 menjadi; $\frac{a}{1-a} = \frac{0,71}{1-0,71} = 2$ sehingga ligan yang terikat pada ion logam adalah 2 mol.

L.3.9 Uji Antioksidan

L.3.9.1 Pembuatan Larutan DPPH 0,2 mM

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= C_{18}H_{12}N_5O_6 \\ \text{BM senyawa} &= 349,32 \text{ g/mol} \\ \text{Volume larutan} &= 25 \text{ mL} \\ \text{Mol senyawa} &= \text{konsentrasi} \times \text{volume} \\ &= 0,2 \text{ mM} \times 25 \text{ mL} \\ &= 0,005 \text{ mmol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,005 \text{ mmol} \times 349,32 \text{ mg/mmol} \\ &= 1,972 \text{ mg}\end{aligned}$$

L.3.9.2 Pembuatan Larutan Stok Kompleks Basa Schiff

$$\begin{aligned}500 \text{ ppm} &\text{ sebanyak } 25 \text{ mL} \\ \text{ppm} &= \text{mg/L} \\ \text{mg} &= \text{ppm} \times L \\ &= 500 \text{ ppm} \times 0,025 \text{ L} \\ &= 12,5 \text{ mg}\end{aligned}$$

- Pembuatan Larutan Sampel 12,5 ppm**

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 500 \text{ ppm} \times V_1 &= 12,5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{12,5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}} \\ &= 0,25 \text{ mL}\end{aligned}$$

- Pembuatan Larutan Sampel 25 ppm**

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 500 \text{ ppm} \times V_1 &= 25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}} \\ &= 0,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 50 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 500 \text{ ppm} \times V_1 &= 50 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{50 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}} \\ V_1 &= 1 \text{ mL} \end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 100 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 500 \text{ ppm} \times V_1 &= 100 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{100 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}} \\ V_1 &= 2 \text{ mL} \end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 200 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 500 \text{ ppm} \times V_1 &= 200 \text{ ppm} \times V_2 \\ V_1 &= \frac{200 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{500 \text{ ppm}} \\ V_1 &= 4 \text{ mL} \end{aligned}$$

L.3.9.4 Pembuatan Larutan Stok Asam Askorbat

$$\begin{aligned} 30 \text{ ppm sebanyak } 20 \text{ mL} \\ \text{Ppm} &= \text{mg/L} \\ \text{Mg} &= \text{ppm} \times L \\ &= 30 \text{ ppm} \times 0,020 \text{ L} \\ &= 0,6 \text{ mg} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 30 \text{ ppm} \times V_1 &= 1,25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_2 &= \frac{1,25 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{30 \text{ ppm}} \\ V_2 &= 0,42 \text{ mL} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 30 \text{ ppm} \times V_1 &= 2,5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_2 &= \frac{2,5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{30 \text{ ppm}} \\ V_2 &= 0,83 \text{ mL} \end{aligned}$$

- **Pembuatan Larutan Sampel 5 ppm**

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 30 \text{ ppm} \times V_1 &= 5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$V_2 = \frac{5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{30 \text{ ppm}}$$

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

- **Pembuatan Larutan Sampel 10 ppm**

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

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

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

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

- **Pembuatan Larutan Sampel 20 ppm**

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

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

$$V_2 = \frac{20 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{30 \text{ ppm}}$$

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

L.3.9.5 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

$$\begin{aligned} \text{Aktivitas Antioksidan} &= \frac{(0,5796 - 0,5678)}{0,5796} \times 100\% \\ &= 2,04\% \end{aligned}$$

Konsentrasi 25 ppm

$$\begin{aligned} \text{Aktivitas Antioksidan} &= \frac{(0,5795 - 0,3706)}{0,5795} \times 100\% \\ &= 36,05\% \end{aligned}$$

Konsentrasi 50 ppm

$$\begin{aligned} \text{Aktivitas Antioksidan} &= \frac{(0,5800 - 0,3121)}{0,5800} \times 100\% \\ &= 46,19\% \end{aligned}$$

