

Sintesis basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Toluidina

Muhammad Akmal Fauzan

Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim;

e-mail: muhammadakmal Fauzan9e21@gmail.com

Kata Kunci:

basa schiff, vanilin, *p*-toluidin, penggerusan.

Keywords:

schiff base, vanilin, *p*-toluidine, grinding.

ABSTRAK

Basa Schiff adalah senyawa hasil reaksi kondensasi senyawa karbonil dengan amina primer. Ciri khas senyawa basa Schiff ada pada gugus imina. Basa Schiff memiliki manfaat sebagai antijamur, antioksidan, dan antibakteri. Metode penelitian yaitu sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidina, uji titik leleh senyawa basa schiff dengan Melting Point Apparatus (MPA), uji kelarutan senyawa basa Schiff dengan NaOH 2M dan akuades, karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR, GC-MS, ¹H-NMR. Produk yang diperoleh adalah senyawa basa schiff (E)-2-metoksi-4-((*p*-tolylimino)methyl)fenol, berwarna kuning, massa sebesar

0,9158 g persen rendemen sebesar 95%, titik didih sebesar 114-117 oC, larut dalam NaOH 2M dan tidak larut dalam air. Analisis menggunakan GC-MS menghasilkan waktu retensi 4,379 menit dengan luas area 1056549 dan persen luas area sebesar 75,68%. Dari hasil analisis menggunakan spektroskopi massa diperoleh massa molekul dari produk hasil sintesis sebesar 241 g/mol. Analisis menggunakan ¹H-NMR menghasilkan pergeseran kimia pada 7,52 ppm (gugus imina). karakterisasi produk hasil sintesis menggunakan spektrofotometer ¹H-NMR menunjukkan bahwa terdapat sembilan sinyal yang diperoleh dengan 15 proton. Analisis menggunakan FTIR menunjukkan adanya serapan pada 1690-1640 cm⁻¹ yang merupakan serapan C=N stretch dari gugus imina.

ABSTRACT

Schiff's base is a compound formed from condensation reaction of a carbonyl compound with a primary amine. The characteristic of Schiff base compounds is the imine group. Schiff's base has benefits as an antifungal, antioxidant, and antibacterial. The research method is the synthesis of Schiff base from vanillin and *p*-toluidine, testing the melting point of the Schiff base compound, solubility test with 2M NaOH and distilled water, characterization using an FTIR spectrophotometer, GC-MS, ¹H-NMR. The product obtained is (E)-2-methoxy-4-((*p*-tolylimino)methyl)phenol, yellow in color, mass of 0.9158 g, percent yield of 95%, boiling point of 114-117 oC, soluble in 2M NaOH and insoluble in water. Analysis using GC-MS resulted in a retention time of 4.379 minutes with an area of 1056549 and a percent area of 75.68% with molecular mass is 241 g/mol. Analysis using ¹H-NMR resulted in a chemical shift of 7.52 ppm (imine group). Characterization of the synthesized product using a ¹H-NMR spectrophotometer showed that there were nine signals obtained with 15 protons. Analysis using FTIR showed that there was absorption at 1690-1640 cm⁻¹ which was the absorption of C=N stretch from the imine group.

PENDAHULUAN

Basa Schiff adalah senyawa hasil reaksi kondensasi senyawa karbonil dengan amina primer. Ciri khas dari senyawa basa Schiff adalah adanya gugus imina atau ikatan C=N. Basa Schiff memiliki manfaat sebagai antijamur, antioksidan, dan antibakteri. Senyawa basa Schiff juga dapat dimanfaatkan sebagai ligan pada pembentukan



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.

senyawa kompleks. Kompleks basa Schiff ini kemudian dapat digunakan sebagai katalisator pembentukan suatu polimer, inhibitor korosi, dan sensor potensiometer.

