

Sintesis hijau dan karakterisasi senyawa basa chiff dari vanilin dan anilina menggunakan metode penggerusan

Wahdaniati Maisaroh

Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

e-mail: 200603110040@student.uin-malang.ac.id

Kata Kunci:

basa schiff, vanilin, anilin, metode penggerusan

Keywords:

schiff base, vanillin, anilin, grinding method

ABSTRAK

Secara Umum Basa schiff ialah senyawa organik yang merupakan produk hasil kondensasi dari kondensasi aldehida atau keton dengan amina primer. Senyawa basa schiff memiliki banyak manfaat bagi kehidupan diantaranya sebagai tambahan kosmetik ataupun makanan untuk menangkal atau menghalangi radikal bebas untuk tubuh manusia. Praktikum ini bertujuan untuk mengetahui hasil rendemen yang diperoleh, untuk mengetahui titik lebur produk sintesis, untuk mengetahui kelarutan produk sintesis dalam larutan NaOH, serta mengetahui hasil karakterisasi produk sintesis. Produk sintesis diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR, KG-SM, dan ¹H-NMR.

Senyawa basa schiff 2-metoksi-4 ((fenilino)metil)fenol dapat di sintesis dengan Vanilin dan anilina yang dilakukan dengan penggerusan yang dapat menyebabkan transfer energi saat terdapat gesekan dan juga mengurangi pembentukan hasil samping yang berbahaya bagi lingkungan dan manusia sendiri. Dalam Penelitian Ini dilakukan karakterisasi secara fisik yakni meliputi titik lebur, serta kelarutannya dalam NaOH. Hasil karakterisasi didapatkan FTIR diperoleh serapan khas gugus fungsi imina pada panjang gelombang 1585 cm⁻¹, karakterisasi GC-MS menghasilkan nilai m/z sebesar 227 dan puncak dasar m/z 225 dengan luas area sebesar 98,91%, karakterisasi ¹H-NMR memperoleh gugus imina pada 8,64 ppm. Dari data-data yang telah didapatkan dari FTIR, GC-MS, ¹H-NMR, didapatkan hasil bahwa produk sintesis dengan waktu penggerusan selama 1,37 menit adalah senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((fenilimino)methyl)phenol dengan rendemen 81,09%.

ABSTRACT

In general, Schiff bases are organic compounds which are the product of the condensation of aldehydes or ketones with primary amines. Schiff base compounds have many benefits for life, including as a cosmetic or food additive to ward off or block free radicals for the human body. This practicum aims to determine the yield obtained, to determine the melting point of the synthesis product, to determine the solubility of the synthesis product in NaOH solution, and to determine the results of the characterization of the synthesis product. Synthesis products were identified using FTIR, KG-SM, and ¹H-NMR spectrophotometers. Schiff basic compound 2-methoxy-4 ((phenilino)methyl)phenol can be synthesized with vanillin and aniline which is carried out by grinding which can cause energy transfer when there is friction and also reduce the formation of by-products that are harmful to the environment and humans themselves. In this research, physical characterization was carried out, including melting point and solubility in NaOH. The characterization results obtained by FTIR obtained a typical absorption of imine functional groups at a wavelength of 1585 cm⁻¹, GC-MS characterization yielded a m/z value of 227 and a base peak of m/z 225 with an area of 98.91%, ¹H-NMR characterization obtained imine group at 8.64 ppm. From the data obtained from FTIR, GC-MS, ¹H-NMR, it was found that the product of synthesis with a grinding time of 1.37 minutes was a Schiff base compound 2-methoxy-4-((phenilimino)methyl)phenol with a yield of 81.09%.



This is an open access article under the [CC BY-NC-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/) license.

Copyright © 2023 by Author. Published by Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Pendahuluan

Reaksi yang terjadi antara vanilin dan anilin sebagai reaktan ialah reaksi asam-basa lewis dimana reaksi ini melakukan serah terima elektron. Vanilin sendiri merupakan komponen kimia senyawa organik yang terkandung dalam ekstrak buah vanilina. Vanilin memiliki rumus molekul $C_8H_8O_3$, dengan tiga gugus yang dimiliki yakni gugus hidroksil, aldehida, dan metoksi. Anilina juga merupakan komponen kimia yang memiliki rumus molekul C_6H_7N yang merupakan senyawa organik, Anilina termasuk dalam golongan senyawa aromatic dengan gugus NH_2 . Anilina berupa senyawa benzena yang mengalami substitusi dengan gugus amina, adanya gugus amina dapat membuat anilina digunakan dalam reaksi basa schiff karena merupakan nukleofil yang baik (Suharyani et al., 2022).