Konsentrasi 100 ppm

$$\begin{aligned} \text{Aktivitas Antioksidan} &= \frac{(0,5801 - 0,2876)}{0,5801} \times 100\% \\ &= 50,42\% \end{aligned}$$

Konsentrasi 200 ppm

$$\begin{aligned} \text{Aktivitas Antioksidan} &= \frac{(0,5803 - 0,2187)}{0,5803} \times 100\% \\ &= 62,31\% \end{aligned}$$

Konsentrasi 500 ppm

$$\begin{aligned} \text{Aktivitas Antioksidan} &= \frac{(0,5817 - 0,1806)}{0,5817} \times 100\% \\ &= 68,95\% \end{aligned}$$

- 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.3.9.6 Data Hasil

L.3.9.6.1 Hasil Analisa Potensi Antioksidan Senyawa Kompleks basa Schiff

Konsentrasi (ppm)	A1	A2	A3	Rata-Rata ± SD
Kontrol	0,5800	0,5798	0,5791	0,5796 ± 0,000
12,5	0,5667	0,5625	0,5743	0,5678 ± 0,006
Kontrol	0,5803	0,5796	0,5785	0,5795 ± 0,001
25	0,3441	0,3741	0,3937	0,3706 ± 0,025
Kontrol	0,5802	0,5799	0,5799	0,5800 ± 0,000
50	0,3073	0,3189	0,3102	0,3121 ± 0,006
Kontrol	0,5797	0,5802	0,5804	0,5801 ± 0,000
100	0,2852	0,2883	0,2894	0,2876 ± 0,002
Kontrol	0,5803	0,5797	0,5809	0,5803 ± 0,002
200	0,2183	0,2195	0,2184	0,2187 ± 0,001
Kontrol	0,5808	0,5835	0,5807	0,5817 ± 0,002
500	0,1802	0,1779	0,1836	1,1806 ± 0,003

Konsentrasi (ppm)	A Sampel	A Kontrol	Aktivitas Antioksidan (%)
12,5	0,5678	0,5796	2,04 ± 0,81
25	0,3706	0,5795	36,05 ± 5,01
50	0,3121	0,58	46,19 ± 0,30
100	0,2876	0,5801	50,42 ± 0,39
200	0,2187	0,5803	62,31 ± 0,04
500	0,1806	0,5817	68,95 ± 0,03

- 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	2,04
25	1,3979	36,05
50	1,6990	46,19
100	2,0000	50,42
200	2,3010	62,31
500	2,6990	68,95

Sehingga diperoleh nilai EC₅₀:

Comparison of Fits	Can't calculate
Null hypothesis	Different curve for each data set
Alternative hypothesis	One curve for all data sets
P value	
Conclusion (alpha = 0.05)	Models have the same DF
Preferred model	Different curve for each data set
F (DFn, DFd)	
Different curve for each data set	
Best-fit values	
Bottom	= 0,000
Top	= 100,0
LogEC50	2,001
HillSlope	0,6944
EC50	100,2
Span	= 100,0
95% CI (profile likelihood)	
LogEC50	1,633 to 2,548
HillSlope	0,2456 to 1,369
EC50	42,91 to 353,5
Goodness of Fit	
Degrees of Freedom	4
R squared	0,8348
Sum of Squares	467,1
Sy.x	10,81
Constraints	
Bottom	Bottom = 0
Top	Top = 100
One curve for all data sets	
Best-fit values	
Bottom	= 0,000
Top	= 100,0
LogEC50	2,001
HillSlope	0,6944
	2,001
	0,6944

EC50	100,2	100,2
Span	= 100,0	
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	1,633 to 2,548	1,633 to 2,548
HillSlope	0,2456 to 1,369	0,2456 to 1,369
EC50	42,91 to 353,5	42,91 to 353,5
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom		4
R squared	0,8348	0,8348
Sum of Squares	467,1	467,1
Sy.x		10,81
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	

L.3.9.6.3 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 “Regression for Analyzing dose-respon data”.

