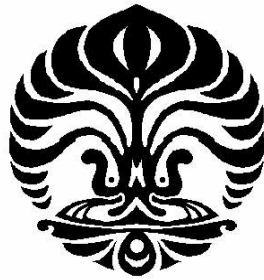


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SENYAWA ORGANOTIN (IV) KARBOKSILAT:
TRIMETILTIMAH N-MALEOILGLISINAT**

WAKHID FAJAR PURNOMO

0304037086



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGAETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
2008**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SENYAWA ORGANOTIN (IV) KARBOKSILAT:
TRIMETILTIMAH N-MALEOILGLISINAT**

**Skripsi diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

**Oleh:
WAKHID FAJAR PURNOMO
0304037086**



**DEPOK
2008**

**SKRIPSI : SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SENYAWA ORGANOTIN (IV) KARBOKSILAT:
TRIMETILTIMAH N-MALEOILGLISINAT
NAMA : WAKHID FAJAR PURNOMO
NPM : 0304037086**

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, JULI 2008



Drs. Ismunaryo Munandar, M.Phil.

PEMBIMBING

Tanggal Lulus Ujian Sidang Sarjana :

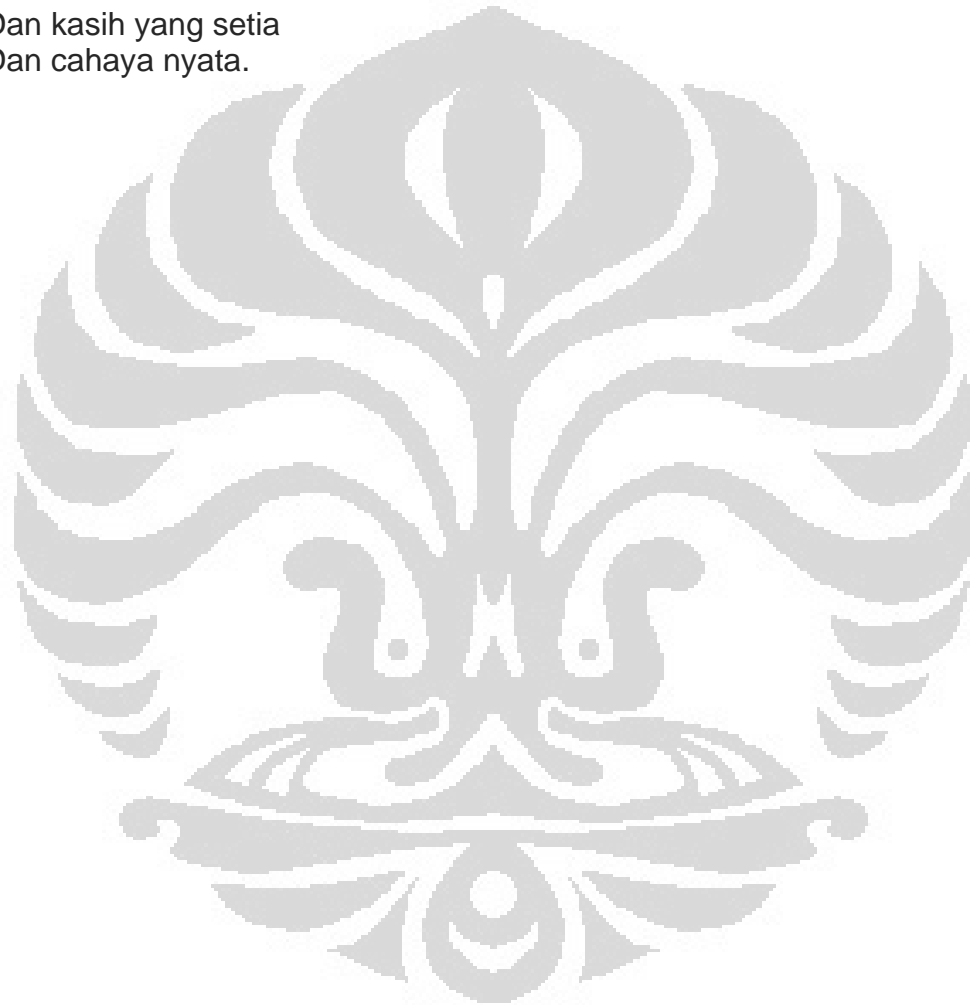
Penguji I :

Penguji II :

Penguji III :

Bagai bintang di surga
Dan seluruh warna
Dan kasih yang setia
Dan cahaya nyata

Bintang di surga...
Berikan cerita
Dan kasih yang setia
Dan cahaya nyata.



KATA PENGANTAR

Kupanjatkan rasa syukurku kepada Allah SWT, Sang Pencipta Cinta, atas segala takdir yang telah ditetapkan untukku. Semoga salam dan kesejahteraan tercurah untuk Rasulullah SAW dan seluruh umat beliau. Terima kasih yang tidak terbatas untuk kedua orang tuaku dan untuk adikku, Bowo. Penulis ingin menghaturkan rasa terima kasih kepada:

1. Bapak Drs. Ismunaryo Munandar, M.Phil selaku pembimbing, yang dengan sabar telah membimbing dan mengarahkan saya dalam menuntut ilmu, penelitian dan penyusunan skripsi ini;
2. Bapak Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia;
3. Bapak Dr. Jarnuzi Gunlazuardi selaku Pembimbing Akademik;
4. Bapak dan Ibu Dosen Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia yang telah memberikan segala sesuatu yang berhubungan dengan kimia dan kehidupan;
5. Pak Hedi, Pak Trisno, Staf Tata Usaha, Staf laboratorium, dan seluruh keluarga besar Departemen Kimia;
6. penulis buku Kimia Anorganik (Cotton dan Wilkinson), Kimia Dasar (Petrucci), dan Kimia Organik (Fessenden & Fessenden), yang telah “meracuni” pikiran penulis dengan isinya yang mengagumkan;

7. Bang Atang, dan Aa Gym;
8. semua guru TK Tunas Muda, SD Kartika XI-6, SLTPN 189, dan SMUN 65;
9. semua teman di Asrama UI angkatan 2003, 2004 dan 2005 yang telah berbagi dalam segala hal, seluruh tetangga Pondok ASRI, Abang bubur, ketoprak, nasi goreng, dan nasi Padang;
10. semua rekan angkatan 2004 dan 2003;
11. rekan-rekan penelitian lantai 3 dan 4;
12. kakak-kakak tim lab afiliasi (yang bersedia meluangkan waktunya untuk membantu penulis, maaf sering merepotkan);
13. mbak Ema, mbak Tri, mbak Ati, dan mbak Indri;
14. Mas Rizki dan Mas Dedy, terima kasih atas semua saran, pengalaman, dan ilmunya;
15. Mas Haro (terima kasih untuk semua pinjamannya, semoga bahagia), Mas Nur, dan Mas Ismail (maaf, sering merepotkan), dan Mas Demmy;
16. Bu Kifti, Pak Ari, dan Alm. Pak Ponidi, semoga Allah membalas semua kebaikan Bapak dan Ibu;
17. temanku Via (maafkan aku) dan mbak Sri (satu rasa yang masih ada);
18. Muris dan Gentur, semoga kita cepat-cepat mendapatkan yang terbaik, semuanya sudah diatur, Aamiin;
19. Peterpan (Taman Langit, Bintang di Surga, Alexandria, Hari yang Cerah);

20. semua rasa yang ada;

21. kesalahan hidup dan kesempatan hidup;

22. dan semua pihak yang mungkin penulis lupa, terima kasih.

Layaknya pepatah, tak ada gading yang tak retak, penulis sangat menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini. Oleh karenanya, penulis sangat berharap atas saran dan kritik untuk perbaikan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan aplikasinya.

