

ISSN : 2407-5426

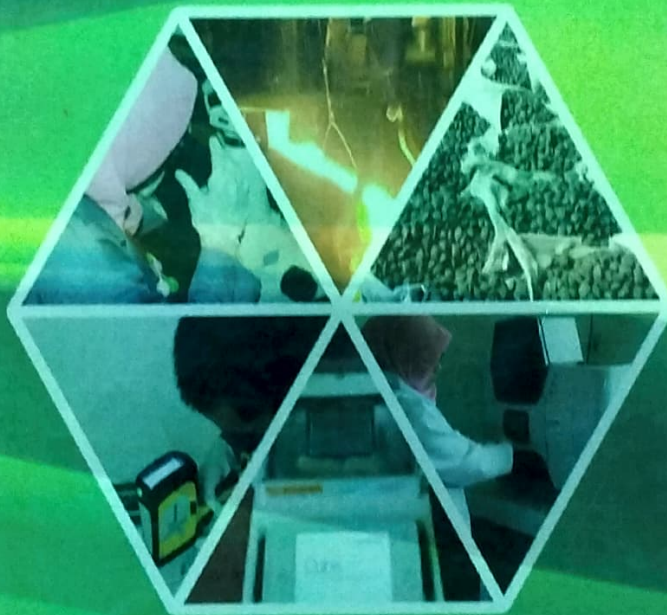


SINTESA  
2014

# PROSIDING

## SEMINAR NASIONAL TEKNOLOGI PENGOLAHAN MINERAL & BIOMASA 2014

Diterbitkan pada tanggal 19 Desember 2014



*Pemanfaatan Mineral dan Biomasa dalam  
Menunjang Pencapaian Program MP3EI*



Bandar Lampung, 14 Oktober 2014



## DAFTAR ISI PROSIDING

|   |     |
|---|-----|
| Kata Pengantar  | ii  |
| Susunan Kepanitiaian Seminar SINTESA 2014                   | iii |
| Daftar Isi  | iv  |
| Kata Sambutan Ka. UPT Balai Pengolahan Mineral Lampung-LIPI | vii |
| Kata Sambutan Gubernur Provinsi Lampung                     | ix  |

### *Presentasi Pembicara Kunci*

|   |    |
|---|----|
| <b>Prof. Dr. Bambang Suharno</b><br><i>Industri Pengolahan Mineral Logam di Indonesia</i> | 1  |
| <b>Prof. Dr. Herry</b><br><i>Peranan Energi Biomassa sebagai Energi Terbarukan</i>        | 25 |

### *Presentasi Makalah Seminar SINTESA 2014*

#### *Kelompok Pertambangan dan Pengolahan Mineral*

|   |    |
|---|----|
| 1. Distribusi Logam Berat Cr dan Mn Pada Sedimen di Sekitar Perairan Pelabuhan Panjang dengan Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)<br><i>Martha Selvina G., Diky Hidayat, Rinawati</i>  | 37 |
| 2. Karakteristik Bijih Besi Hematit dari Tanah Laut, Kalsel sebagai Bahan Baku Pembuatan Serbuk $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br><i>Agus Budi Prasetyo, Puguh Prasetyo, Indira Matahari</i>  | 45 |
| 3. Potensi Bijih Mangan Trenggalek sebagai Bahan Baku Batere Lithium<br><i>Ariyo Suharyanto, Eko Sulistiyono</i>  | 51 |
| 4. Kajian Pengolahan Bijih Mangan dan Prospek Aplikasinya Di Indonesia<br><i>Fika Rofiek Mufakhir, Slamet Sumardi</i>   | 59 |
| 5. Proses Pembuatan Mangan Dioksida dengan Pengendapan Ammonia<br><i>Eko Sulistiyono, Lia Andriah</i>   | 69 |
| 6. Pengaruh Berbagai Perlakuan Terhadap Struktur Kristal Terak Timah<br><i>Eko Sulistiyono, F.Firdiyono, Ariyo Suharyanto</i>   | 75 |
| 7. Pengaruh Ekses <i>Biopolymer</i> Terhadap Proses <i>Leaching</i> dan Adsorpsi ( <i>CIC</i> ) Di PT. Antam (Persero) Tbk. <i>Gold Mining Business</i> Unit Pongkor<br><i>Soesaptri Oediyani, Inti Rizky Apriani, Helminton J Sitanggang</i> | 83 |
| 8. Peningkatan Kerjasama Perguruan Tinggi/Lembaga Penelitian-Pengusaha-Pemerintah untuk Penguasaan Teknologi Pengolahan Mineral<br><i>Azhar, Donny Lesmana, Suharto</i>   | 93 |