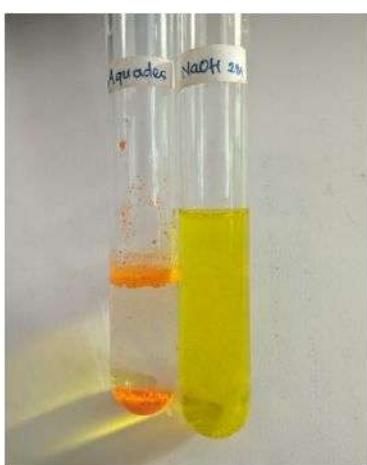
Perhitungan EC₅₀ Asam Askorbat

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

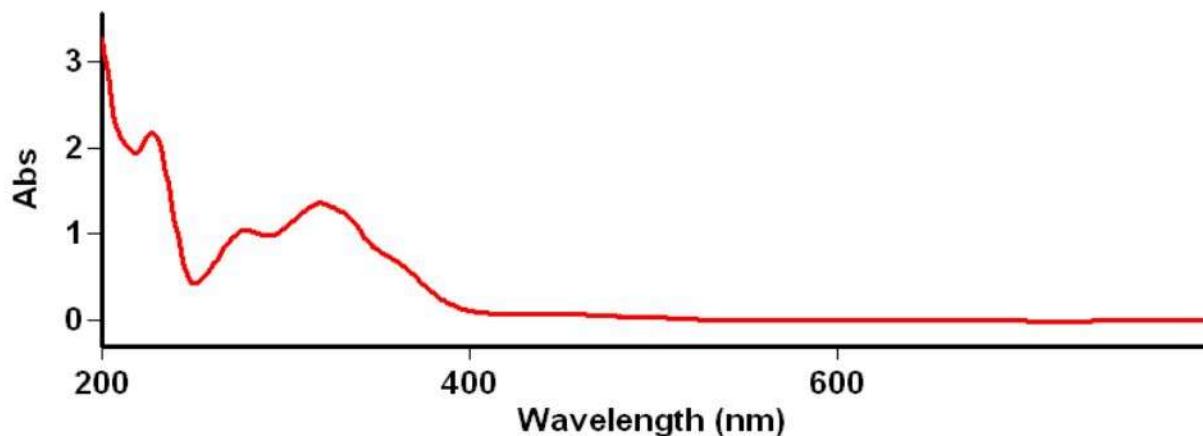
Sehingga diperoleh nilai EC₅₀

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 2 parameters different for each data set
Preferred model		
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	0,7353
HillSlope	2,476	2,476
EC50	5,436	5,436
Span	= 100,0	
95% CI (profile likelihood)		
LogEC50	0,6674 to 0,8021	0,6674 to 0,8021
HillSlope	1,757 to 3,858	1,757 to 3,858
EC50	4,650 to 6,340	4,650 to 6,340
Goodness of Fit		
Degrees of Freedom	4	
R squared	0,9909	0,9909
Sum of Squares	74,29	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**L.4.1 Sintesis Ligan 2-metoksi-6(((4-p-tolilimino)metil)fenol menggunakan Metode Penggerusan****L.4.2 Uji Titik Leleh Produk menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA)****L.4.3 Uji Sifat Kimia dengan Larutan Akuades dan NaOH 2M**