Basa Schiff ialah produk reaksi amina primer dengan aldehyd alifatik/keton, yang secara materi memiliki sifat antibakteri. Dalam strukturnya Karakter dari basa schiff dilihat dari gugus imin ($-HC=N-$), yang mana senyawa ini merupakan hasil kondensasi dari senyawa karbonil dan amina primer aktif. Basa schiff ini merupakan sintesis dari vanilin dan anilina yang menghasilkan senyawa yaitu 2-metoksi-4-((fenilino)metil)fenol. Senyawa basa Schiff ini berfungsi sebagai ligan dalam membentuk senyawa kompleks, dimana senyawa yang terbentuk tersebut dapat dimanfaatkan sebagai katalis dalam pembentukan suatu polimer, sensor potensiometer dan sebagai inhibitor korosi. Struktur umum Basa schiff Dalam senyawa organik ialah $R_1R_2C=NR_3$. Senyawa basa schiff juga bermanfaat untuk aktivitas biologis seperti antikanker, antibakteri, agen antivirus, antijamur, dan antitumor (Suharyani et al., 2022).

Penelitian terdahulu dalam mensintesis senyawa basa schiff banyak yang menggunakan metode konvensional dengan menggunakan katalis asam dan pelarut organik, sehingga hal tersebut dapat menyebabkan hasil yang mengandung limbah kimia dan dapat membahayakan manusia dan lingkungan. Sehingga Senyawa basa schiff 2-metoksi-4-((fenilino)metil)fenol dapat di sintesis dengan Vanilin dan anilina yang dilakukan dengan penggerusan karena dibutuhkan metode sintesis yang lebih efektif yakni dengan menggunakan metode green synthesis yang merupakan bagian dari 12 prinsip dasar green chemistry. Aspek sintesis dari green synthesis yakni dengan menggunakan katalis alami ataupun menggunakan pelarut air dan juga sintesis tanpa pelarut yakni dengan menggunakan metode penggerusan, dengan metode penggerusan dapat menghasilkan % hasil yang relatif tinggi karena tanpa menggunakan katalis dan pelarut sehingga ramah lingkungan, dan pada saat bergesekan menyebabkan transfer energi dan juga mengurangi pembentukan hasil samping yang berbahaya bagi lingkungan dan manusianya sendiri. Sehingga metode yang sesuai dengan penelitian ini yakni dengan metode penggerusan dan penggunaan katalis alami (Chasanah et al., 2015).

Basa schiff memiliki aplikasi dalam bidang kimia industri dan farmasi, serta dalam bidang pertanian. Basa schiff juga dapat diaplikasikan dalam bidang obat atau farmasi karena merupakan senyawa yang tergolong farmakoaktif serta memiliki aktivitas biologis karena memiliki gugus azometin atau ikatan $-C=N-$ yang memiliki aktivitas biologi sebagai anti bakteri (Sembiring et al., 2013).

Dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hanapi (2016) terkait sintesis basa Schiff dengan menggunakan metode penggerusan dari senyawa vanilin dan anilina tanpa menggunakan katalis dan juga pelarut dengan varian waktu yang berbeda dalam penggerusannya yakni dalam waktu 10, 20, 30, hingga 40 menit. Didapatkan persentase hasil dari waktu penggerusan selama 30 menit merupakan hasil tertinggi yang diperoleh yakni 94,8%.

Penelitian dilakukan dengan tujuan untuk mensintesis senyawa vanilin dan anilin menggunakan metode penggerusan, mengetahui kadar persen rendemen, titik leleh, sifat kimia dan karakterisasi produk hasil sintesis basa Schiff. Dan dengan dilakukannya penelitian ini dapat mempengaruhi perkembangan ilmu pengetahuan alam, dengan mengetahui inovasi menggunakan metode yang efektif untuk mengurangi timbulnya efek samping dari bahan berbahaya dengan menggunakan metode *green synthesis* dengan tidak menggunakan pelarut (*solvent free*) yakni dengan menggunakan cara penggerusan (*green chemistry*).

Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Alat yang dipakai dalam percobaan ini ialah melting point apparatus, seperangkat alat gelas, desikator, cawan porselen spektrofotometer $^1\text{H-NMR}$, GCMS VARIAN CP 3800/Saturn 2200, dan FTIR. Dan bahan-bahan yang digunakan ialah Anilina ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$), Vanilina ($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$), kloroform (CHCl_3), dan Etanol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$).

Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan Anilina

Sebanyak 4 mmol Vanilin atau 0,61 gram serta 0,37 anilina (4 mmol) diletakkan didalam mortar dan digerus dengan menggunakan alu dengan menggunakan suhu ruang selama 30 menit, setelah produk terbentuk maka selanjutnya dilakukan pengeringan didalam oven lalu ditimbang hasil oven hingga massanya menjadi konstan.

Uji Titik Lebur Produk Sintesis

Digunakan melting point apparatus untuk menguji titik lebur dari produk yang telah dihasilkan. Langkah awal yang dilakukan sebanyak 0,02 gram produk hasil sintesis diambil lalu dimasukkan kedalam pipa kapiler, kemudian melting point apparatus dipasangkan termometer. Selanjutnya dinyalakan dan diatur suhu Melting point apparatus dimana kenaikan suhunya hingga mencapai $20^\circ\text{C}/\text{menit}$. Kemudian suhu diturunkan hingga menjadi $10^\circ\text{C}/\text{menit}$. Jika suhu yang teramati telah mencapai perkiraan titik leleh senyawa menurut teori, maka kenaikan suhu diatur menjadi $1^\circ\text{C}/\text{menit}$. Diamati proses pelelehan produk sintesis hingga produk sintesis mencair.