#### *Kelompok Material dan Metalurgi*

|   |     |
|---|-----|
| 9. Pelindian Nikel Dari Bijih Nikel Laterit Pomalaa dengan Beberapa Asam Organik<br><i>Andinnie Juniarsih</i> | 101 |
|---|-----|



22. Pengaruh Rasio Pencampuran Minyak Kelapa Dan Solar Terhadap Emisi Gas Buang dan Kinerja Mesin Diesel 205  
*Riman Sipahutar, M. Yunus*
23. Mitigasi Dampak Lingkungan Penambangan Bijih Besi Di Kecamatan Pelaihari And Bajuin, Kabupaten Tanah Laut, Kalimantan Selatan. 215  
*Hidir Tresnadi*
24. Pemanfaatan Batang Sorgum sebagai *Filler* pada Sintesa Bioplastik dengan *Plasticizer* PEG-400 dan Asam Palmitat. 225  
*Yuli Darni, Erna Sartika Sinambela, Binur Muharis*

### ***Kelompok Sains Dasar***

25. Optimasi Pengolahan Minyak Kelapa Menjadi Biodiesel dengan Katalis MgO/SiO<sub>2</sub> Sekam Padi 233  
*Kamisah D. Pandiangan, Wasinton Simanjuntak, Simon Sembiring, Ni Luh G.R. Juliasih, Laila Susanti, Faradilla Syani*
26. Pengaruh Delignifikasi Terhadap Perolehan Furfural Dari Tandan Kosong Sawit (TKS) 239  
*Mardiyah, Suripto Dwi Yuwono, dan Suharto*
27. Optimalisasi Pembentukan Furfural Dari Tandan Kosong Sawit Menggunakan Metode Hidrolisis Asam 249  
*Rhamadya Teta Parasta, Suripto Dwi Yuwono, dan Andi Setiawan*
28. Pengaruh Partikel Slag Industri Terhadap Karakteristik Beton Keramik 257  
*Muhammad Amin*
29. Peningkatan Stabilitas Enzim Selulase dari *Bacillus Subtilis* ITBCCB148 Dengan Modifikasi Kimia 261  
*Yandri A.S., Fitriyanti, Tati Suhartati*
30. Sintesis dan Karakterisasi Struktur Ligan Basa Schiff Karbazona dengan Variasi Gugus Fungsi 269  
*Zipora Sembiring, Dian Septiani Pratama*
31. Validasi Metode Analisis Logam Mangan dan Besi Dalam Filtrat Pelindian Bijih Mangan dengan Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom 275  
*Slamet Sumardi, Nurbaiti Marsas P, Pius S*
32. Pengaruh Penambahan Logam K, Li, Na Dalam Katalis Ni-Karbon Terhadap Konversi Perengkahan Katalitik Crude Palm Oil (CPO) Menjadi Bensin 281  
*Nazarudin, Lince M, Lidya AN, Abu Bakar, Ulyarti*

### ***DISKUSI/TANYA JAWAB***

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI STRUKTUR LIGAN BASA SCHIFF KARBAZONA DENGAN VARIASI GUGUS FUNGSI

Zipora Sembiring dan Dian Septiani Pratama

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.