L.4.4 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis

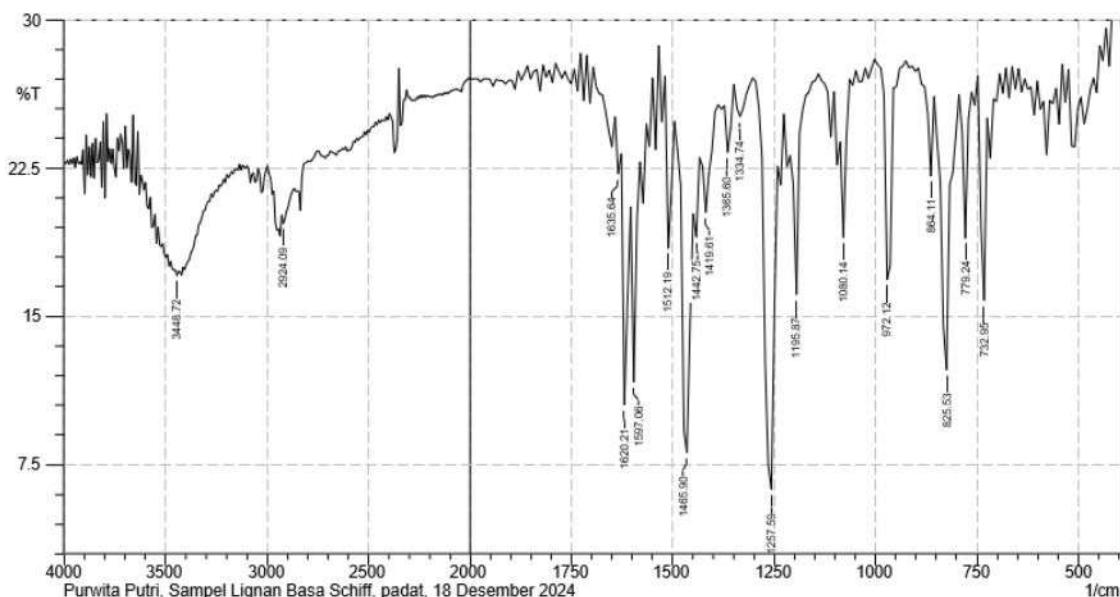


L.4.5 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR

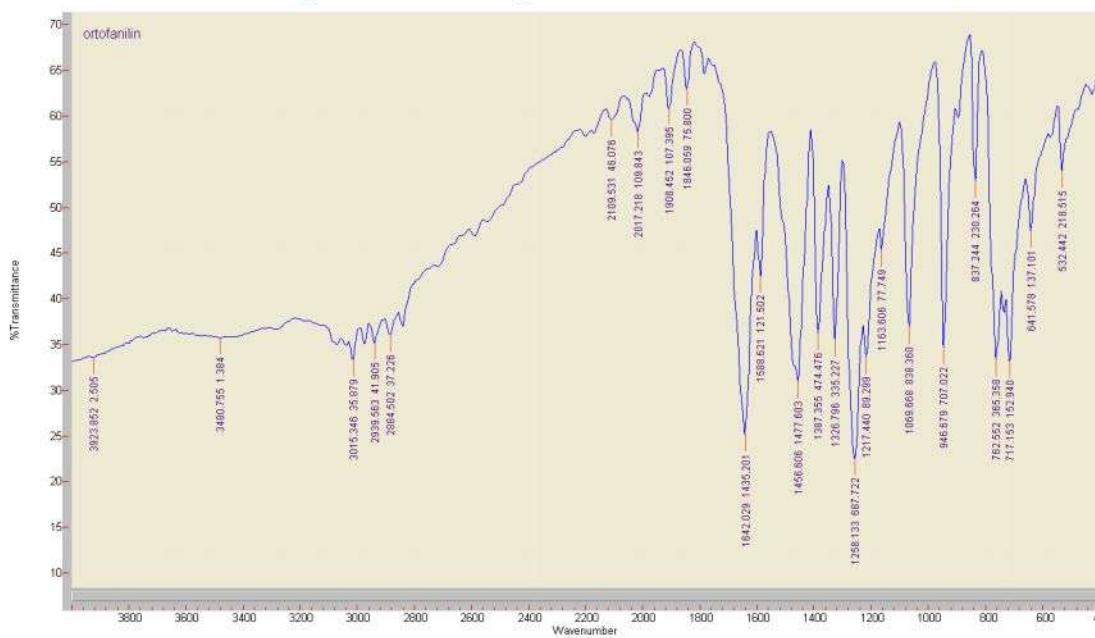