Uji Kelarutan Produk dengan Larutan NaOH

Sifat kimia produk sintesis dilakukan uji dengan menggunakan NaOH 2M dan akuades. Langkah awal dimasukkan produk hasil sintesis sebanyak 0,002 gram ke dalam tabung reaksi yang berbeda (tabung reaksi 1 dan tabung reaksi 2). Lalu akuades sebanyak 2 mL ditambahkan kedalam tabung reaksi 1. Dan 2 mL NaOH ditambahkan kedalam

tabung reaksi 2. Langkah terakhir dikocok campuran yang ada pada tabung reaksi 1 dan tabung reaksi 2, lalu diamati perubahan yang terjadi pada larutan di setiap tabung.

Identifikasi Produk Sintesis

Identifikasi ini dilakukan dengan melakukan karakterisasi, dimana karakterisasi ini dilakukan dengan menggunakan instrumen spektrofotometer¹H-NMR (H Nuclear Magnetic Resonance), GC-MS (Gas Chromatography Mass Spectrometry), dan FTIR (Fourier Transform-Infrared).

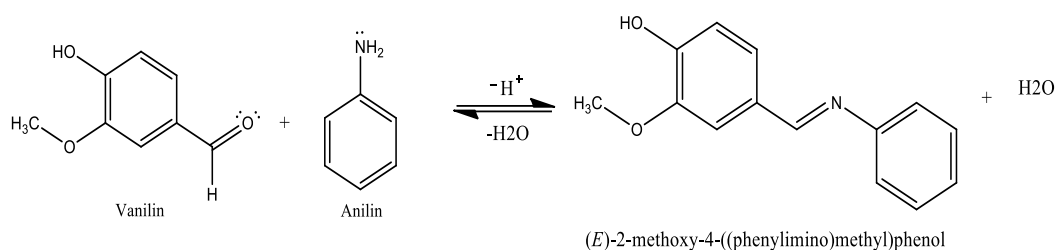
PEMBAHASAN

Sintesis senyawa basa schiff yakni 2-metoksi-4-((fenilimino)metil)fenol dari vanilin dan anilina dengan menggunakan metode penggerusan, dengan penggunaan katalis alami karena katalis penting untuk pembentukan senyawa basa schiff yang bergantung kepada pH dengan kadar sekitar 3-4. Dengan menerapkan metode green synthesis yang dilakukan dengan tidak menggunakan pelarut, karena reaksi yang tanpa pelarut sering bersifat reversibel sehingga mengakibatkan produk dapat kembali ke reaktan, sehingga dengan digunakannya metode ini yakni tanpa pelarut diharapkan reaksi yang terjadi lebih bergeser ke arah produk.

Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Metode Penggerusan

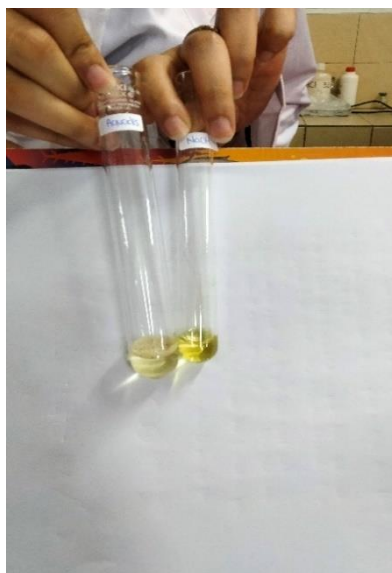
Langkah awal dalam mensintesis Basa Schiff Menggunakan Metode Penggerusan yakni Vanilin sebanyak 4 mmol (0,61 g) dan anilina 4 mmol (0,37 g) digerus beberapa menit di dalam mortar menggunakan alu pada suhu ruang selama 30 menit. Penggerusan ini berfungsi untuk menghasilkan energi mekanik yang diubah menjadi energi panas. Aktivasi molekul reaktan akan meningkat akibat adanya Energi panas sehingga terjadi proses tumbukan serta dapat menghasilkan produk. Selanjutnya, hasil gerusan ditutup dengan menggunakan tisu pada suhu ruang untuk menguapkan pelarut berbahaya. Produk yang terbentuk dikeringkan di dalam oven pengeringan dalam oven ini digunakan untuk menguapkan air yang merupakan produk samping dari hasil reaksi sintesis. Kemudian ditimbang hingga massa produk konstan.