E-mail: zipora\_sembiring@yahoo.com

## ABSTRAK

Penelitian tentang sintesis dan karakterisasi struktur ligan basa Schiff dari 1,5-difenilkarbazon dengan variasi gugus fungsi senyawa: ethylendiamine (dyfcen), aniline (dyfcan), sulfanilamide (dyfcsam) telah dilakukan. Penelitian ini merupakan tahap awal untuk mendapatkan senyawa ligan basa Schiff yang memiliki gugus-gugus pendonor elektron yang dapat digunakan pada sintesis senyawa kompleks dengan beberapa ion logam transisi I. Berdasarkan hasil penelitian menunjukkan bahwa semua ligan basa Schiff dapat disintesis dengan menggunakan metode kondensasi pada suhu  $75-80^{\circ}\text{C}$  selama  $\pm 2$  jam. Karakterisasi struktur dengan menggunakan spektrofotometer ultra violet dan visible (UV-Vis) menunjukkan bahwa senyawa-senyawa ligan memiliki serapan maksimum pada panjang gelombang ( $\lambda_{\text{maks}}$ ): 225,8 (dyfcen) ; 233,4 (dyfcan); 233,0 (dyfcsam). Dari data serapan tersebut, semua variasi senyawa ligan basa Schiff mempunyai serapan pada daerah UV dan menunjukkan adanya serapan azometin. Karakterisasi dengan spektroskopi infra merah (IR) menunjukkan terdapat gugus azometin pada semua ligan pada daerah  $1594-1662\text{ cm}^{-1}$ .

**Kata kunci:** Karakterisasi, 1,5-difenilkarbazon, ligan basa Schiff, kondensasi, sintesis.

## 1. PENDAHULUAN

Berbagai jenis Ligan basa Schiff sangat menarik untuk dikaji terkait sifat dan bentuk: struktur molekul, elektronik, jumlah dan jenis pendonoran maupun kestabilannya yang berperan penting dalam berbagai bidang reaksi-reaksi kimia. Basa Schiff adalah senyawa yang dihasilkan dari reaksi aldehida atau keton dengan amina primer. Basa Schiff merupakan salah satu ligan penting yang dapat berkoordinasi dengan ion logam melalui nitrogen azometin ( $-\text{C}=\text{N}-$ ). Pada turunan azometin, ikatan  $-\text{C}=\text{N}-$  memiliki aktivitas biologis penting, seperti anti bakteri, anti jamur, anti kanker dan anti malaria (Kumar *et al.*, 2013). Basa Schiff juga dapat diaplikasikan secara luas dalam bidang kimia analitik, diantaranya untuk analisis unsur kelumit/*trace element* (Bader, 2009). Senyawa kompleks basa Schiff juga berperan dalam berbagai bidang seperti dalam bidang pertanian, farmasi dan kimia industri. Senyawa basa Schiff sangat berperan dalam proses-proses reaksi kimia, seperti pada reaksi polimerisasi, oksidasi, reduksi maupun sebagai katalis (Gupta, *et al.*, 2008; Sedaghat, *et al.*, 2008; Kumar *et al.*, 2009).

Basa Schiff dapat membentuk kompleks dengan logam sebagai ligan monodentat, bidentat dan polidentat. Basa Schiff dapat digunakan sebagai ligan karena adanya elektron pendonor pada atom O atau N yang cukup baik serta memiliki stabilitas yang tinggi dengan berbagai perbedaan keadaan oksidasi terhadap ion-ion logam transisi seperti: Mn(II), Cu(II) dan Fe(II). Banyak peneliti melaporkan bahwa basa Schiff dengan berbagai ion logam transisi memiliki beberapa keistimewaan antara lain bentuk struktur geometris, stereokimia dan elektronik. Karena sifat dan bentuk struktur ligan basa Schiff bervariasi membuat senyawa kompleks basa Schiff digunakan dalam berbagai keperluan antara lain: agent pengelat, indikator dan katalis (Kumar. S., *et al.*, 2009).

## 2. METODE PENELITIAN

### Alat Dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas laboratorium, alat refluks, desikator, pengaduk *magnetic stirrer*, neraca analitis, penangas air, *hot plate*, kertas saring, labu hisap *Buchner* spektrofotometer UV-Vis (Varian Cary 50) dan Spektrofotometer IR (Varian Scimitar 2000 series).

Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah bahan kimia dengan tingkat pro analisis (*p.a grade*) dari Merk yakni: 1,5diphenylcarbazon, ethylendiamine, anilina, sulfanilamida, methanol, etanol, n-heksan, asam asetat, akuabides dan akuades.

### Prosedur Penelitian

Sintesis ligan basa Schiff dilakukan melalui perbandingan mol antara 1,5 difenylkarbazon dengan masing-masing senyawa yaitu aniline, ethylendiamine dan sulfanilamide. Sintesis dilakukan dengan metode kondensasi menggunakan pelarut metanol pada suhu 75-80°C direfluks selama  $\pm 2$  jam, lalu dicuci dengan pelarut, disaring dan dikeringkan pada temperatur ruang dalam desikator. Kristal hasil sintesis ditimbang sampai diperoleh berat konstan.