L.4.5.1 Produk Sintesis Basa Schiff



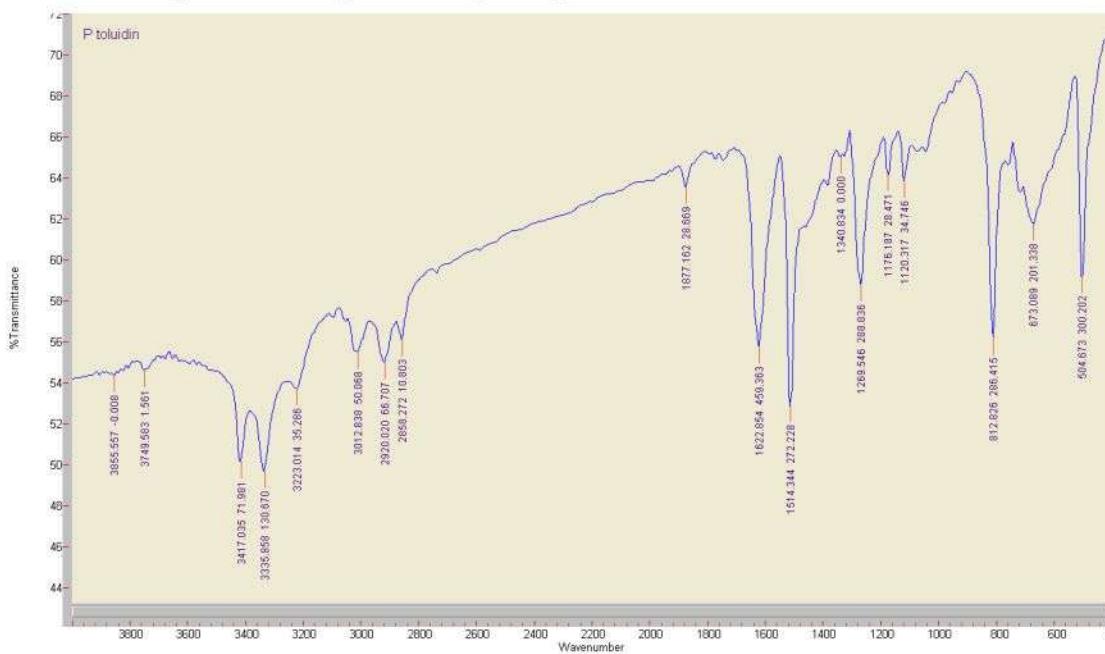
Lab. Kimia Organik FMIPA UGM



L.4.5.2 Reaktan o-vanilin (Nadhiroh, 2020)



L.4.5.3 Reaktan p-toluidina (Nadhiroh, 2020)