Terima kasih.



Juli 2008

Penulis

ABSTRAK

Pada penelitian ini, telah dilakukan percobaan sintesis senyawa trimetiltimah N-maleoilglisinat yang mengandung gugus karboksilat sebagai salah satu gugus organiknya, yaitu anion N-maleoilglisinat. Setiap reaksi berlangsung dalam atmosfer inert. Peralatan gelas yang dipakai harus bebas air dan digunakan pelarut yang bersifat *dry* atau kering. Reaksi pertama ialah mencampurkan antara larutan jenuh anhidrida maleat dan glisin (pelarut: asam asetat glasial), yang menghasilkan padatan putih. Reaksi kedua, yaitu antara padatan tersebut dengan trietilamina berlebih (pelarut: *dry toluene*) yang menghasilkan garam trietilamonium N-maleoilglisinat. Untuk reaksi ketiga, trietilamonium N-maleoilglisinat direaksikan dengan trimetiltimah klorida untuk menghasilkan produk akhir, yaitu trimetiltimah N-maleoilglisinat. Reaksi kedua dan ketiga dilakukan dengan sistem refluks. Pada produk pertama (asam dikarboksilat) didapatkan rentang persen massa produk sebesar 62-89% dengan rentang titik leleh 182-188°C. Analisis IR terhadap produk reaksi pertama mengindikasikan adanya gugus karbonil pada 1718 cm^{-1} , 1678 cm^{-1} , dan 1614 cm^{-1} . Serapan lebar pada rentang 2500-3000 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus O-H sebagai dimer dari asam dikarboksilatnya. Satu puncak tajam pada 3316 cm^{-1} mengindikasikan adanya vibrasi ulur N-H amida sekunder. Pada spektra IR untuk produk kedua (trietilamonium N-maleoilglisinat), munculnya puncak pada 2921 cm^{-1}

menunjukkan adanya vibrasi ulur C-H alifatik dan puncak 3028 cm^{-1} mengindikasikan adanya vibrasi C-H aromatik dari pelarut toluennya. Adanya gugus karbonil diindikasikan dengan munculnya puncak pada 1736 cm^{-1} dan 1604 cm^{-1} . Untuk produk akhir, hilangnya puncak lebar pada $2500\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan gugus karboksilatnya telah terdeprotonasi menjadi anion N-maleoilglisinat yang kemudian terkoordinasi dengan atom pusat Sn. Spektra IR untuk trimetiltimah N-maleoilglisinat menunjukkan adanya vibrasi Sn-C dan Sn-O masing-masing pada daerah sekitar 500 cm^{-1} dan 400 cm^{-1} . Trimetiltimah N-maleoilglisinat hasil sintesis memiliki titik leleh dengan rentang $218\text{-}220^\circ\text{C}$. Persen massa produk akhir yang dihasilkan sebesar 6,49% dan 2,07%.

Kata kunci: atmosfer inert, *dry toluene*, IR, trimetiltimah klorida, trimetiltimah N-maleoilglisinat.

xi + 66 hlm.; gbr.; tab.; lamp.

Bibliografi: 27 (1935 - 2008)

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	2
1.3. Tujuan Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Sifat Fisik dan Kimia Timah	5
2.2. Senyawa Organologam	7
2.3. Senyawa Organotimah	9
2.4. Metode Sintesis Organotimah	11
2.5. Organotimah Klorida	13
2.6. Pelarut dalam Sintesis Organotimah	14
2.7. Asam Aminoasetat (Glisin)	17
2.8. Karakterisasi Senyawa Organotimah	19

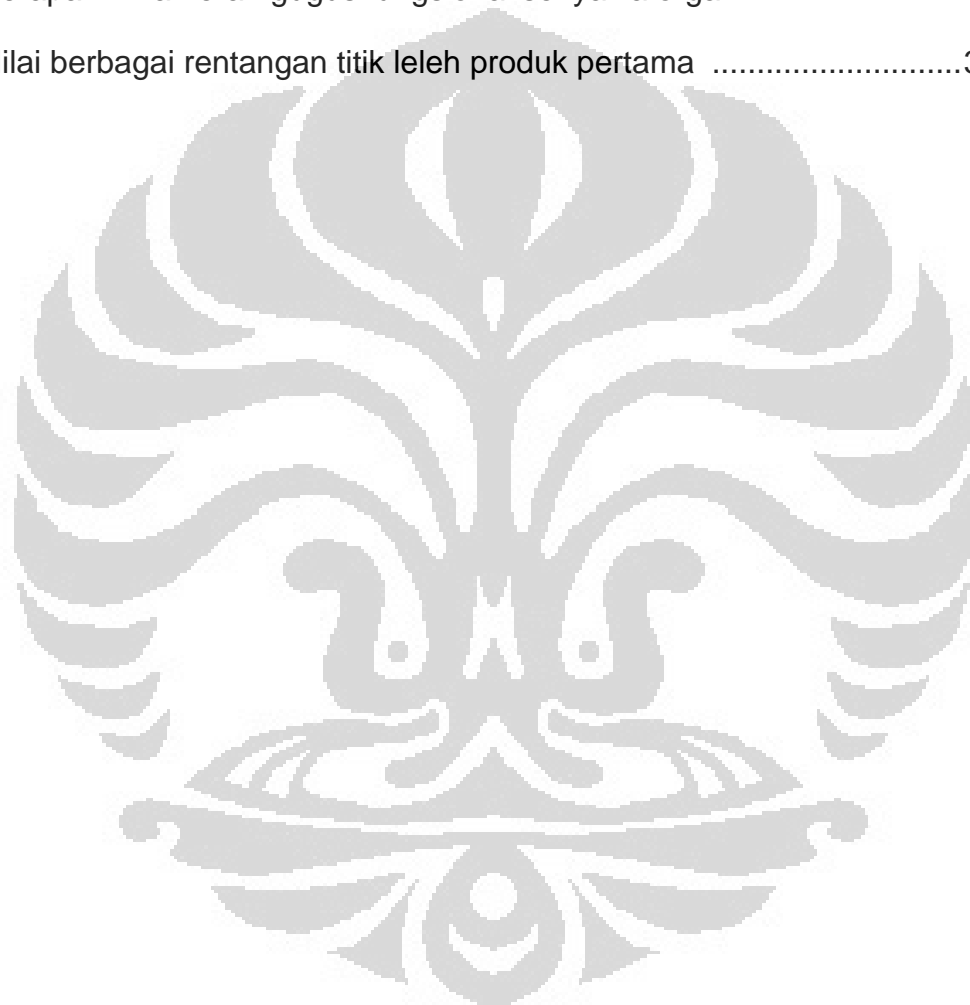
2.8.1. Pengukuran Titik Leleh	19
2.8.2. Spektroskopi Inframerah	20
BAB III METODE PENELITIAN	25
3.1. Lokasi	25
3.2. Bahan	25
3.3. Peralatan	25
3.4. Cara Kerja	26
3.4.1. Reaksi Tahap Pertama	26
3.4.2. Reaksi Tahap Kedua	26
3.4.3. Reaksi Tahap Ketiga	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	29
4.1. Reaksi Tahap Pertama	29
4.2. Reaksi Tahap Kedua	39
4.3. Reaksi Tahap Ketiga	45
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	49
5.1. Kesimpulan	49
5.2. Saran	50
DAFTAR PUSTAKA	51
LAMPIRAN	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Konfigurasi elektron ^{50}Sn	6
2.2. Jalur umum sintesis senyawaan organotimah	12
2.3. Skema sintesis berbagai organotimah dari organotimah klorida	13
2.4. Struktur asam aminoasetat atau glisin	18
3.1. Tahapan kerja sintesis trimetiltimah N-maleoilglisinat.....	28
4.1. Persamaan reaksi tahap pertama dan kondisi reaksinya	32
4.2. Produk reaksi tahap pertama	33
4.3. Mekanisme adisi-eliminasi	34
4.4 Struktur resonansi <i>leaving group</i> anion karboksilat.....	35
4.5. Uji kelarutan produk pertama terhadap larutan NaOH 5%	36
4.6. Uji kelarutan produk pertama terhadap larutan NaHCO ₃ 5%	37
4.7. Persamaan reaksi tahap kedua	39
4.8. Struktur resonansi gugus amida	42
4.9. Gugus maleoil yang membentuk imida siklik	42
4.10. Produk reaksi kedua (trietilammonium N-maleoilglisinat)	43
4.11. <i>Main product</i> (cairan bening) dan <i>by product</i> (cairan dan <i>gel</i> berwarna kuning) dari reaksi tahap kedua	44
4.12. Persamaan reaksi tahap ketiga	46