Karakterisasi ligan Basa Schiff dilakukan dengan spektrofotometri UV-Vis (Varian Cary 50) dan Spektrofotometer IR (Varian Scimitar 2000 series). Preparasi sampel untuk karakterisasi spektroskopi UV-Vis dilakukan dengan melarutkan kristal ligan yang diperoleh dengan pelarut, kemudian karakterisasi dilakukan dengan melakukan scanning panjang gelombang maksimum. Karakterisasi dengan spektrofotometri infra merah dilakukan dengan tehnik preparasi sampel melalui pencampuran Kristal ligan dengan KBr kemudian dilakukan *pressing* hingga diperoleh *pellet* kristal ligan-KBr.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis ligan basa Schiff disintesis dari amina primer dengan kelompok aldehida atau keton, dalam hal ini sintesis dilakukan pada ligan-ligan basa Schiff yang memiliki jumlah dan jenis pendonoran yang bervariasi disekitar sruktur ligan. Keberadaan gugus-gugus fungsi yang bervariasi sangat mempengaruhi sifat dan bentuk geometris struktur senyawa kompleks yang akan dibentuk. Maka dalam hal ini perlu dikaji tentang sintesis dan struktur basa Schiff dari amina primer variasi gugus fungsi seperti: anilina, etilendiamina dan sulfanilamida dengan 1,5difenylkarbazona. Peneliti terdahulu melaporkan bahwa, struktur karbazona memiliki gugus fungsi yang menarik karena ligan basa Schiff turunan karbazona merupakan ligan multidentat dimana ligan karbazona memiliki kemampuan mendonorkan pasangan elektron dari atom N atau atom O ke orbital d ion logam (Pouralimardan *et al.*, 2007; Yu *et al.*, 2009).

### Sintesis Ligan Basa Schiff

Sintesis basa Schiff dilakukan dengan metode kondensasi melalui perbandingan mol diikuti oleh dehidrasi untuk menghasilkan imina. Dalam laporan ini, dilakukan sintesis pada beberapa senyawa yaitu 1,5difenylkarbazon dengan anilin (dyfcan), etilendiamina (dyfcen) serta sulfanilamida (dyfcsam) untuk mendapatkan senyawa ligan yang memiliki gugus-gugus fungsi yang bervariasi. Model koordinasi senyawa kompleks ditentukan oleh faktor lingkungan (Erdem, *et al.*, 2009 dan Jevtovic, *et al.*, 2011). Jumlah dan jenis atom pendonor pasangan elektron dari ligan basa Schiff sangat menentukan sifat, bentuk struktur geometris serta aplikasi senyawa kompleks basa Schiff (Dawood *et al.*, 2009).

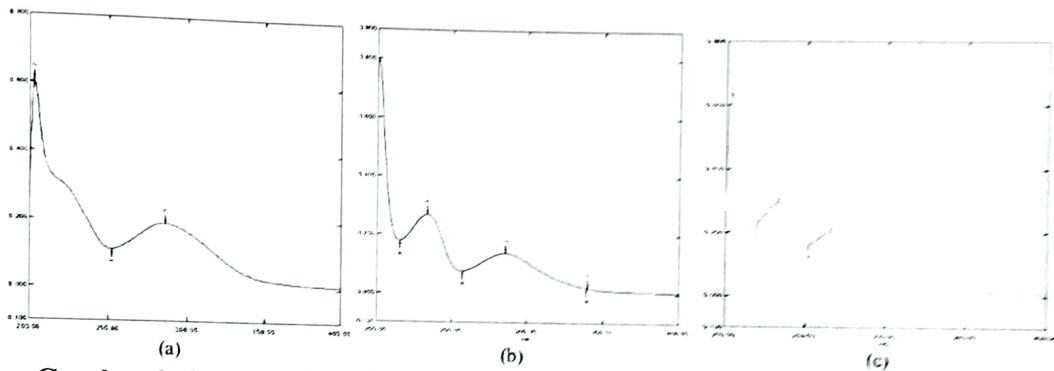
Dari hasil sintesis menunjukkan bahwa basa Schiff dyfcen diperoleh kristal berwarna oranye tua dengan perbandingan mol 1:1, untuk dyfcen diperoleh kristal berwarna merah tua

dengan perbandingan mol 2:1, sedangkan untuk dyfesam diperoleh kristal oranye muda, perbandingan mol 1:1, dengan rendemen 80-85%. Kristal yang diperoleh baik dyfcen, dyfcan maupun dyfesam menunjukkan keadaan stabil pada temperatur ruang.

