

LAMPIRAN A
CONTOH PERHITUNGAN PERSENTASE HASIL SINTESIS

I. Perhitungan berat teoritis

a. Asam salisilat (BM : 138,134 g/mol)

Penimbangan : 11,04 gram

$$\text{mol asam salisilat} : \frac{11,04}{138,134} = 0,079 \text{ mol} = 0,08 \text{ mol}$$

b. Dimetil sulfat (BM : 126,19 g/mol, berat jenis : 1,33 g/cm³)

Volume : 20 ml

$$\text{mol dimetil sulfat} : \frac{20 \text{ ml} \times 1,33}{126,19} = 0,2 \text{ mol}$$

c. Hidrazin (BM : 32 g/mol, berat jenis : 1,03 g/cm³)

Volume : 0,64 ml = 0,1 ml

$$\text{mol hidrazin} : \frac{0,64 \times 1,03}{32} = 0,02 \text{ mol}$$

d. Benzaldehida (BM : 106,12 g/mol, berat jenis : 1,05 g/cm³)

Volume : 2,03 ml

$$\text{mol benzaldehida} : \frac{2,03 \times 1,05}{106,12} = 0,02 \text{ mol}$$

II. Perhitungan persentase hasil sintesis berdasarkan mmol teoritis :

	Asam salisilat	+ dimetil sulfat	→	dimetil salisilat	+ asam sulfat
Awal	0,08 mol	0,2 mol		0	0
reaksi	0,08 mol	0,08 mol		0,08 mol	0,08 mol -
sisa	0	0,12 mol		0,08 mol	0,08 mol

BM teoritis	=	166 g/mol
Massa teoritis	=	0,08 mol x 166 g/mol = 13,28 gram
Massa praktis	=	12,04 gram
% hasil	=	$\frac{12,04}{13,28} \times 100\% = 90,67\% = 91\%$



LAMPIRAN B
CONTOH PERHITUNGAN KONVERSI INDEKS BIAS

Perhitungan konversi indeks bias n_D^{20} pada hasil sintesis dimetil salisilat dan 2-metoksibenzohidrazida.

Dengan rumus :

$$n_D^t = n_D^{t'} + 0,00045(t'-t)$$

Dimana,

n_D^t = indeks bias pada temperatur tabel (20 °C)

t = temperatur tabel (20 °C)

$n_D^{t'}$ = indeks bias pada temperatur percobaan

t' = temperatur percobaan

➤ Dimetil salisilat (tahap 1)

No. Replikasi	Indeks bias	Rata-rata
1	1,5179	
2	1,5176	1,5177
3	1,5177	

$$\begin{aligned} \text{Suhu } 20 \text{ }^\circ\text{C} &= \text{suhu kamar} + 0,00045 (30-20)^\circ \\ &= 1,5177 + 0,00045 (10) \\ &= 1,5222 \end{aligned}$$

➤ 2-metoksibenzohidrazida

No. Replikasi	Indeks bias	Rata-rata
1	1,4826	
2	1,4827	1,4826
3	1,4825	

$$\begin{aligned} \text{Suhu } 20\text{ }^{\circ}\text{C} &= \text{suhu kamar} + 0,00045 (30-20)^{\circ} \\ &= 1,4826 + 0,00045 (10) \\ &= 1,4871 \end{aligned}$$



LAMPIRAN C
UJI DENGAN FeCl₃ PADA SENYAWA HASIL SINTESIS

Uji dengan FeCl₃ berguna untuk mengetahui apakah gugus OH fenolik masih terdapat dalam struktur senyawa hasil sintesis. Uji ini dilakukan dengan melarutkan sejumlah zat dengan etanol kemudian ditetaskan FeCl₃. Bila larutan berubah warna menjadi ungu/biru tua, maka senyawa tersebut memiliki gugus OH fenolik pada strukturnya. Hasil uji dengan FeCl₃ senyawa hasil sintesis dapat dilihat pada tabel dibawah ini :

Tabel identifikasi gugus OH fenolik dengan FeCl₃

Senyawa	Hasil uji dengan FeCl ₃	Gugus OH fenolik
Asam salisilat	Ungu	+
Dimetil salisilat	Kuning	-
N'benziliden-2-metoksibenzohidrazida	Kuning	-
1,2-bis(4-hidroksibenziliden)hidrazin	Ungu	+

Keterangan :

+ = terbentuk warna ungu tua

- = tidak terbentuk warna ungu

LAMPIRAN D
KESEMPURNAAN HASIL SINTESIS SENYAWA N'BENZILIDEN-
2-METOKSIBENZOHIDRAZIDA

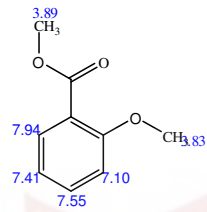
Pada reaksi tahap ketiga, waktu yang dibutuhkan untuk mendapatkan hasil yang sempurna dengan pemanasan menggunakan *microwave* dan daya yang digunakan 240 watt, yaitu tertera pada tabel dibawah ini :