Metode sintesis basa Schiff dibagi menjadi dua, yakni metode konvensional dan non-konvensional. Metode konvensional adalah metode sintesis dengan adanya pelarut dalam reaksi. Pelarut dapat berupa etil alkohol (Shukla et al., 2017) atau pelarut lain. Kekurangan dari metode ini adalah pelarut yang digunakan merupakan senyawa yang berbahaya. Untuk metode non-konvensional merupakan metode sintesis basa Schiff tanpa menggunakan pelarut atau lebih dikenal dengan green synthesis. Kelebihan metode ini adalah lebih aman karena tidak perlu menggunakan pelarut yang berbahaya. Persen yield yang diperoleh juga tinggi. Metode ini cukup sederhana karena cukup mencampurkan reaktan ke dalam mortar dan alu kemudian digerus hingga muncul warna kuning yang menandakan senyawa basa Schiff sudah terbentuk (Hasanah et al., 2017). Aplikasi senyawa basa Schiff sangat luas. Senyawa 4-aminophenazone dimanfaatkan sebagai zat anti-inflamasi, analgesic, dan agen antipiretik (Murtaza et al., 2017).

METODE PENELITIAN

Sintesis dilakukan dengan menggunakan metode green synthesis dimana tidak diperlukan pelarut dalam sintesis ini. Sebanyak 7,5 mmol vanilin (1,1 g) dan 7,5 mmol p-toluidin (0,8 g) digerus dengan menggunakan mortar dan alu pada suhu ruang. Dilakukan variasi penggerusan yaitu, 10, 15, dan 20 menit. Kemudian produk dicuci menggunakan air dingin tanpa proses pemurnian. Produk hasil sintesis lalu diamati menggunakan KLT. Uji kelarutan dilakukan dengan melarutkan sedikit sampel ke dalam air dan NaOH 2M. Pengukuran titik lebur produk dilakukan menggunakan MPA. Karakterisasi produk hasil sintesis menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, ¹H-NMR, dan GC-MS (Hasanah et al., 2017).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Senyawa Basa Schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol

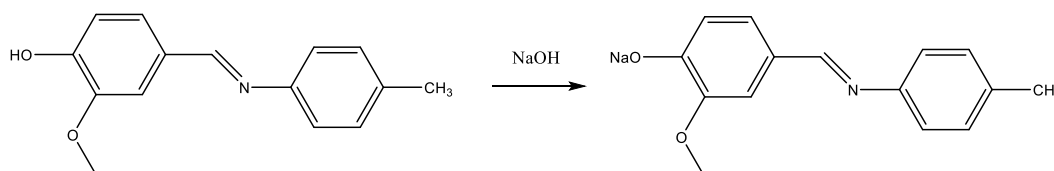
Produk yang diperoleh adalah senyawa basa schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol. Wujud dari reaktan dan produk tidak berubah. Namun saat reaksi berlangsung, campuran menjadi basah karena dihasilkan air pada reaksi sintesis. Produk kemudian dipanaskan untuk menghilangkan air yang masih tersisa. Warna dari reaktan dan produk mengalami perubahan di mana vanilin dan p-toluidina berwarna putih dan hasil sintesis berwarna kuning. Secara umum senyawa basa Schiff berwarna kuning. Pada akhir penimbangan diperoleh massa dari produk hasil sintesis sebesar 0,9158 g dengan persen rendemen sebesar 95%. Sedangkan titik didih dari produk hasil sintesis sebesar 114-117 °C.

Karakterisasi Produk

Uji Sifat Kimia dengan NaOH 2M

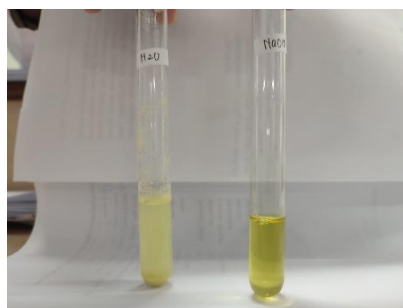
Senyawa basa Schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol merupakan senyawa golongan fenolik yang akan bereaksi dengan NaOH membentuk Na-fenolat.