Dalam hal kestabilan, ligan basa Schiff karbazona memiliki kestabilan yang baik karena struktur ligan basa Schiff memiliki intramolekul ikatan hidrogen terkait pada azo-ligan basa Schiff (Erdem, *et al.*, 2009) serta sifat basa keras-lunak dari ligan. Sedaghat, *et al.*, 2009; 2011, dalam laporannya menyebutkan bahwa ligan basa Schiff yang mengandung atom O-, N-, S- memiliki *conformationally fleksibel* berpotensi sebagai ligan pendonor keras dan lunak memegang peranan penting pada pembentukan dan kestabilan senyawa kompleks.

### Karakterisasi Struktur dengan Spektrofotometer Uv-vis

Ligan yang dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang 200-300 nm atau pada daerah UV (Gambar 2).



**Gambar 2.** (a) 1,5 diphenyl + Ethylenediamine (dyfcen)  $10^{-3}$ M ; (b) 1,5 diphenyl + Anilin (dyfcan)  $10^{-5}$ M; (c) 1,5 diphenyl + Sulfanilamide  $10^{-5}$ M (dyfesam)

Karakterisasi struktur spektrofotometer UV-Vis menunjukkan bahwa senyawa-senyawa ligan memiliki serapan maksimum pada panjang gelombang ( $\lambda_{maks}$ ) : 225 nm (dyfcen) ; 233,4 nm (dyfcan); 233,0 nm (dyfesam). Dari data serapan tersebut, semua variasi senyawa ligan basa Schiff mempunyai serapan pada daerah UV. Adapun serapan kuat pada daerah sekitar 204-205 nm adalah *cut off point* dari pelarut. Serapan disekitar 250-300 adalah serapan karakteristik dari transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$  benzene tersubstitusi. Serapan lemah pada daerah 220-230 nm merupakan karakteristik dari serapan azometin (C=N); dimana terjadi transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$  (Supratman, U., 2010).

### Karakterisasi Struktur Spektrofotometer IR

Karakterisasi struktur dengan spektrofotometri IR dilakukan pada daerah  $200-4000 \text{ cm}^{-1}$  untuk ketiga jenis ligan: dyfcen, dyfcan dan dyfesam. Data spektra IR dari ketiga ligan disarikan pada Tabel 1. Dari ketiga ligan tersebut tampak bahwa ketiganya terdapat pita di daerah antara  $1594-1662 \text{ cm}^{-1}$ . Berdasarkan hasil laporan Pouralimardan, *et al.*, 2007; Kianfar., *et al.*, 2010, daerah serapan vibrasi regang untuk gugus azo berada sangat tajam dan kuat beada di daerah  $1550-1673 \text{ cm}^{-1}$ . Hal ini mengindikasikan bahwa adanya gugus-gugus azo pada semua hasil sintesis ligan basa Schiff. Serapan pita yang tajam di daerah sekitar  $3300-3400 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi rengang dari N-H serta untuk serapan pada daerah sekitar  $1450-1500 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus N=N.

Tabel 1. Data spektra IR dari ligan dyfcen, dyfcan, dyfcsam

| Ligan   | Karakterisasi gugus fungsi |             |        |             |         |
|---------|----------------------------|-------------|--------|-------------|---------|
|         | v(CH)<br>Aromati<br>k      | v(C=N)      | v(C=C) | v(N-H)      | v(N=N)  |
| dyfcen  | 2912                       | 1594        | 1478   | 3321,<br>37 | 1499,94 |
| dyfcan  | 3055                       | 1662,<br>76 | 1497   | 3310,<br>81 | 1497,66 |
| dyfcsam | 2965                       | 1662,<br>74 | 1498   | 3311,<br>12 | 1498,62 |