Tabel persentase hasil sintesis N'benziliden-2-metoksibenzohidrazida dengan waktu pemanasan yang berbeda

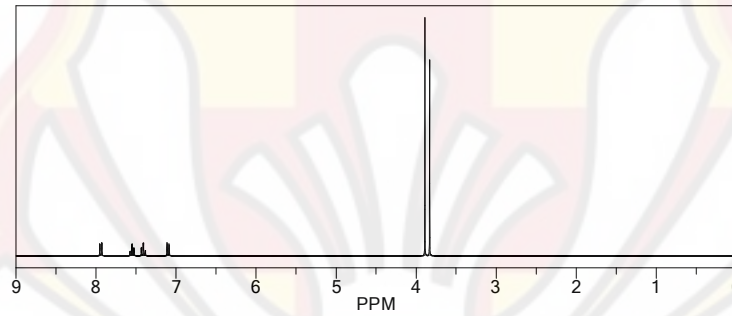
Waktu pemanasan	Persentase hasil (%)
1x2 menit	70
2x2 menit	74
3x2 menit	74
4x2 menit	74

Berdasarkan table persentase hasil sintesis N'benziliden-2-metoksibenzohidrazida diatas pada waktu pemanasan yang berbeda-beda, maka dipilih waktu pemanasan 2x2 menit karena pada pemanasan selama 3x2 menit diperoleh persentase hasil yang sama (74%)

LAMPIRAN E
ESTIMASI RMI-¹H DIMETIL SALISILAT



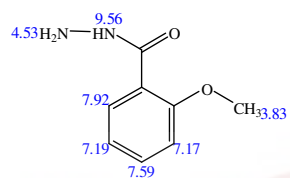
Estimation quality is indicated by color: good, medium, rough



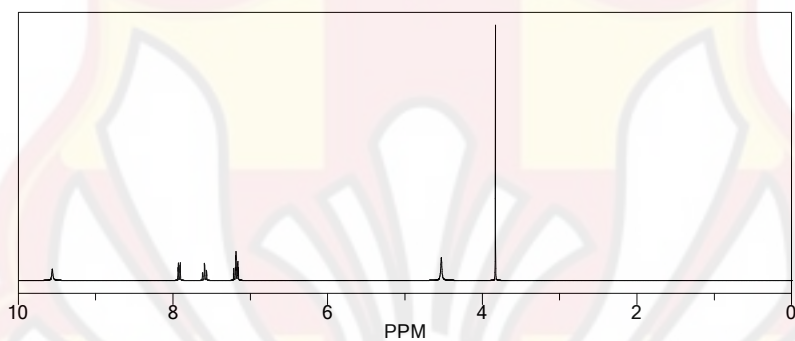
Protocol of the H-1 NMR Prediction:

Node	Shift	Base + Inc.	Comment (ppm rel. to TMS)
CH 7,10	7,26	1-benzene	
	-0,49	1 -O-C	
	0,11	1 -C(=O)OC	
	0,22	general corrections	
CH 7,94	7,26	1-benzene	
	-0,11	1 -O-C	
	0,71	1 -C(=O)OC	
	0,08	general corrections	
CH 7,55	7,26	1-benzene	
	-0,11	1 -O-C	
	0,21	1 -C(=O)OC	
	0,19	general corrections	
CH 7,41	7,26	1-benzene	
	-0,44	1 -O-C	
	0,11	1 -C(=O)OC	
	0,48	general corrections	
CH3 3,83	0,86	methyl	
	2,87	1 alpha -O-1:C*C*C*C*C*1	
	0,10	general corrections	
CH3 3,89	0,86	methyl	
	3,02	1 alpha -OC(=O)-1:C*C*C*C*C*1	
	0,01	general corrections	

LAMPIRAN F
ESTIMASI RMI-¹H 2-METOKSIBENZOHIDRAZIDA



Estimation quality is indicated by color: good, medium, rough

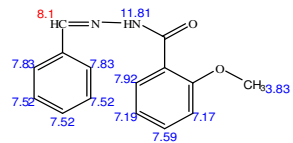


Protocol of the H-1 NMR Prediction:

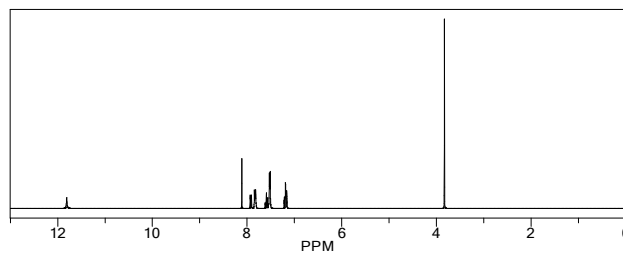
Node Shift Base + Inc. Comment (ppm rel. to TMS)