Senyawa fenolik memiliki gugus hidroksi (-OH) yang akan melepas H^+ , sedangkan NaOH akan melepaskan OH^- . Reaksi ini akan membentuk Na-fenolat yang larut dalam air. Na-fenolat larut dalam air karena sama-sama polar. Senyawa yang terbentuk dari reaksi asam basa Brownsted-Lowry antara hasil sintesis dengan NaOH adalah natrium (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenolat (Ma'rufah et al., 2021). Adapun reaksi antara produk basa Schiff dan NaOH dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Reaksi asam basa Brownsted-Lowry

Adapun hasil uji sifat kimia produk dengan NaOH 2M dapat dilihat pada Gambar 2.

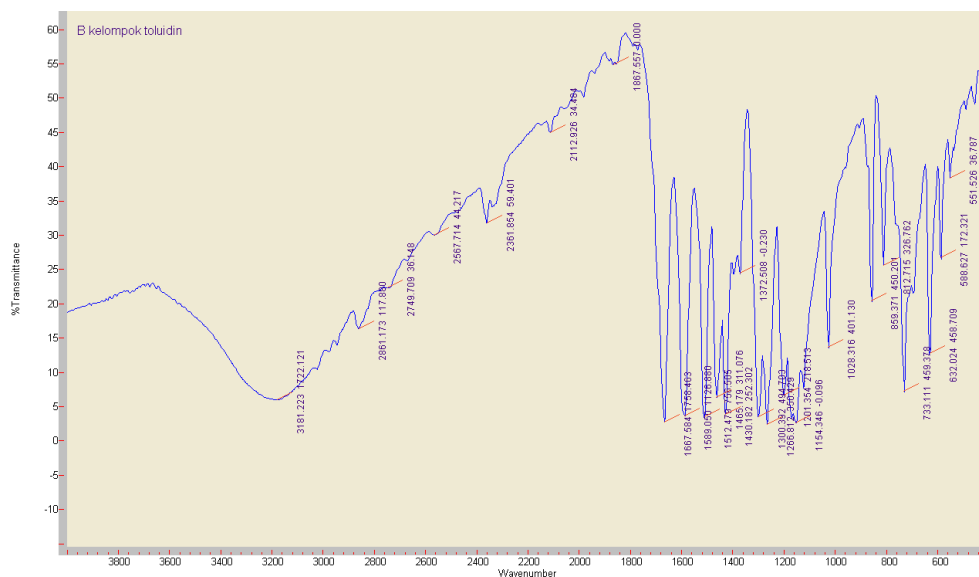


Gambar 2. Hasil uji kelarutan dari basa Schiff (Kiri) air (kanan) NaOH

Pada Gambar 2. dapat dilihat bahwa produk hasil sintesis senyawa basa Schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol larut pada larutan NaOH 2M dan tidak larut pada akuades.

Analisis Menggunakan FTIR

Analisis menggunakan spektrofotometer FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi pada produk hasil sintesis. Spektra yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada produk hasil sintesis. Indikasi adanya senyawa basa Schiff dapat dilihat dengan munculnya serapan pada $1690-1640\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan khas ikatan $C=N$ pada imina (Rumoro et al., 1987). Adapun hasil spektra FTIR dari senyawa basa schiff dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektra FTIR senyawa basa schiff