Catatan: k= kuat, m= medium

#### 4. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan pada pada sintesis ligan basa Schiff dari 1,5difenilkarbazone dengan aniline (dyfcan), 1,5difenilkarbazone dengan etilendiamin (dyfcen) serta 1,5difenilkarbazone dengan sulfanilamide (dyfcsam) dapat disimpulkan bahwa ligan basa Schiff dapat disintesis menggunakan metode kondensasi dengan rendemen hasil 80-85%. Karakterisasi spektrofotometri UV-Vis menunjukkan adanya serapan azometin (C=N) pada daerah 250-300 nm yang terjadi pada transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$ . Selain itu, hasil analisis dengan spektrofotometri IR menunjukkan karakteristik gugus azometin yang kuat untuk semua ligan pada daerah serapan 1594-1662  $\text{cm}^{-1}$ .

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan RI yang telah mendanai penelitian ini melalui DP2M.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Bader N. R., (2009). Schiff's Bases Complexation And Solid Phase Extraction For Improved Trace Element Analysis, Dissertation. Universität Duisburg-Essen.
- [2]. Dawood Z. F., Mohammed T. J., Sharif M. R., (2009). New Nickel(II) Complexes with Benzilbis(semicarbazone) and Dithiocarbamate Ligands. *Iraqi J. of Veterinary Sci. Vol 3, Supplement II*, 135-141.
- [3]. Erdem E., Sai, E. Y., Kiliçarslan, R., Nilgu and Kabay, (2009). Synthesis and characterization of azo-linked Schiff bases and their nickel(II), copper(II), and zinc(II) complexes. *Transition Met. Chem.* 34 : 167-174.
- [4]. Gupta C. K., Sutar K. A., (2008). Catalytic Activities of Schiff Base Transition Metal Complexes. *Elsevier-Science Direct. Coord. Chem. Rev.* 252: 1420-1450.
- [5]. Jevtovic V.; Cvetkovic D. & Vidovic D., (2011), Synthesis, X Ray Characterization and Antimicrobial Activity of Iron(II) and Cobalt(III) Complexes with the Schiff Base Derived from Pyridoxal and Semicarbazide or S-methylisothiosemicarbazide. *J.Iran. Chem. Soc.*, Vol. 8, No .3, pp. 727-733.

- [6]. Kianfar A. H., Zargari S., Khavasi H. R., (2010). Synthesis and Electrochemistry of Mn(II) N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Schiff Base Complexes, X-ray Structure of {Ni[Bis(3-Chloroacetylaceton)ethylenediimine]}. *J. Iran- Chem. Soc.*, Vol. 7, N0. 4: 908-916.
- [7]. Kumar S., Dhar N. D. and Saxena N. P., (2009). Application of Metal Complexes of Schiff Base- A Review. *J. Sci. & Indust. Research*, Vol. 68: 181-187.
- [8]. Pouralimadan, O., Anne-Chamayon, C., Janiak, C., Hosseini, H-Monfered. (2007). Hydrazone Schiff base-Manganese(II) Complexes, Synthesis Crystal Structure and Catalytic reactivity. *Inorg. Chimica Acta*. 360 : 1599-1608.
- [9]. Sedaghat and Jalilian F., (2009). New Adducts of Diorganotin(IV) Chlorides with a New Multifunctional Schiff Base Ligand: Synthesis and Spectral Properties. *J. Iran. Chem Soc.*, Vol 6, No. 2, 271-276.
- [10]. Sedaghat T., & Monajjemzadeh M., (2011). Some New Organotin(IV) Schiff Base Adducts: Synthesis, Spectroscopic Characterization and Thermal Studies. *J. Iran. Chem. Soc.*, Vol. 8, No. 2 : 477-483.
- [11]. Supratman, U. (2010). Elusidasi Struktur Senyawa Organik; metode spektroskopi untuk penentuan struktur senyawa organik. Widya Padjajaran.
- [12]. Yu, Y. Y., H. D. Xian., J. F. Liu., & G. L. Zhao, (2009). Synthesis, Characterization, Crystal Structure and Antibacterial Activities of Transition Metal(II) Complexes of the Schiff Base 2-[(4-Methylphenylimino)methyl]-6-methoxyphenol. *Molecules*, Vol.14: 1747-1754.