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Serapan inframerah gugus fungsional senyawa organik.....	23
4.1. Nilai berbagai rentangan titik leleh produk pertama	38



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Perhitungan Stoikiometri terhadap Reaksi Tahap Pertama	57
2. Perhitungan Stoikiometri terhadap Reaksi Tahap Kedua	58
3. Perhitungan Stoikiometri terhadap Reaksi Tahap Ketiga	59
4. Spektra FTIR Produk Pertama (Padatan C)	60
5. Spektra FTIR Produk Pertama (Padatan E)	61
6. Spektra FTIR Produk Kedua (Campuran Trietilammonium N- maleoilglisinat dan Toluena) dari padatan C, suhu reaksi 80-90°C	62
7. Spektra FTIR Produk Kedua (Campuran Trietilammonium N- maleoilglisinat dan Toluena) dari padatan C, suhu reaksi 60-70°C	63
8. Spektra FTIR Trimetiltimah klorida (menurut literatur)	64
9. Spektra FTIR Produk Ketiga (Trimetiltimah N-maleoilglisinat) dari padatan C	65
10. Spektra FTIR Produk Ketiga (Trimetiltimah N-maleoilglisinat) dari padatan E	66

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Timah merupakan logam yang diperoleh dari bijih yang terkandung di kulit bumi. Bijih timah kebanyakan berasal dari mineral *cassiterite* (SnO_2). Indonesia merupakan salah satu negara penghasil timah. Penambangan bijih timah ada yang dilakukan di Pulau Bangka-Belitung. Timah merupakan unsur yang banyak diaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari, seperti penggunaan solder dalam perakitan peralatan elektronik dan dalam produk makanan (*food package*). Timah anorganik ada yang digunakan sebagai katalis dan bahan untuk *tin-plate*. SnCl_4 sering digunakan sebagai *starting material* untuk pembuatan senyawaan organotimah.

Mono- dan di- organotimah telah teruji dapat digunakan sebagai katalis reaksi polimerisasi. Triorganotimah yang toksisitasnya relatif lebih tinggi dibandingkan dengan jenis organotimah lainnya digunakan sebagai pestisida ^{[1],[2]}. Organotimah tertentu dapat diaplikasikan sebagai katalis untuk memproduksi poliuretan. Senyawa monobutiltimah oksida dan monooktiltimah oksida umumnya merupakan katalis pada reaksi esterifikasi tertentu.

Oleh karena banyaknya aplikasi senyawaan organotimah dalam berbagai keperluan industri, maka penelitian lebih lanjut mengenai sintesisnya perlu ditingkatkan. Hal tersebut dimaksudkan agar didapatkan proses sintesis yang lebih efektif.

1.2 Perumusan Masalah

Menurut literatur, sintesis organotimah (IV) karboksilat telah banyak mengalami perkembangan, terutama untuk aplikasinya dalam bidang farmakologi sebagai *anticancer agent*. Pada penelitian ini, akan dicoba untuk mensintesis jenis senyawa organotimah yang mengandung gugus karboksilat sebagai salah satu gugus organiknya. Gugus karboksilat yang disintesis pada penelitian ini ialah anion N-maleoilglisinat^[3].

Adapun metode yang dilakukan untuk mencapai tujuan tersebut, yaitu dengan mereaksikan larutan jenuh anhidrida maleat dengan glisin yang menghasilkan padatan putih. Pelarut yang digunakan dalam reaksi tersebut ialah asam asetat glasial. Reaksi selanjutnya, yaitu mensuspensikan padatan tersebut dalam *dry toluene* yang kemudian ditambahkan trietilamina berlebih. Produk yang dihasilkan berupa garam trietilamonium N-maleoilglisinat. Garam yang larut dalam *dry toluene* itu akan direaksikan dengan padatan trimetiltimah klorida. Reaksi tersebut menghasilkan senyawaan tetraorganotimah, yaitu trimetiltimah N-maleoilglisinat.

Selama sintesis, diusahakan semaksimal mungkin agar reaksinya bebas dari uap air. Peralatan gelas yang dipakai harus sekering mungkin dan pelarut yang digunakan harus bersifat *dry* atau bebas air. Dengan menggunakan metode tersebut, diharapkan akan memperoleh hasil yang optimal dengan dukungan data karakterisasi dari spektroskopi IR dan pengukuran titik leleh.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis salah satu senyawa tetraorganotimah, yaitu trimetiltimah N-maleoilglisinat. Metode dalam sintesis ini menggunakan organotimah halida sebagai salah satu prekursoranya, yaitu trimetiltimah klorida. Karakterisasi dilakukan untuk mengamati apakah produk yang diharapkan telah terbentuk beserta informasi lainnya.

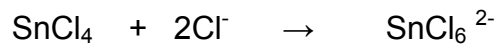
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sifat Fisik dan Kimia Timah

Timah merupakan unsur golongan IVA (grup 14) dalam tabel periodik, bersama dengan karbon, silikon, germanium, dan timbal. Lambang timah dalam tabel periodik ialah *Sn* (*Stannum*) dengan nomor atom 50, nomor massa atom relatifnya 118,7^[4]. Sebagai anggota dalam golongan IVA, struktur geometri SnCl_4 yang telah dikarakterisasi ialah tetrahedral seperti CCl_4 . Pada suhu ruang, keduanya cairan tidak berwarna yang titik didihnya masing-masing 114°C dan 77°C (pada tekanan atmosfer). Di luar keadaan tersebut, keduanya menunjukkan karakter yang cukup berbeda. Perbedaan tersebut dapat dijelaskan karena ukuran atom Sn yang lebih besar dibandingkan atom C dan dimilikinya orbital 5d pada atom Sn. Kedua faktor tersebut, membuat Sn memungkinkan untuk “berikatan lebih” (ekstra koordinasi) dengan ligan-ligannya. Dalam hal tersebut, timah memiliki fleksibilitas valensi yang lebih besar, yaitu memiliki bilangan koordinasi yang dapat lebih dari empat.

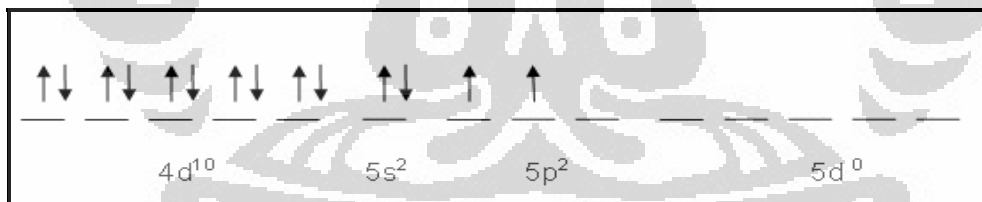
Hal tersebut dibuktikan dengan reaksi SnCl_4 dengan Cl^- dalam air yang membentuk anion oktahedral, SnCl_6^{2-} :



Tidak seperti SnCl_4 , SnR_4 tidak stabil untuk membentuk koordinasi enam. Umumnya kecenderungan untuk membentuk koordinasi enam menurun seiring Cl yang disubstitusi oleh R dalam senyawa $\text{R}_n\text{SnCl}_{4-n}$ dengan urutan sebagai berikut:



Adapun konfigurasi elektron unsur timah, yaitu $[\text{Kr}] 4d^{10} 5s^2 5p^2$ digambarkan sebagai berikut:



Gambar 2.1 Konfigurasi elektron ^{50}Sn

Timah dapat mengalami hibridisasi sp^3 sama seperti atom-atom yang segolongan dengannya (seperti pada atom karbon). Dari hibridisasi tersebut, memungkinkannya untuk membentuk empat ikatan valensi dengan atom lain.