Reaksi yang terjadi pada vanilin dan anilina merupakan reaksi asam-basa Lewis yang berlangsung pada keadaan asam. Gugus fungsi karbonil (asam Lewis) yang memiliki muatan parsial positif dimana reaksi ini melibatkan proses serah terima elektron karena adanya dua Pasangan Elektron Bebas (PEB) dari oksigen yang menyebabkan karbon akan mudah bereaksi dengan nukleofil dari amina (basa Lewis) yang memiliki muatan parsial negatif. Katalis asam berperan dalam proses protonasi saat eliminasi HO. Metode penggerusan digunakan dalam sintesis basa schiff dapat mengakibatkan transfer energi dari gesekan serta dapat menghilangkan pelarut berbahaya. Hasil reaksi yakni senyawa 2-metoksi-4-((fenilino)metil)fenol berwarna putih kekuningan, dimana reaksinya sebagai berikut:

Gambar 1. 1 Reaksi Vanilin dengan Anilin**Gambar 1** Reaksi Vanilin dengan Anilin hingga menghasilkan produk

Uji Sifat Kimia Senyawa Sintesis Dengan NaOH Dan Aquades

Uji sifat kimia dilakukan dengan menguji kelarutan senyawa hasil sintesis yakni 2-metoksi-4-((fenilino)metil)fenol dalam NaOH dan Aquades. Langkah yang dilakukan dimasukan padatan sampel kedalam 2 tabung reaksi yang berbeda lalu ditambahkan aquades pada tabung pertama dan ditambah NaOH Pada tabung ke dua, lalu diamati kelarutan pada kedua tabung. Didapatkan hasil pada tabungreaksi dengan campuran aquades senyawa sintesis basa schiff tidak dapat larut, dan pada tabung dengan campuran NaOH senyawa sintesis basa schiff dapat larut dengan sempurna. Seperti padagambar berikut:

Gambar 1. 2 Hasil Uji Sifat Kimia**Gambar 2** Hasil Uji Sifat Kimia Senyawa dengan NaOH dan Aquades

Hasil yang didapatkan telah sesuai dengan teori dimana hal ini sesuai dengan prinsip like dissolve like dimana pelarut polar akan dapat melarutkan pelarut dengan senyawa nonpolar akan melarutkan senyawa nonpolar, dan juga sebaliknya dimana senyawa polar akan dapat melarutkan senyawa polar, dan juga pelarut organik dapat melarutkan senyawa organik. Senyawa basa schiff sendiri merupakan senyawa yang bersifat non polar dan aquades memiliki sifat polar sehingga Senyawa basa schiff tidak larut dalam aquades namun larut dalam NaOH karena NaOH merupakan senyawa nonpolar (Arsa & Achmad, 2020).

Uji Sifat Fisik Senyawa Hasil Sintesis Dengan MPA

Uji sifat fisik pada Senyawa basa schiff mencakup bentuk, warna, dan titik lelehnya. Dalam percobaan ini didapatkan Senyawa basa schiff berupa padatan yang berwarna kuning, lalu untuk uji titik leleh dilakukan dengan menggunakan alat Melting Point Apparatus(MPA) lalu didapatkan titik lelehnya ialah sebesar 150°C.

Menurut teori pada Hasil menunjukkan cenderung lebih tinggi jika dibandingkan dengan titik lebur vanilin (80 °C) dan anilina (-6,3 °C) pada saat pengujian titik lebur senyawa hasil sintesis (Merck, 2005). Hal ini dapat menguatkan indikasi bahwasanya telah terbentuk senyawa baru akibat Perbedaan titik lebur reaktan. Namun terdapat kemiripan sifat fisik dengan senyawa hasil sintesis pada penelitian ini, sehingga diduga bahwa senyawa target telah terbentuk.

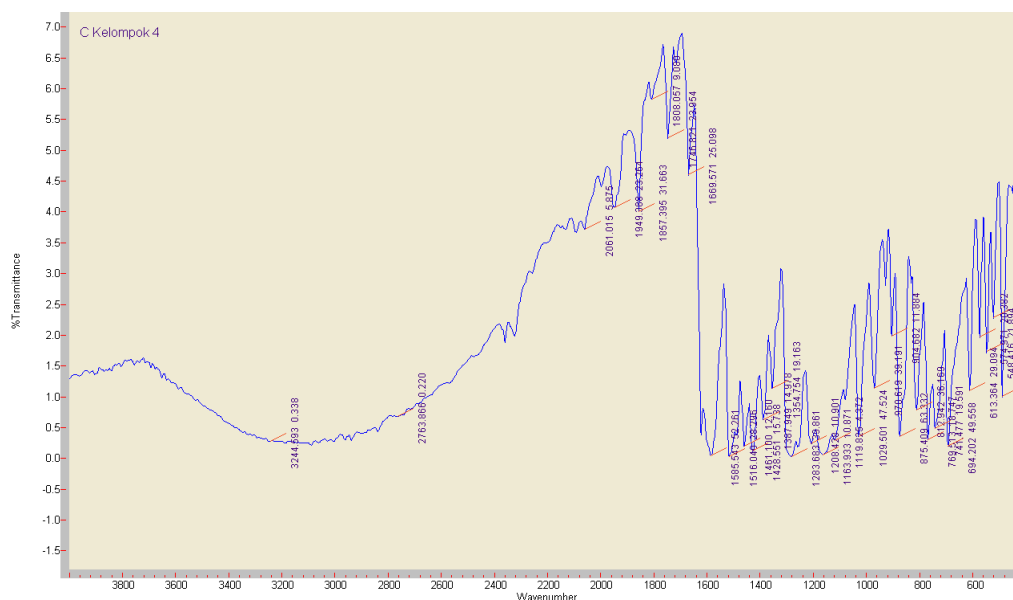
Tabel 1. Hasil pengamatan fisik hasil produk sintesis