L.4.6 Karakterisasi Senyawa menggunakan GC-MS

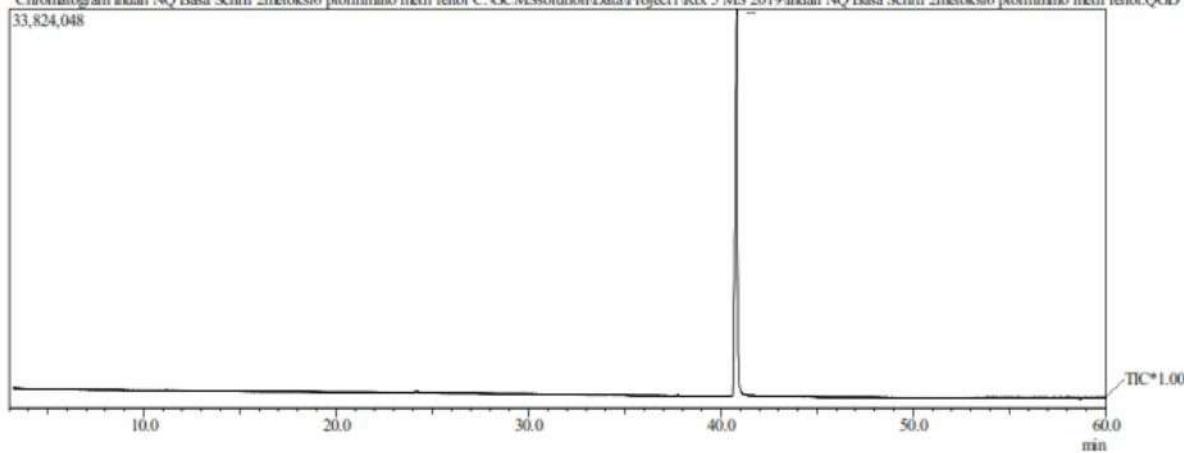
- Hasil analisa GC

 Lab.Kimia Organik FMIPA - UGM

Sample Information

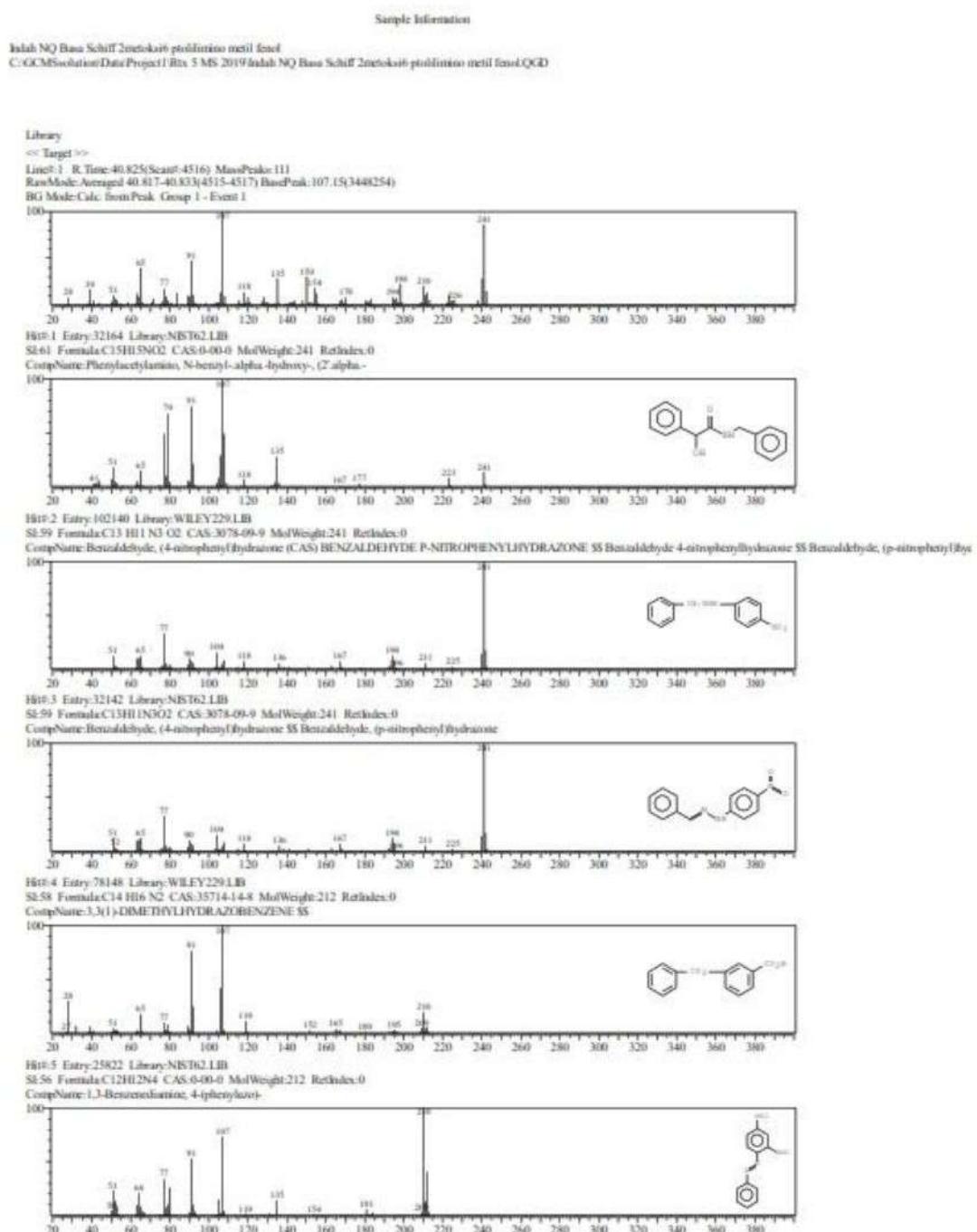
Analyzed by : Admin
 Sample Name : Indah NQ Basa Schiff 2metoksi6 ptolilimino metil fenol
 Sample ID : 28112024 U01
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project\Rtx 5 MS 2019\Indah NQ Basa Schiff 2metoksi6 ptolilimino metil fenol.QGD
 Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project\Rtx 5 MS 2019\Organik baru 2021 Flash.qsm
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune\Tuning Nov 01 2024.qgt