Adapun bentuk molekul senyawanya dapat diramalkan dengan teori *VSEPR* (*Valence Shell Electron Pair Repulsion*) atau teori tolak-menolak pasangan-pasangan elektron pada kulit luar atom pusatnya. Geometri molekul yang diusulkan oleh teori *VSEPR* dapat meramalkan kepolaran suatu molekul ^[5]. Informasi mengenai kepolaran suatu molekul tersebut sangat penting dalam proses pemisahan, pemurnian produk, dan pemilihan pelarut yang sesuai.

Dalam senyawaan garam anorganik, timah memiliki tingkat oksidasi formal +2 dan +4. Keduanya memiliki sifat fisik dan kimia yang berbeda. Senyawaan timah (II) relatif lebih bersifat ionik daripada senyawaan timah (IV). Timah (II) tidak stabil dalam larutan akua sehingga mudah teroksidasi menjadi timah (IV). Timah pada tingkat oksidasi +4 dapat membentuk tipe senyawaan garam anorganik dan atau tipe organotimah. Kecenderungan naiknya derajat kekovalenan ikatan pada senyawa organotimah dijelaskan dengan relatif kecilnya perbedaan keelektronegatifan antara atom timah dan atom karbon.

2.2 Senyawa Organologam

Definisi senyawa organologam ialah senyawaan yang memiliki komposisi atom logam dan gugus organik, di mana atom-atom karbon dari gugus organiknya terikat kepada atom logam ^[6]. Sifat senyawa organologam yang umum ialah dimilikinya atom karbon yang lebih elektronegatif daripada

kebanyakan logamnya. Ada beberapa kecenderungan jenis-jenis ikatan yang terbentuk pada senyawaan organologam:

- a. senyawaan ionik dari logam elektropositif. Senyawaan organo dari logam yang relatif sangat elektropositif umumnya bersifat ionik, tidak larut dalam pelarut organik, dan sangat reaktif terhadap udara dan air. Kestabilan dan kereaktifan senyawaan ionik ditentukan dalam satu bagian oleh kestabilan ion karbon. Garam logam ion-ion karbon yang kestabilannya diperkuat oleh delokalisasi elektron lebih stabil walaupun masih relatif reaktif. Adapun contoh gugus organik dalam garam-garaman tersebut seperti $(C_6H_5)_3C^- Na^+$ dan $(C_5H_5^-)_2 Ca^{2+}$.
- b. Senyawaan yang memiliki ikatan- σ . Senyawaan organo di mana sisa organiknya terikat pada suatu atom logam dengan suatu ikatan yang digolongkan sebagai ikatan kovalen (walaupun masih ada karakter-karakter ionik dari senyawaan ini) yang dibentuk oleh kebanyakan logam dengan keelektropositifan yang relatif lebih rendah dari golongan pertama di atas. Logam transisi dapat berikatan dengan alkil sederhana dan atau aril, namun produknya umumnya kurang stabil daripada senyawaan-senyawaan organo dengan logam dari unsur-unsur golongan utama.
- c. Senyawaan yang terikat secara nonklasik. Dalam banyak senyawaan organologam terdapat suatu jenis ikatan logam pada karbon yang tidak dapat dijelaskan dalam bentuk ionik atau pasangan elektron/kovalensi. Salah satu kelas alkil terdiri dari Li, Be, dan Al

yang memiliki gugus-gugus alkil berjembatan. Dalam hal ini, terdapat atom yang memiliki sifat kekurangan elektron seperti atom Boron pada $B(CH_3)_3$. Dalam hal ini, atom B termasuk atom golongan IIIA, di mana memiliki 3 elektron valensi, sehingga cukup sulit untuk membentuk konfigurasi oktet dalam senyawanya. Ada kecenderungan untuk memanfaatkan orbital-orbital kosong pada atom B dengan menggabungkannya pada gugus suatu senyawa yang memiliki kelebihan pasangan elektron menyendiri.

Atom logam yang terikat pada karbon banyak ditemui dalam banyak cabang kimia. Beberapa unsur logam tertentu dibutuhkan dalam metabolisme tubuh manusia. Klorofil dan hemoglobin mengandung atom logam. Katalisis reaksi organik oleh senyawa logam transisi adalah salah satu bidang kimia yang berkembang pesat dan penting dari segi ekonomi.

2.3 Senyawa Organotimah

Sintesis senyawa organotimah pertama kali dilaporkan oleh *Frankland* pada tahun 1849, yaitu telah berhasil disintesisnya senyawa Et_2SnI_2 [7]. Sejak saat itu, sintesis dan aplikasi dari senyawa organotimah menjadi perhatian para kimiawan. Organotimah terdiri dari R_4Sn , R_3SnX , R_2SnX_2 , dan $RSnX_3$. Gugus R-nya dapat berupa metil, butil, atau fenil, sedangkan gugus X-nya

dapat berupa halida, hidroksida, dan karboksilat. Tetraorganotimah dan triorganotimah klorida umumnya digunakan sebagai intermediet pada preparasi senyawaan organotimah lainnya. Tetrafeniltimah larut dalam pelarut organik dan tidak larut dalam air.

Senyawaan organotimah cenderung memiliki karakter satu atau lebih ikatan kovalen antara timah dan karbon. Ada empat seri senyawaan organotimah, tergantung pada jumlah ikatan karbon-timah. Seri-seri tersebut ialah mono-, di-, tri-, dan tetraorganotimah, yang dapat dirumuskan sebagai R_nSnX_{4-n} . Gugus R pada senyawaan organotimah biasanya berupa metil, butil, oktil, atau fenil, sedangkan X umumnya berupa klorida, fluorida, oksida, hidroksida, atau karboksilat. Bertambahnya bilangan koordinasi bagi timah dimungkinkan terjadi, karena atomnya memiliki orbital d.

Anion (ligan bermuatan negatif) umumnya selalu berukuran lebih besar dari kation-kationnya (dalam satu periode). Karena adanya muatan berlebih dari muatan inti kation (seiring ke kanan dari tabel periodik), maka muatan inti tersebut akan menarik awan elektron ke dalamnya. Adapun muatan negatif berlebih dari anion membuat awan elektronnya mengembang. Tatahan optimum akan membiarkan sejumlah maksimum anion-anion tersebut menjadi ligan bagi kation atau atom pusat, tanpa ada persinggungan antara anion-anionnya. Makin besar angka banding ukuran kation terhadap anion, makin baik peluang terjadinya kontak antara kation dengan anion-anion.

2.4 Metode Sintesis Organotimah

Beberapa metode untuk sintesis senyawaan organotimah telah banyak dikenal. Starting material seperti SnCl_4 dan triorganotimah halida lazim digunakan sebagai starting material untuk mensintesis berbagai senyawaan organotimah. Beberapa metode yang umumnya digunakan dalam mensintesis senyawaan organotimah seperti:

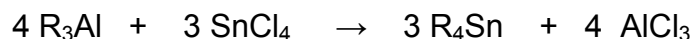
- a. *Metode Grignard*, metode ini merupakan metode pertama yang dilakukan di USA dan Eropa Barat dalam memproduksi senyawaan organotimah. Metode ini memerlukan kondisi reaksi yang inert, jauh dari nyala api secara langsung, dan bersifat *in situ*.