Pengamatan	Vanilin	Anilin	Produk
Wujud	Padatan	Cairan	Padatan
Warna	Putih	Kuning	Kuning Pucat
Massa (g)/ volume(l)	0,61 g	0,37 ml	0,8242 g
Titik Lebur (°C)	81-83	-6	150
Rendemen	-	-	81,09%

Identifikasi Produk Sintesis

Karakterisasi Menggunakan FTIR

Pada tahap identifikasi dengan FTIR diketahui gugus molekul dalam hasil sintesis yang mengindikasikan bahwa senyawa basa Schiff benar-benar terbentuk. Karena pada dasarnya FTIR berfungsi untuk mengidentifikasi senyawa organik karena memiliki spektrum yang kompleks, spektrum yang kompleks ini karena terdapat banyak puncak menandakan adanya fungsi yang ditandai adanya bilangan gelombang, dan untuk mengetahui spektrum vibrasi molekul serta memprediksi struktur senyawa kimia (Raturandang et al., 2022). Prinsip kerja dari FTIR ialah dimana terjadinya interaksi antarenergi dan materi. Infrared melewati celah yang berfungsi untuk mengontrol jumlah jumlah energi yang akan disampaikan kesampel. Lalu akan diserap beberapa infrared oleh sampel sedangkan yang lain akan ditransmisikan melalui permukaan sampel, sehingga sinar infrard akan lolos kedetektor lalu sinyal yang terukur akan dikirim ke komputer serta akan direkam dalam bentuk puncak-puncak (Putri & Darvina, 2019). Didapatkan hasil dari karakterisasasi dari FTIR pada percobaain ini ialah sebagai berikut:

Gambar 1. 3 Hasil Spektra FTIR**Gambar 1.** Hasil Spektra FTIR dari produk hasil Sintesis (2-Metoksi-4-((fenilimino)metil)fenol

Sehingga dari hasil spektra diatas akan didapatkan tabel interpretasi reaktan dan produk, yakni sebagai berikut:

Tabel 2. Interpretasi spektra FTIR reaktan dan produk dibandingkan dengan literatur

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang cm^{-1} (Hasil Percobaan)			Bilangan Gelombang
	Vanilin	Anilin	Produk	
O-H	3179	-	3244	3750-3000
N-H	-	3431-3356	-	3500-3300
Csp ² -H	-	3071-3035	-	3105-3000
Csp ³ -H	2862	-	2763	3000-2700
C=O	1666	-	-	1900-1650
C=N	-	-	1585	1675-1500
C=C	1588-1510	1620	1516	1675-1500
C-N	-	1276	1283	1350-1000
C-O-C	1300	-	1208	1300-1000

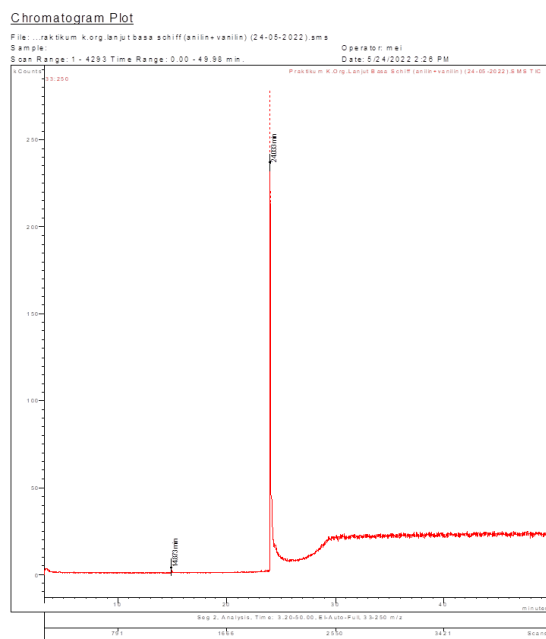
Sumber: (Socrates, 2004), (Mitchell & Costisella, 2014), (Pavia et al., 2014)

Dalam tabel 4.2 didapatkan beberapa gugus fungsi dengan bilangan gelombangnya yang mengideikasikan gugus yang menjadi ciri-ciri pada senyawa basa schiff 2- Metoksi-4-((fenilimino)metil)fenol. Dimana didapatkan gugus O-H pada vanilin

dengan bilangan gelombang 3179 cm^{-1} dan juga pada produk dengan panjang gelombang 3244 cm^{-1} . Lalu didapatkan gugus N-H pada anilin dengan panjang gelombang $3431\text{--}3356\text{ cm}^{-1}$. Selanjutnya didapatkan gugus $\text{Csp}^2\text{-H}$ pada Anilin dengan panjang gelombang $3071\text{--}3035\text{ cm}^{-1}$. Dan juga terdapat gugus $\text{Csp}^3\text{-H}$ pada vanilin dengan panjang gelombang 2862 cm^{-1} dan pada produk dengan panjang gelombang 2763 cm^{-1} . Selanjutnya juga ditemukan ciri gugus C=O pada Vanilin dengan panjang gelombang 1666 cm^{-1} . Dan juga ditemukan gugus C=N pada produk dengan panjang gelombang 1585 cm^{-1} . Sedangkan ditemukan gugus C=C pada Vanilin dengan panjang gelombang $1588\text{--}1510\text{ cm}^{-1}$ dan juga pada anilin dengan panjang gelombang 1620 cm^{-1} , serta pada produk dengan panjang gelombang 1516 cm^{-1} . Selanjutnya didapatkan gugus C-N pada Anilin dengan panjang gelombang 1276 cm^{-1} dan juga pada produk dengan panjang gelombang 1283 cm^{-1} . Dan terakhir ditemukan gugus C-O-C pada Vanilin dengan panjang gelombang 1300 cm^{-1} dan pada produk dengan panjang gelombang 1208 cm^{-1} .