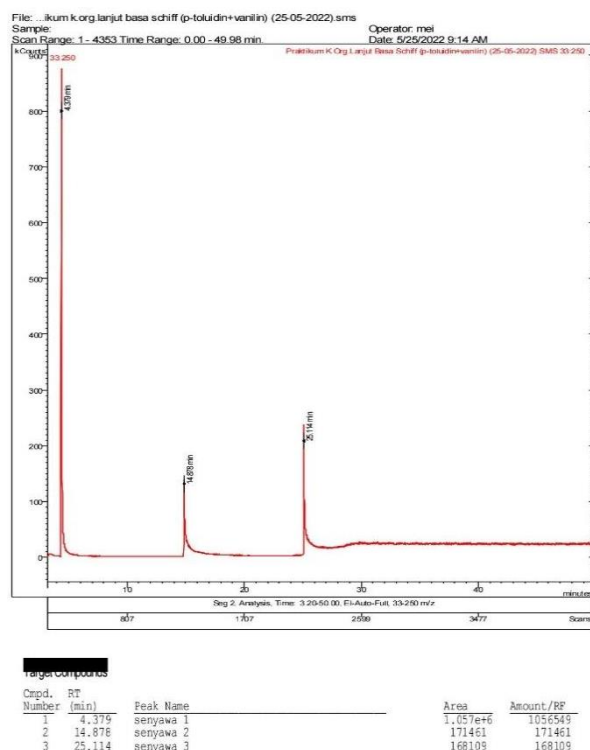
Tabel 1. Interpretasi spektra FTIR reaktan dan produk dibandingkan dengan literatur

Gugus fungsi	Bilangan gelombang produk (cm ⁻¹)	I (%)	Bilangan gelombang cm ⁻¹ (Rumoro et al., 1987)
O-H stretch	3181	s	3500-3200
-CHO overtone	2749	m	2750-2650
C=O stretch	1868	w	1870-1830
C=N stretch	1668	s	1690-1940
Benzene stretch	1512	s	1515-1485
CH ₃ alifatik	1465	s	1465-1440
C-O-C stretch	1154	s	1150-1070
C-O-H bending	632	s	680-620

Keterangan: w = weak (lemah), m = middle (sedang), s = strong (kuat)

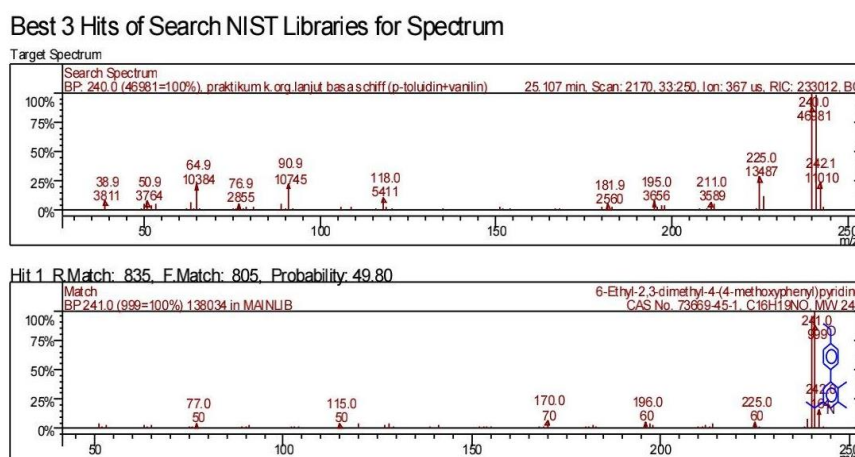
Analisis Menggunakan GC-MS

Analisis menggunakan GC-MS bertujuan untuk memisahkan senyawa menjadi komponen penyusunnya dan mengidentifikasi massa molekul dari sampel. Produk hasil sintesis memiliki waktu retensi 4,379 menit dengan luas area 1056549. Persen luas area dari produk hasil sintesis sebesar 75,68%. Terdapat dua puncak pada waktu retensi 14,878 dan 25,114 menit yang merupakan puncak dari reaktan yang belum bereaksi. Adapun hasil karakterisasi produk menggunakan *gas spectroscopy* dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Kromatogram produk hasil sintesis

Adapun hasil analisis massa menggunakan mass spectroscopy dapat dilihat pada Gambar 5.