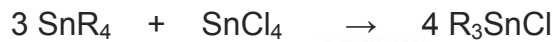
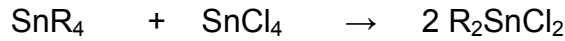
- b. *Metode Wurst*, dimana persamaan reaksi untuk sintesis organotimah melalui metode ini dituliskan sebagai berikut:



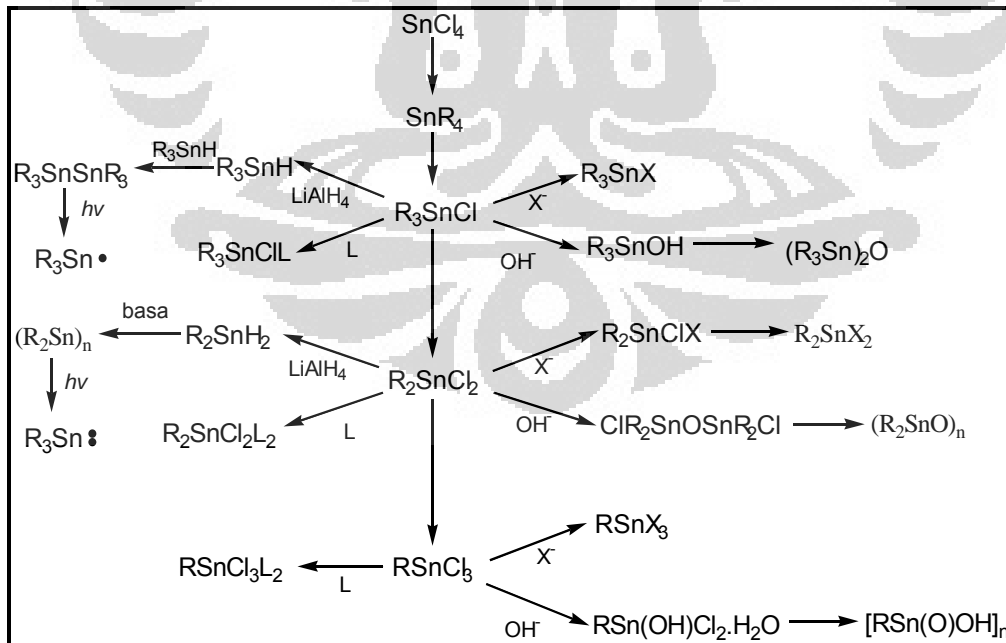
- c. Metode dengan menggunakan reagen alkil aluminium, metode ini mulai dikenal pada awal tahun 1960-an. Adapun persamaan reaksinya dituliskan sebagai berikut:



Sintesis mono-, di-, dan triorganotin klorida dapat dilakukan dengan mereaksikan SnR_4 dengan reagen SnCl_4 pada perbandingan tertentu:



Ketiga persamaan reaksi di atas merupakan reaksi *redistribusi Kocheshkov*. Reaksinya berlangsung dalam atmosfer bebas uap air. *Yield* yang diperoleh dengan metode di atas cukup tinggi. Secara umum, derivat senyawa R_4Sn disintesis dengan menambahkan reagen tertentu agar menjadi produk yang diinginkan, seperti yang tertera pada gambar berikut:

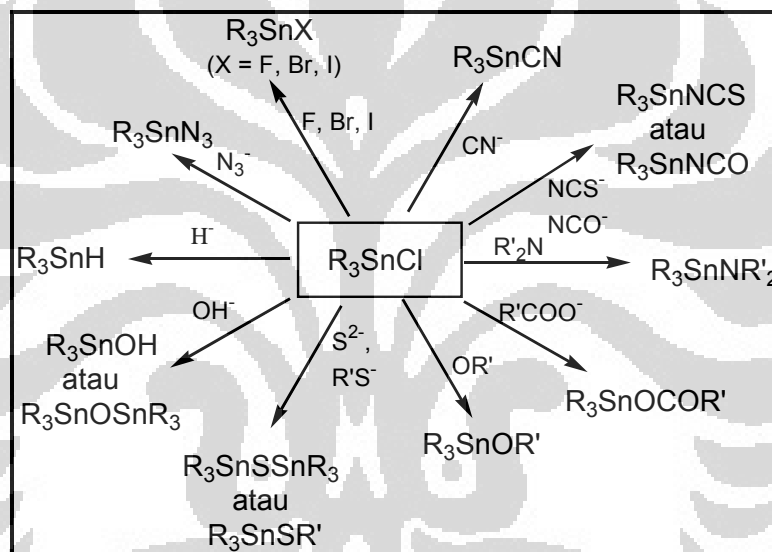


Gambar 2.2 Jalur umum sintesis senyawaan organotin

2.5 Organotimah Klorida

Organotimah klorida merupakan senyawa yang umumnya digunakan untuk *starting material* dalam sintesis senyawa organotimah yang lain.

Skema mengenai sintesis dengan organotimah klorida ditampilkan sebagai berikut:



Gambar 2.3 Skema sintesis berbagai organotimah dari organotimah klorida

Dalam hal ini, ion klorida merupakan *leaving group* yang baik, sehingga mudah digantikan oleh nukleofil lainnya. Faktor yang mempengaruhi kemudahan terlepasnya suatu *leaving group* ditentukan oleh keelektronegatifan atom yang mengemban muatan negatif dalam anionnya,

stabilisasi resonansi *leaving group*-nya, dan efek solvasi terhadap leaving group tersebut.

Nukleofil adalah spesi (anion dan atau molekul) yang menyerang spesi lainnya yang bermuatan positif. Nukleofil dapat menyebabkan terjadinya reaksi substitusi. Nukleofil merupakan basa Lewis. Salah satu faktor yang mempengaruhi nukleofilisitas ialah polarisabilitas anion dan atau molekul tersebut. Elektron-elektron pada kulit terluarnya kurang erat terhadap inti, sehingga lebih mudah menyerang ke pusat muatan positif. Adapun contoh nukleofil ialah HO^- , NC^- , H_2O , dan NH_3 . Umumnya nukleofil memiliki sekurang-kurangnya sepasang elektron menyendiri.

2.6 Pelarut dalam Sintesis Organotimah

Sebagian besar reaksi kimia dan banyak pengukuran sifat zat dilakukan dalam suatu pelarut^[8]. Sifat pelarut sangat menentukan keberhasilan suatu studi. Pelarut memfasilitasi tumbukan antara reaktan-reaktannya. Suatu pelarut dipilih berdasarkan teori dan eksperimen, yaitu karakternya yang sesuai dengan zat terlarutnya.

Sifat fisik seperti kelarutan dipengaruhi oleh besarnya interaksi intermolekular suatu materi. Interaksi tersebut ditentukan oleh polaritas molekul. Suatu pelarut dibutuhkan untuk mensolvasi partikel-partikel terlarut, yaitu berinteraksi dengan zat terlarutnya tanpa terjadi reaksi.

Proses solvasi akan mengurangi ikatan intermolekular suatu zat terlarut. Dengan demikian, proses tumbukan antara satu spesi dengan satu spesi reaktan lainnya akan lebih mudah berlangsung. Umumnya, pelarut yang ideal harus memenuhi kriteria berikut:

1. bersifat inert terhadap kondisi reaksi,
2. relatif mudah dalam proses solvasinya,
3. mudah dipisahkan dari produknya,
4. berada dalam fase cairnya selama reaksi berlangsung.