Karakterisasi Menggunakan KG-SM

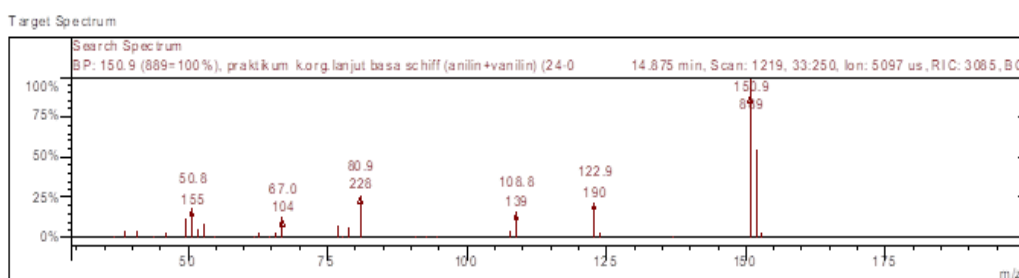
Kromatografi Gas Spektrometri Massa adalah metode yang mengkombinasikan antara kromatografi gas dengan spektrometri massa untuk menganalisis berbagai senyawa dalam suatu sampel, baik senyawa organik ataupun anorganik yang bersifat mudah menguap dan termotabil, serta untuk menghasilkan ion dari senyawa anorganik maupun organik menggunakan metode yang sesuai untuk memisahkan ion-ion senyawa berdasarkan m/z dan mendeteksi secara kualitatif serta kuantitatif dari masing-masing senyawa beserta kelimpahannya. Kromatografi gas dengan spektrometri massa memiliki prinsip kerja masing masing namun kromatografi gas dengan spektrometri massa dapat digabungkan untuk mengidentifikasi senyawa baik secara kuantitatif ataupun kualitatif (Ulfa et al., 2019). Dalam percobaan ini KG-SM dilakukan untuk menganalisis produk sintesis dari basa schiff dengan rendemen sebesar 81,09%, dimana didapatkan hasil kromatogram sebagai berikut:

Gambar 1. 4 Hasil Kromatogram**Target Compounds**

Compd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	14.873	senyawa 1	1889	1889
2	24.033	senyawa 2	172355	172355

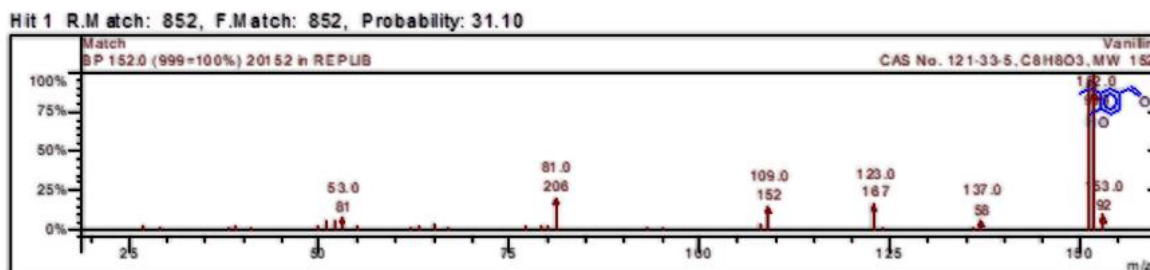
Gambar 2. Hasil Kromatogram Senyawa Produk

Dalam hasil kromatogram pada gambare 4.4 dapat terlihat bahwa terdapat dua puncak yang berarti bahwa produk memiliki 2 senyawa. Dimana pada puncak 1 senyawa memiliki waktu retensi 14,873 menit dan % luas area yang dimiliki ialah 1,0841%. Lalu pada puncak ke 2 senyawa memiliki waktu retensi 24,033 menit dengan % luas area ialah 98,9158%, jadi kadar terbesar dimiliki oleh puncak ke dua ini, serta puncak 2 memiliki titik didih lebih tinggi dari pada puncak 1. Didapatkan hasil analisa pada puncak 1 yakni sebagai berikut:

Gambar 1. 5 Spektra Massa**Gambar 3.** Spektra Massa Puncak 1

Dalam gambar 4.5 diketahui bahwa pada puncak 1 memiliki puncak dasar m/z 150,9 dengan kelimpahan 100% dan memiliki ion molekuler m/z 152 dimana ion molekuler ini sama dengan berat molekul yang dimiliki oleh vanilin. Jadi keberadaan vanilin yang diduga berasal dari sisa reaksi dengan analini dalam senyawa produk sebanyak 1,0841%. Adapun hasil analisa pada puncak 2 sebagai berikut:

Gambar 1. 6 Spektra Massa



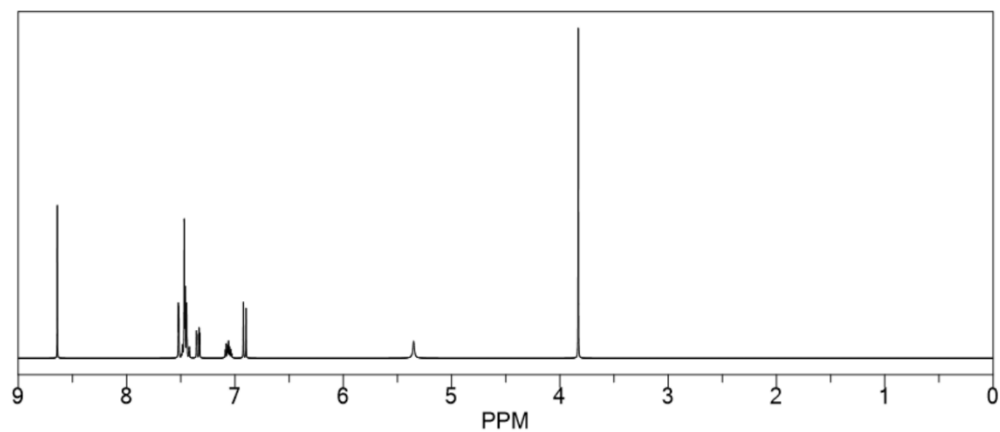
Gambar 4. Spektra Massa Puncak 2

Dalam gambar 4.6 diketahui bahwa pada puncak 2 memiliki puncak dasar m/z 225 dengan kelimpahan 100%, dan memiliki ion molekuler m/z 227 dimana ion molekuler ini sama dengan berat molekul yang dimiliki oleh 2-Metoksi-4-((fenilimino)metil)fenol dengan keberadaan produk sebesar 98,9158%.

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

Karakterisasi dengan $^1\text{H-NMR}$ dilakukan agar dapat mengetahui atau melihat gambaran berbagai jenis atom hidrogen pada molekul yang berupa spektrum berisi informasi mengenai pergeseran kimia proton, bentuk sinyal, dan jumlah proton. Prinsip dari $^1\text{H-NMR}$ dimana bila sampel mengandung ^1H atau ^{13}C maka akan menimbulkan interaksi antar medan magnet luar dengan magnet inti. Interaksi akan membagi magnet inti menjadi dua tingkat energi yakni energi dengan tingkat agak stabil (+) serta kurang stabil(-). Pada setiap inti yang bermuatan akan mengalami spin pada sumbu inti serta menghasilkan suatu dipol magnet. Didapatkan hasil dari spektrum $^1\text{H-NMR}$ pada produk sintesis sebagai berikut:

Gambar 1. 7 Spektrum ¹H-NMR



Gambar 5. Hasil Spektrum ¹H-NMR Produk Sintesis

Serta didapatkan hasil interpretasi ¹H-NMR pada hasil produk sintesis sebagai berikut:
Tabel 3. interpretasi spektrum ¹H-NMR produk hasil sintesis

Posisi H	(ppm)	Bentuk Sinyal	Jumlah Proton	Struktur Senyawa
1	3,83	s	3H	The chemical structure shows a benzene ring with a methoxy group (-OCH₃) at position 3.83, a hydroxyl group (-OH) at position 5.35, and a double bond at position 6.91. The double bond is connected to a nitrogen atom at position 8.64, which is part of an imine group (=N-). The nitrogen atom is connected to another benzene ring with protons at positions 7.47, 7.45, 7.06, 7.45, and 7.47.
2	5,35	s	1H	
3	6,91	d	1H	
4	7,06	t	1H	
5	7,34	d	1H	
6	7,45	t	2H	
7	7,47	d	2H	
8	7,52	s	1H	
9	8,64	s	1H	

Dari data yang didapatkan pada karakteristik dengan menggunakan spektrum ¹H-NMR pada tabel di atas menunjukkan pada pergeseran kimia 3,85 ppm(2H,s) didapatkan adanya sinyal proton metoksi (-OCH₃). Lalu pada pergeseran kimia 5,35 ppm (1H,s) didapatkan adanya sinyal Proton hidroksil (-OH), Lalu pergeseran kimia 7,47 ppm (2H,d), 7,34 ppm (1H,d), 7,45 ppm (2H,t), 6,91 ppm (1H,d), 7,52 ppm (1H,s), dan 7,06 ppm (1H,t) didapatkan kehadiran beberapa sinyal Proton aromatis. Lalu pada pergeseran kimia 8,64 ppm (1H,s) muncul sinyal proton yang mengidentifikasi proton imina

(C=N). Pergeseran kimia dapat disebabkan oleh beberapa hal seperti pengaruh cincin aromatik militan kovalen phi, serta keelektronegatifan atau tetangga yang menyebabkan longgarnya atom sehingga mudah dipengaruhi oleh medan magnet. hal ini bisa dilihat pada proton imina yang memiliki pergeseran lebih besar daripada yang lainnya.