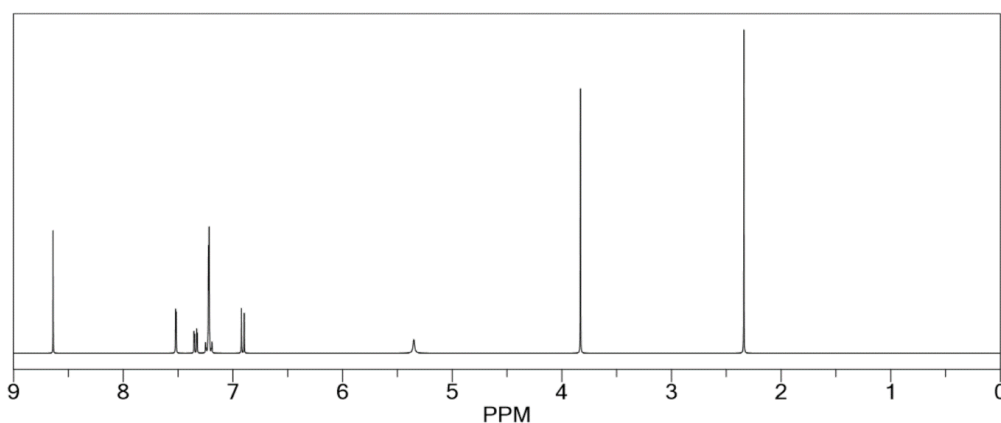


Gambar 5. Spektra massa produk hasil sintesis

Pada gambar 4.6 diperoleh data massa molekul dari senyawa basa Schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol sebesar 241 g/mol. Perbandingan spektra massa produk hasil sintesis kemudian dibandingkan dengan database spektra massa. Diperoleh senyawa 6-etil-2,3-dimetil-4-(4-metoksifenil)piridin memiliki kemiripan sebesar 49,80% dengan produk hasil sintesis.

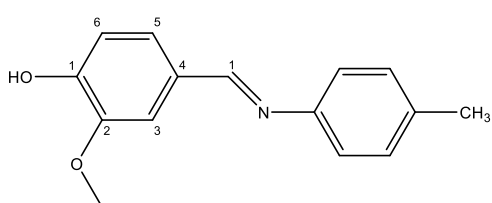
Analisis Menggunakan ¹H-NMR

Karakterisasi menggunakan ¹H-NMR menghasilkan 9 sinyal dari produk hasil sintesis senyawa basa Schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol. Pergeseran kimia pada 7,52 ppm terdapat sinyal yang menunjukkan proton dari gugus imina. Sinyal ini identik dengan senyawa basa Schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol. Adapun hasil karakterisasi produk menggunakan ¹H-NMR dapat dilihat pada Gambar 4.6.

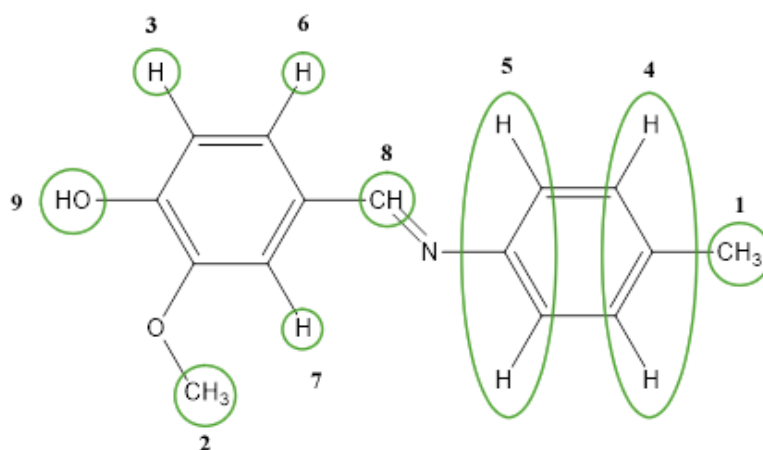


Gambar 6 Spektrum ¹H-NMR produk sintesis basa schiff

Tabel 2. Intepretasi spektrum ^1H -NMR produk sintesis basa Schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol

Posisi H	δ (ppm)	Bentuk Sinyal	Jumlah Proton	Struktur Senyawa
1	2,34	s	3H	
2	3,83	s	3H	
3	5,35	d	1H	
4	6,91	d	2H	
5	7,21	d	2H	
6	7,23	d	1H	
7	7,34	s	1H	
8	7,52	s	1H	
9	8,64	s	1H	

Keterangan : s = singlet, d = doublet



Gambar 7 Lingkungan proton pada produk sintesis basa Schiff

Pada Gambar 4.8 dapat dilihat terdapat sembilan lingkungan proton yang diperoleh pada produk hasil sintesis senyawa basa Schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol dan dua sinyal ekuivalen yaitu pada lingkungan proton 4 dan 5.

KESIMPULAN DAN SARAN

Dari hasil praktikum dapat disimpulkan bahwa produk hasil sintesis senyawa basa Schiff (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenol memiliki wujud berupa serbuk berwarna kuning dengan titik leleh sebesar 114-117 oC. Persen rendemen yang diperoleh sebesar 95%. Produk hasil sintesis dapat bereaksi dengan NaOH 2M membentuk senyawa (E)-2-metoksi-4-((p-tolylimino)metil)fenolat yang larut dalam air. Namun pada uji kelarutan menggunakan akuades, diperoleh produk hasil sintesis tidak larut.

Karakterisasi produk hasil sintesis menggunakan spektrofotometer FTIR menunjukkan adanya serapan pada 1690-1640 cm⁻¹ yang merupakan serapan C=N stretch dari gugus imina. Karakterisasi produk hasil sintesis menggunakan spektrofotometer GC-MS menunjukkan bahwa waktu retensi produk hasil sintesis sebesar 4,379 menit dengan luas area 1056549 dan persen luas area sebesar 75,68%. Dari hasil analisis menggunakan spektroskopi massa diperoleh massa molekul dari produk hasil sintesis sebesar 241 g/mol. karakterisasi produk hasil sintesis menggunakan spektrofotometer ¹H-NMR menunjukkan bahwa terdapat sembilan sinyal yang diperoleh dengan 15 proton. Pergeseran kimia pada 7,52 ppm menunjukkan gugus imina yang merupakan gugus identic dari senyawa basa Schiff.

DAFTAR PUSTAKA

- Hasanah, U., Hanapi, A., & Ningsih, R. (2017). *Synthesis of Schiff Base Compound from Vanillin and p-Toluidine by Solvent Free-Mechanochemical Method* (Vol. 8, Issue 1).
- Ma'rufah, L., Hanapi, A., Ningsih, R., & Fasya, A. G. (2021). *Synthesis of Schiff Base Compounds from Vanillin and p-Aminoacetophenone Using Lime Juice as a Natural Acid Catalyst and Their Utilization as Corrosion Inhibitors*.
- Murtaza, S., Akhtar, M. S., Kanwal, F., Abbas, A., Ashiq, S., & Shamim, S. (2017). Synthesis and biological evaluation of schiff bases of 4-aminophenazone as an anti-inflammatory, analgesic and antipyretic agent. *Journal of Saudi Chemical Society*, 21, S359–S372. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2014.04.003>
- Rumoro, J. D., Sudew, S., & Siamp, P. (1987). *Analisis Total Fenolik Daun Gedi Hijau (Abelmoschus Manihot L.) dengan Menggunakan Spektroskopi Ftir dan Kemometrik*.
- Shukla, M., Kulshrashtha, H., & Seth, D. S. (2017). *Comparative Study of the Schiff Bases by Conventional and Green Method and Antimicrobial Activity*. <http://www.ripublication.com>