Ungkapan “like dissolves like” berarti sejenis melarutkan sejenis. Ada kecenderungan bagi senyawa nonpolar untuk larut dalam pelarut nonpolar dan bagi senyawa kovalen polar atau senyawa ion untuk larut dalam pelarut polar. Pelarutan melibatkan pemutusan interaksi antarmolekul zat terlarut dan menggantikannya dengan interaksi antara zat terlarut dengan pelarut.

Faktor-faktor yang mempengaruhi kelarutan suatu zat dapat berupa kecenderungannya untuk mencapai kekacauan dan daya tarik-menarik antara spesi *solute* dan *solvent* yang menghasilkan bentuk partikel terlarut. Solvasi ialah antaraksi molekul-molekul pelarut dengan spesi zat terlarut untuk membentuk agregat/gugusan.

Ada dua parameter yang dijadikan tolak ukur untuk memilih suatu pelarut yang sesuai, yaitu momen dipol dan konstanta dielektrik ^[9]. Molekul pelarut polar memiliki ujung kutub positif dan negatif. Molekul pelarut polar

cenderung bersikap sedemikian rupa sehingga ujung kutub positifnya menghadap ke bagian yang bermuatan parsial negatif dari zat terlarutnya. Sikap molekul tersebut cenderung mengurangi kekuatan interaksi intermolekular antarzat terlarutnya. Dengan begitu, dimungkinkan interaksi intermolekular antar-*solute* tersebut dapat dilemahkan. Berdasarkan kepolarannya, pelarut diklasifikasikan sebagai:

1. pelarut polar protik, yaitu pelarut yang memiliki atom hidrogen yang terikat dengan atom yang memiliki elektronegativitas besar, seperti oksigen. Pelarut jenis ini berpeluang untuk mengadakan ikatan hidrogen dengan reaktan yang juga polar, seperti alkohol dan asam karboksilat.
2. pelarut polar aprotik, jenis ini memiliki gugus terdiri dari dua atom dengan perbedaan keelektronegatifan yang besar, seperti DMF, diklorometana, dan DMSO. Kata *aprotik* menandakan tidak dimilikinya ikatan O-H dalam molekulnya. Dengan demikian, peluang terjadinya ikatan hidrogen antara molekul pelarut dengan zat terlarutnya kecil sekali. Namun, molekul pelarutnya masih memiliki gugus-gugus yang relatif bersifat polar.
3. pelarut nonpolar, yaitu pelarut yang memiliki perbedaan keelektronegatifan yang relatif kecil, seperti turunan hidrokarbon allifatik dan aromatik.

Senyawaan organotimah memiliki kelarutan yang relatif besar dalam pelarut organik yang cenderung bersifat nonpolar. Tingkat kemurnian pelarut juga menentukan keberhasilan suatu reaksi kimia. Kelembaban udara sangat mempengaruhi sifat pelarut dalam reaksi organologam.

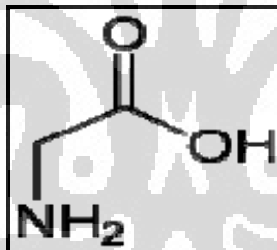
Dalam penelitian ini, digunakan pelarut *dry toluene* dan asam asetat glasial. Reaksi terhadap senyawaan organotimah sensitif terhadap kelembaban udara. Pemilihan asam asetat glasial dan *dry toluene* sebagai pelarut sangat dimungkinkan untuk mengurangi faktor kesalahan akibat pengaruh kelembaban. Salah satu kelebihan menggunakan pelarut toluen ialah kemungkinan pelarut untuk terkoordinasi pada atom pusat senyawa organotimah sangat kecil. Toluene merupakan pelarut yang relatif sesuai untuk studi reaksi senyawaan organik dan organologam. Tekanan uap toluen relatif rendah sehingga perubahan konsentrasi selama pemanasan tidak terlalu signifikan. Untuk menjaga konsentrasinya supaya tetap, maka digunakan peralatan refluks selama reaksi yang membutuhkan pemanasan.

2.7 Asam Aminoasetat (Glisin)

Salah satu pereaksi yang digunakan ialah glisin, yang merupakan salah satu jenis asam amino. Asam amino adalah senyawa organik yang memiliki gugus karboksil ($-\text{COOH}$) dan gugus amina ($-\text{NH}_2$). Dalam biokimia,

seringkali disebutkan asam α -amino. Hal tersebut disebabkan kedua gugus fungsionalnya terikat pada satu atom karbon yang sama (atom C “alfa”).

Gugus karboksil memberikan sifat asam dan gugus amina memberikan sifat basa. Asam amino termasuk senyawa yang paling banyak dipelajari karena salah satu fungsinya sangat penting dalam organisme, yaitu sebagai penyusun protein. Adapun fungsi biologis asam amino yaitu sebagai penyusun protein (termasuk enzim), kerangka dasar sejumlah senyawa penting dalam metabolisme (vitamin, dan asam nukleat), dan pengikat ion logam yang diperlukan dalam reaksi enzimatik (kofaktor). Adapun struktur asam aminoasetat digambarkan sebagai berikut:



Gambar 2.4 Struktur asam aminoasetat atau glisin

Struktur asam amino secara umum adalah satu atom C yang mengikat empat gugus, yaitu gugus amina, gugus karboksil, atom hidrogen, dan satu gugus sisa (R, dari *residue*) atau disebut juga gugus atau rantai samping. Setiap jenis asam amino memiliki rantai samping yang khas.

Rantai samping tersebut juga ikut mempengaruhi kepolaran dan kelarutan masing-masing asam amino.

Asam amino umumnya diklasifikasikan menjadi empat kelompok berdasarkan sifat kimia rantai samping. Rantai samping dapat membuat asam amino bersifat asam lemah, basa lemah, hidrofilik jika polar, dan hidrofobik jika nonpolar. Selain ditentukan oleh sifat gugus karboksil dan aminanya, pH alami asam amino juga dipengaruhi oleh gugus R yang dimiliki. Glisin digolongkan sebagai asam amino dengan rantai samping nonpolar^[10]. Dalam fase padat (kering), asam amino cenderung menyusun molekul-molekulnya sebagai *zwitter ion* atau ion dipolar.

2.8 Karakterisasi Senyawa Organotimah

Senyawa organotimah hasil sintesis dapat dikarakterisasi dengan beberapa pengukuran sebagai berikut:

2.8.1 Pengukuran Titik Leleh

Sifat fisik dapat diukur tanpa mengalami perubahan materi. Sifat fisik suatu senyawa terdiri dari warna, aroma, titik leleh, titik didih, densitas, dan kelarutan. Salah satu sifat fisik senyawa padatan yang menjadi ukuran kemurniannya ialah titik leleh. Titik leleh didefinisikan sebagai suhu dimana

fasa padat dan cairnya berada dalam keadaan berkesetimbangan ^[11].

Jangkauan suhu antara saat lelehan pertama sampai meleleh secara sempurna merupakan suatu indikator kemurnian senyawanya, yaitu bila jangkauannya sempit maka senyawa tersebut relatif lebih murni.

Ketidakmurnian biasanya akan menyebabkan jangkauan suhu semakin melebar, dan titik leleh akan terjadi pada suhu yang lebih rendah dibandingkan bentuk murninya. Kesalahan dalam penentuan titik leleh ini dapat dipengaruhi oleh faktor pengaturan kecepatan pemanasan (*heating rate*), kehomogenan sampel dan banyaknya sampel padatan yang ditempatkan dalam pipa kapiler. Sampel diusahakan untuk berbentuk bubuk dengan cara digerus sampai homogen. Kehomogenan sampel akan memperkecil rentang titik leleh. Identifikasi dengan titik leleh merupakan langkah awal dalam karakterisasi senyawa organotimah karena kesesuaian dengan literatur menunjukkan bahwa senyawa yang disintesis kemungkinan besar telah terbentuk.