NH	9,56	8,00	sec. amide
		1,56	general corrections
NH2	4,53	2,00	amine
		2,53	general corrections
CH	7,17	7,26	1-benzene
		-0,49	1 -O-C
		0,18	1 -C(=O)N
		0,22	general corrections
CH	7,92	7,26	1-benzene
		-0,11	1 -O-C
		0,69	1 -C(=O)N
		0,08	general corrections
CH	7,59	7,26	1-benzene
		-0,11	1 -O-C
		0,25	1 -C(=O)N
		0,19	general corrections
CH	7,19	7,26	1-benzene
		-0,44	1 -O-C
		0,18	1 -C(=O)N
		0,19	general corrections
CH3	3,83	0,86	methyl
		2,87	1 alpha -O-1:C*C*C*C*C*1
		0,10	general corrections

LAMPIRAN G
ESTIMASI RMI-¹H N'-BENZILIDEN-2-
METOKSIBENZOHIIDRAZIDA



Estimation quality is indicated by color: **good**, **medium**, **rough**

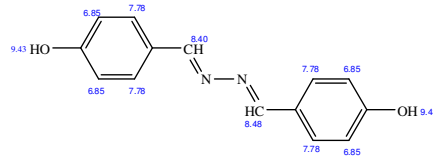


Protocol of the H-1 NMR Prediction:

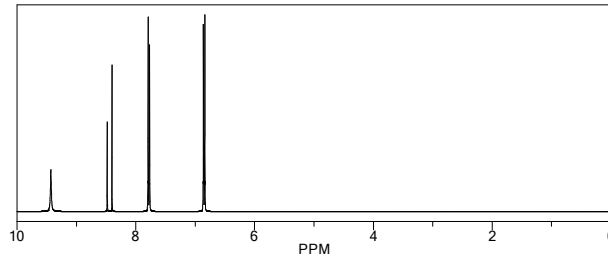
Node	Shift	Base + Inc.	Comment (ppm rel. to TMS)
NH	11,81	8,00	sec. amide
		3,81	general corrections
CH	7,17	7,26	1-benzene
		-0,49	1-O-C
		0,18	1-C(=O)N
		0,22	general corrections
CH	7,92	7,26	1-benzene
		-0,11	1-O-C
		0,69	1-C(=O)N
		0,08	general corrections
CH	7,83	7,62	benzylidenimin
		?	1 unknown substituent(s)
		0,21	general corrections
CH	7,83	7,62	benzylidenimin
		?	1 unknown substituent(s)
		0,21	general corrections
CH	7,52	7,29	benzylidenimin
		?	1 unknown substituent(s)
		0,23	general corrections
CH	7,59	7,26	1-benzene
		-0,11	1-O-C
		0,25	1-C(=O)N
		0,19	general corrections
CH	7,19	7,26	1-benzene
		-0,44	1-O-C
		0,18	1-C(=O)N
		0,19	general corrections
CH	7,52	7,29	benzylidenimin
		?	1 unknown substituent(s)
		0,23	general corrections
CH	7,52	7,29	benzylidenimin
		?	1 unknown substituent(s)
		0,23	general corrections
CH3	3,83	0,86	methyl
		2,87	1 alpha -O-1:C^C^C^C^C^C^1
		0,10	general corrections
CH	8,1	8,11	benzylidenimin
		?	1 unknown substituent(s)
			-> 1 increment(s) not found

LAMPIRAN H

ESTIMASI RMI-¹H 1,2-BIS(4-HIDROKSIBENZILIDEN)HIDRAZIN



Estimation quality is indicated by color: good, medium, rough



Protocol of the H-1 NMR Prediction:

Node	Shift	Base + Inc.	Comment (ppm rel. to TMS)
OH 9,43	5,00	aromatic C-OH	
		general corrections	
OH 9,43	4,43	aromatic C-OH	
		general corrections	
CH 6,85	7,29	benzylidenimin	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,53 1 -O from 1-benzene	
		0,09 general corrections	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,53 1 -O from 1-benzene	
CH 7,78	7,29	benzylidenimin	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,17 1 -O from 1-benzene	
		0,33 general corrections	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,17 1 -O from 1-benzene	
CH 7,78	7,62	benzylidenimin	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,17 1 -O from 1-benzene	
		0,33 general corrections	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,17 1 -O from 1-benzene	
CH 6,85	7,29	benzylidenimin	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,53 1 -O from 1-benzene	
		0,09 general corrections	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,53 1 -O from 1-benzene	
CH 6,85	7,29	benzylidenimin	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,53 1 -O from 1-benzene	
		0,09 general corrections	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,53 1 -O from 1-benzene	
CH 7,78	7,62	benzylidenimin	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,17 1 -O from 1-benzene	
		0,33 general corrections	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,17 1 -O from 1-benzene	
CH 7,78	7,62	benzylidenimin	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,17 1 -O from 1-benzene	
		0,33 general corrections	
		? 1 unknown substituent(s)	
		-0,17 1 -O from 1-benzene	
CH 8,48	8,11	benzylidenimin	
		? 1 unknown substituent(s)	
		0,37 general corrections	
		0,37 general corrections	
CH 8,40	8,11	benzylidenimin	
		? 1 unknown substituent(s)	
		0,29 general corrections	
		0,29 general corrections	