Chromatogram Indah NQ Basa Schiff 2metoksi6 ptolilimino metil fenol C:\GCMSsolution\Data\Project\Rtx 5 MS 2019\Indah NQ Basa Schiff 2metoksi6 ptolilimino metil fenol.QGD
 33,824,048



Peak Report TIC						
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	40.828	40.592	41.092	276396770	100.00	31451127
				276396770	100.00	31451127

- Hasil analisa MS



L.4.7 Sintesis senyawa Kompleks Ni(II) dengan Ligan Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol



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



Garam logam NiCl₂.6H₂O



Sintesis kompleks basa Schiff-Ni(II)



Hasil sintesis Pengulangan 1



Hasil sintesis Pengulangan 2



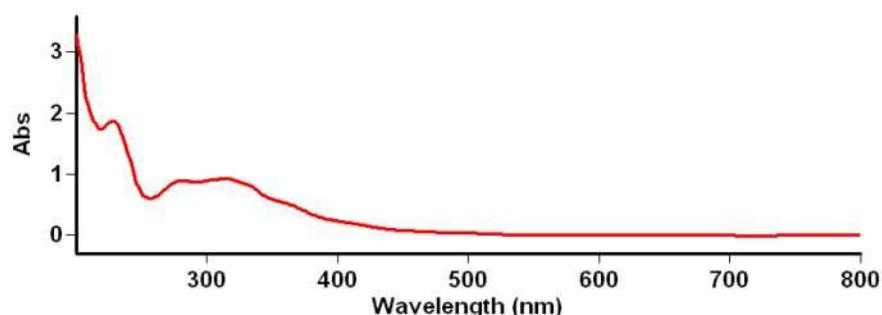
Hasil sintesis Pengulangan 3

L.4.8 Uji Titik Leleh Produk menggunakan *Melting Point Apparatus (MPA)*

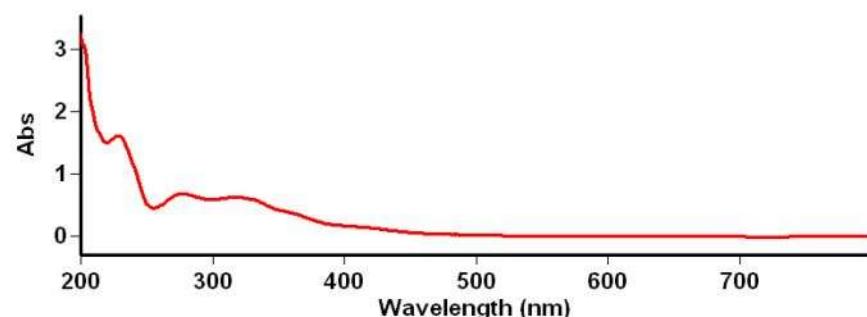


L.4.9 Karakterisasi Senyawa Kompleks

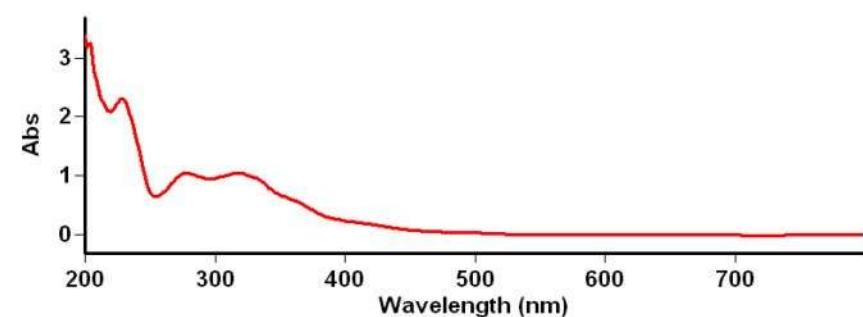
L.4.9.1 Karakterisasi Senyawa menggunakan UV-Vis



Gambar spektra UV-Vis Ulangan 1



Gambar spektra UV-Vis Ulangan 2

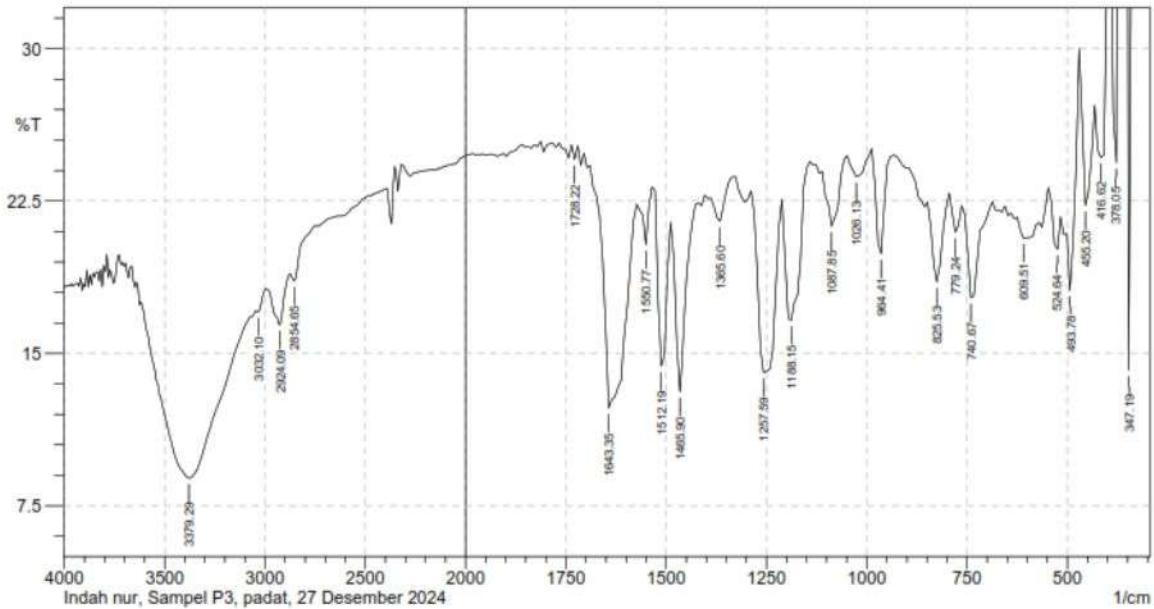


Gambar Spektra Ulangan 3

L.4.9.2 Karakterisasi Senyawa menggunakan FTIR



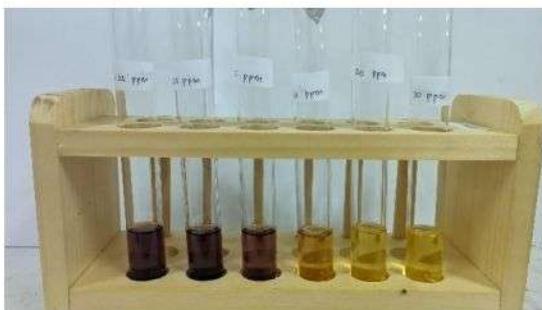
Lab. Kimia Organik FMIPA UGM



L.4.9.3 Metode Job



L.4.9.4 Uji Antioksidan



Uji antioksidan vitamin C



Uji antioksidan senyawa kompleks