2.8.2 Spektroskopi Inframerah

Radiasi elektromagnetik atau cahaya merupakan bentuk energi yang mempunyai sifat gelombang dan materi. Interaksi antara radiasi tersebut dengan materi (seperti absorpsi dan emisi) lebih relevan jika dijelaskan dengan pendekatan radiasi sebagai partikel (foton). *Infrared spectroscopy*

(IR) adalah bagian dari spektroskopi yang berhubungan dengan penggunaan energi di daerah infra merah pada spektrum elektromagnetik ^[12]. Radiasi elektromagnetik dipancarkan dalam bentuk foton. Molekul hanya menyerap radiasi tersebut dengan panjang gelombang yang spesifik untuk eksitasi dalam molekul itu.

Absorpsi sinar UV menyebabkan pindahnya elektron ke orbital yang berenergi lebih tinggi. Radiasi infra merah tidak cukup mengandung energi untuk mempromosikan elektron seperti UV. Absorpsinya hanya mengakibatkan membesarnya amplitudo getaran atom-atom yang terikat satu sama lain. Intensitas radiasi berbanding lurus dengan banyaknya foton.

Analogi dalam spektroskopi IR, dapat dibayangkan suatu ikatan sebagai pegas yang memiliki frekuensi osilasi yang khas untuk tiap jenis ikatan. Jika frekuensi energi elektromagnetik IR yang dilewatkan suatu molekul sama dengan frekuensi mengulur dan atau menekuknya ikatan, maka energi tersebut akan diserap. Bila suatu molekul menyerap sinar IR, energi tersebut akan menyebabkan kenaikan amplitudo getaran atom-atom yang terikat itu. Dalam hal tersebut, molekul dikatakan berada dalam keadaan vibrasi tereksitasi. Serapan tersebut yang dapat direkam oleh suatu spektrometer IR.

Gerakan osilasi tersebut bergantung pada kekuatan ikatan dan massa atom-atom yang berikatan (massa tereduksi). Ikatan yang paling sukar diulur adalah ikatan antara satu atom bermassa besar dengan satu atom bermassa ringan. Data literatur menunjukkan bahwa ikatan C-H memiliki frekuensi

uluran yang tinggi karena perbedaan massa yang besar antara atom C dan H. Untuk ikatan C-H, C dengan ikatan rangkap tiga memiliki frekuensi uluran yang lebih tinggi daripada C dengan ikatan rangkap dua atau ikatan tunggal.

Pada kenyataannya, spektra IR memberikan absorpsi yang bersifat aditif atau bisa juga sebaliknya. Sifat aditif disebabkan karena overtone dari vibrasi-vibrasinya. Penurunan absorpsi disebabkan karena kesimetrian molekul, sensitifitas alat, dan aturan seleksi. Aturan seleksi yang mempengaruhi intensitas serapan IR ialah perubahan momen dipol selama vibrasi dapat menyebabkan molekul menyerap radiasi IR.

Dengan demikian, jenis ikatan yang berlainan (C-H, C-C, dan atau O-H) menyerap radiasi IR pada panjang gelombang karakteristik yang berlainan. Suatu ikatan dalam molekul dapat mengalami berbagai jenis getaran, oleh sebab itu suatu ikatan tertentu dapat menyerap energi lebih dari satu panjang gelombang. Puncak-puncak yang muncul pada daerah $4000-1450\text{ cm}^{-1}$ biasanya berhubungan dengan energi untuk vibrasi uluran diatomik. Daerahnya dikenal dengan *group frequency region* ^[13].

Secara umum, spektrum serapan infra merah dapat dibagi menjadi tiga daerah:

- a. infra merah dekat, dengan bilangan gelombang antara 14.300 hingga 4.000 cm^{-1} . Fenomena yang terjadi ialah absorpsi overtone C-H;
- b. infra merah sedang, dengan bilangan gelombang antara 4.000 hingga 650 cm^{-1} . Fenomena yang terjadi ialah vibrasi dan rotasi;

c. infra merah jauh, dengan bilangan gelombang 650 hingga 200 cm^{-1} .

Fenomena yang terjadi ialah penyerapan oleh ligan atau spesi lainnya yang berenergi rendah.

Tabel 2.1 Serapan inframerah gugus fungsional senyawa organik

Bilangan gelombang (cm^{-1})	Tipe ikatan	Keterangan
3200-3600	-O-H	Ikatan hidrogen dapat memperlebar absorpsi. Ikatan hidrogen internal yang sangat kuat dapat menutupi serapan C-H alifatik dan aromatik.
3350-3500	N-H	Untuk amina primer memberikan dua puncak, amina sekunder memberikan satu puncak, amina tersier tidak memberikan serapan.
3310-3320	C-H asetilenik	Terdapat pada semua molekul organik, karenanya kegunaannya untuk analisis gugus fungsi terbatas.
3000-3100	C-H aromatik dan etilenik	
2850-2950	C-H alkana	
2500-3600	-COOH	Serapan gugus karboksilat sangat lebar, kuat. Puncak tajam dekat 3500 cm^{-1} menunjukkan vibrasi O-H bebas (yang tidak berikatan hidrogen).
1680-1700	R-CON<	Vibrasi gugus karbonil amida sekunder muncul dengan satu puncak, sedangkan untuk amida tersier tidak muncul puncak.

Teknik analisis dengan IR lebih sesuai diterapkan dalam senyawa yang memiliki ikatan kovalen. Biasanya, spektroskopi infra merah sedang ialah yang paling sering digunakan, terutama untuk identifikasi senyawa-senyawa

organik. Spektroskopi IR dapat mengidentifikasi gugus-gugus tertentu dari suatu zat, terutama senyawa organik ^[14].

Uluran gugus karbonil bersifat khas dan umumnya terjadi pada sekitar 1600-1800 cm^{-1} . Adapun vibrasi Sn-C biasanya terjadi pada bilangan gelombang di bawah 650 cm^{-1} . Puncak absorpsi untuk vibrasi Sn-Cl dari senyawa triorganotin klorida biasanya muncul di daerah 335-380 cm^{-1} . Hilangnya puncak pada daerah 335-380 cm^{-1} setelah dilakukan reaksi tahap ketiga, menunjukkan telah terputusnya ikatan Sn-Cl dan dapat diperkirakan adanya ikatan baru yang terbentuk yaitu ikatan Sn-OCOR. Menurut literatur, hal tersebut umumnya terjadi pada triorganotin (IV) karboksilat. Puncak absorpsi vibrasi Sn-C dan Sn-O biasanya muncul masing-masing pada *range* 522-576 dan 429-465 cm^{-1} .

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia FMIPA UI, Kampus UI Depok.

3.2 Bahan

Trimetilammonium klorida (p.a.), glisin (p.a.), anhidrida maleat (p.a.), padatan NaOH, larutan HCl encer, diklorometana, bubuk NaHCO₃, trietilamina (p.a.), asam asetat glasial, toluen, dan akuades.

3.3 Peralatan

Peralatan gelas yang biasa digunakan di laboratorium, neraca analitik, statif dan termometer, peralatan refluks dan distilasi, labu *triple neck* 250 mL, kertas saring, *hotplate-stirrer*, Spektroskopi FTIR dan *Gas Chromatography*, Elektrotermal (*melting point apparatus*).