Kesimpulan dan Saran

Dari percobaan yang telah dilakukan dengan judul Sintesis Hijau Dan Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin Dan Anilina Menggunakan Metode Penggerusan dapat disimpulkan bahwa Hasil rendemen yang didapatkan pada tahap penggerusan senyawa Senyawa 2-metoksi-4-((fenilimino)metil)fenol hasil sintesis dari vanilin dan anilin ialah 81,09%. Dan Titik leleh dari senyawa dari Vanilin dan Anilina menggunakan metode penggerusan ialah berkisar pada 140-150°C (150°C). Dari hasil karakterisasi dengan menggunakan FTIR didapatkan pada gelombang 1585 cm⁻¹ muncul gugus C=N dalam senyawa basa schiff. Dan pada karakterisasi dengan KG-MS didapatkan dua puncak, dimana pada puncak pertama memiliki ion molekuler m/z 152 = berat molekul yang dimiliki oleh vanilin, dan puncak kedua memiliki ion molekuler m/z 227 = berat molekul yang dimiliki oleh 2-Metoksi-4-((fenilimino)metil)fenol. Dan karakterisasi terakhir yakni dengan menggunakan ¹H-NMR didapatkan pergeseran kimia pada 8,64 ppm(1H,s) menandakan adanya sinyal yang hanya dimiliki oleh senyawa basa schiff yakni singlet proton amina, sehingga Dapat disimpulkan dari data data yang di peroleh pada karakterisasi dengan menggunakan FTIR, GC-MS, dan ¹H-NMR bahwa produk yang dihasilkan berupa 2- Metoksi-4-((fenilimino)metil)fenol.

Dari percobaan yang telah dilakukan diperlukan ketelitian dan kehati-hatian saat melakukan percobaan, jadi sebaiknya praktikan memahami terlebih dahulu langkah kerja serta bahaya dari bahan atau perlakuan yang dilakukan sehingga pada saat percobaan mendapatkan hasil yang diinginkan terbentuk dengan baik, dan pada saat penggerusan dan pemanasan diperlukan waktu yang benar benar tepat agar tidak terjadi kesalahan dalam melakukan percobaan

Daftar Pustaka

- Arsa, A. K., & Achmad, Z. (2020). Ekstraksi minyak atsiri dari rimpang temu ireng (*Curcuma Aeruginosa* Rox) dengan pelarut etanol dan n-heksana. *Jurnal Teknologi Technoscientia*, 13(1), 83–94.
- Chasanah, U. W., Widodo, D. S., & Mulyani, N. S. (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), 34–38. <https://doi.org/10.14710/Jksa.18.1.34-38>
- Mitchell, T. N., & Costisella, B. (2014). *NMR - From Spectra To Structures*. Springer. <https://books.google.co.id/books?id=Qjvosgeacaaj>
- Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., & Vyvyan, J. A. (2014). *Introduction To Spectroscopy*. Cengage Learning. <https://books.google.co.id/books?id=Hywizgeacaaj>
- Putri, D., & Darvina, Y. (2019). Pengaruh komposisi terhadap ukuran butir lapisan

- nanokomposit Cofe2o4/PVDF dengan metode spin coating (The influence of composition to the grain size of The Cofe2o4/PVDF Nanocomposite layer by using the spin coating method). *Pillar Of Physics*, 12(2).
- Raturandang, R., Wenas, D. R., Mongan, S., & Bujung, C. (2022). Analisis spektroskopi ftir untuk karakterisasi kimia fisik fluida mata air panas di kawasan wisata hutan pinus tomohon Sulawesi Utara. *Jurnal Fista: Fisika Dan Terapannya*, 3(1), 28–33.
- Sembiring, Z., Hastiawan, I., Zainuddin, A., & Bahti, H. H. (2013). Sintesis basa schiff karbazona variasi gugus fungsi: uji kelarutan dan analisis struktur spektroskopi Uv-Vis. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, 483–487. <https://jurnal.fmipa.unila.ac.id/Semirata/Article/View/855>
- Socrates, G. (2004). *Infrared and raman characteristic group frequencies: tables and charts*. Wiley. <https://books.google.co.id/books?id=Ldoajmnweic>
- Suharyani, I., Susilo, R., Zahrah Salsabila, D., Putri Septiyati, T., & Rahmasari, Y. (2022). Review: modifikasi struktur amoksisilin dan uji aktivitasnya sebagai antibakteri secara in vitro review: modification of amoksisilin structure and it's in-vitro antibacterial activity. *Open journal systems stf Muhammadiyah Cirebon : Ojs.Stfmuhammadiyahcirebon.ac.id*, 7(2), 255–262. <https://scholar.google.com>
- Ulfa, M., Astuti, R. Y., Alam, R. B., & Suharsanti, R. (2019). Kadal Iran (Ethanol Content Nira Siwalan (Borassus Flabellifer)) With Gc-MS (Gas Chromatography Mass Spectrometry) Analysis. *Media Farmasi Indonesia*, 14(2), 1522–1524.