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Reaksi Tahap Pertama

Semua peralatan gelas dikeringkan di dalam oven sebelum digunakan. Membuat larutan jenuh anhidrida maleat dan glisin dengan perbandingan mol 1:1. Keduanya dilarutkan dalam *beaker glass* 100 mL, kemudian dialiri gas nitrogen dan mulut beaker langsung ditutup agar tidak kontak dengan atmosfer luar. Pelarut yang digunakan ialah asam asetat glasial. Kedua larutan jenuhnya dicampur dalam labu *triple neck* 250 mL, dialiri gas nitrogen, dan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada temperatur ruang. Variasi waktu reaksi: 3 jam dan 4 jam. Selama reaksi, sistem diisolasi terhadap udara luar. Produk pertama (padatan putih) yang terbentuk kemudian disaring, dicuci dengan akuades dingin, lalu dilakukan pengeringan di udara terbuka (*air-dried*). Produknya disimpan dalam desikator. Pengujian titik leleh dan analisis FTIR dilakukan terhadap produk pertama.

3.2.2 Reaksi Tahap Kedua

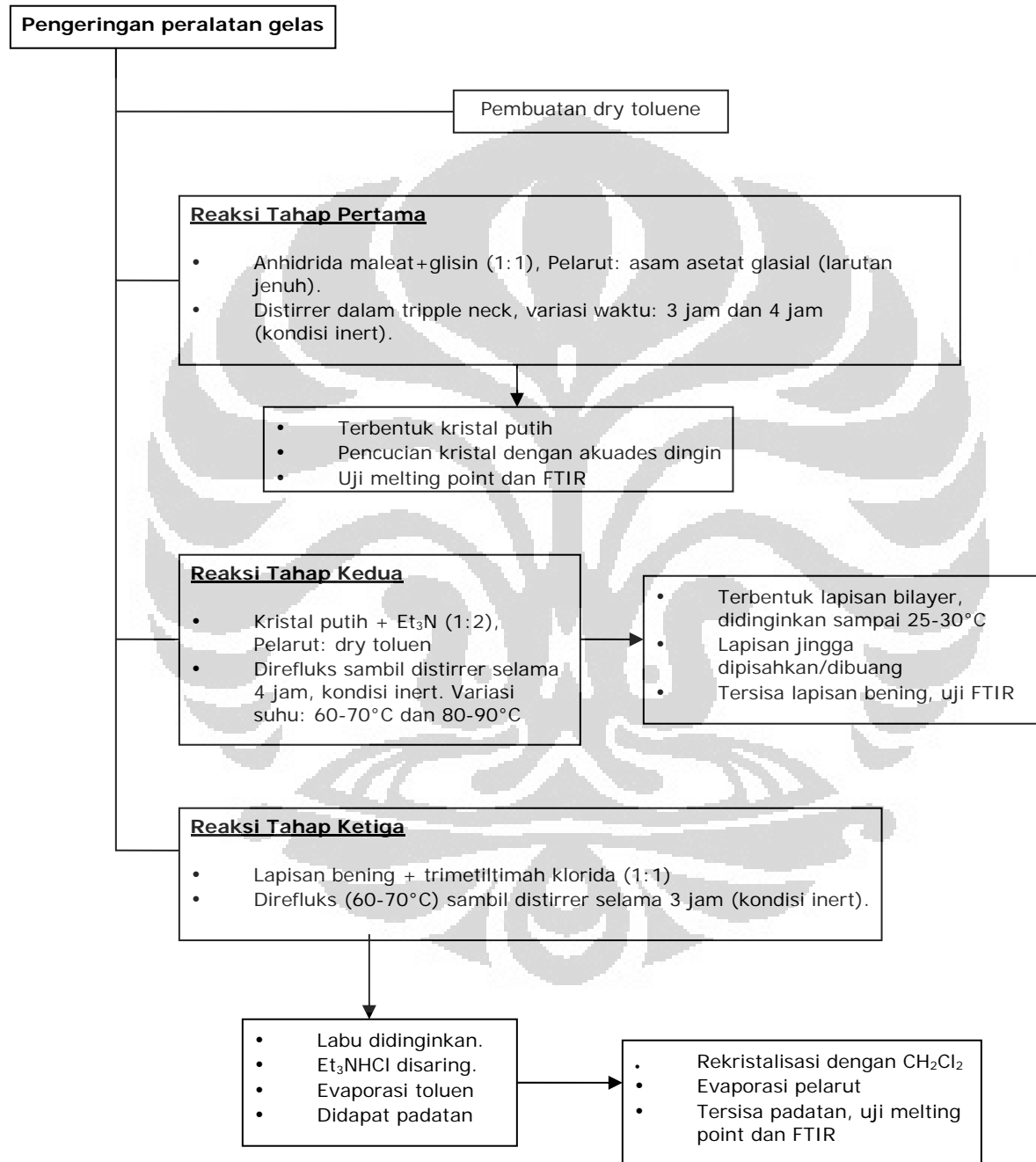
Produk pertama disuspensikan dalam *dry toluene* di dalam labu *triple neck* dan segera ditambah trietilamina berlebih. Campuran dialiri gas

nitrogen dan kedua mulut labu langsung ditutup. Campuran direfluks disertai pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 4 jam pada variasi suhu 60-70°C dan 80-90°C. Setelah direfluks, terbentuk produk berupa dua lapisan, kemudian didinginkan sampai mencapai suhu 25-30°C. Lapisan kuning (bagian bawah) yang terbentuk dipisahkan dari lapisan toluen (bagian atas) dengan corong pisah. Lapisan toluennya (produk kedua) disimpan dalam lemari asam dan diisolasi. Karakterisasi dilakukan dengan analisis FTIR terhadap lapisan toluennya.

3.2.3 Reaksi Tahap Ketiga

Trimetilammonium klorida ditambahkan ke dalam lapisan toluennya lalu dialiri gas nitrogen. Kemudian sistem diisolasi dan direfluks selama 3 jam pada suhu 60-70°C dalam labu *triple neck*. Setelah direfluks, labu didinginkan, padatan yang terendap (trietilamonium klorida) disaring. Toluena (sebagai pelarut) dievaporasi untuk memperoleh produknya. Produk yang telah mengkristal direkristalisasi dengan diklorometana. Diklorometana dibiarkan menguap selama sehari, dan padatan yang terbentuk disimpan dalam desikator. Karakterisasi produk ketiga dengan pengukuran titik leleh dan analisis FTIR.

Tahapan Kerja Penelitian



Gambar 3.1 Tahapan kerja sintesis trimetiltimah N-maleoilglisinat

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Reaksi Tahap Pertama

Reaksi tahap pertama dilakukan dengan peralatan gelas yang kering atau bebas air. Hal tersebut dimaksudkan untuk meminimalkan reaksi samping yang mungkin terjadi, yaitu hidrolisis anhidrida maleat menjadi asam maleat. Anhidrida maleat bersifat higroskopis dan dapat terhidrolisis oleh air menjadi asam maleatnya. Jika padatan anhidridanya bercampur dengan air, maka ada kemungkinan terbentuk campuran anhidrida maleat dan asam maleat. Dengan demikian, reaksinya tidak stoikiometrik dan bahkan mendapatkan hasil sampingan yang tidak diharapkan, seperti kemungkinan terbentuknya garam akibat reaksi antara asam maleat dengan glisin.

Pemakaian asam asetat glasial dalam pelarutan anhidrida maleat didasarkan pada persamaan kepolarannya. Molekul anhidrida memiliki ikatan kovalen polar, yaitu pada gugus anhidridanya. Oleh sebab itu, pelarut yang sesuai untuknya juga harus bersifat polar. Asam asetat glasial merupakan pelarut yang tergolong bersifat polar, sehingga mampu mensolvasi setiap molekul anhidrida maleat.

Dalam keadaan yang bebas air (glasial), asam asetat akan lebih sulit untuk melepas protonnya (terdeprotonasi). Asam asetat hanya akan membuat interaksi *solvent-solute* melalui interaksi Van der Waals dan ikatan hidrogen antara atom H dari gugus karboksil asam asetat dengan atom O pada gugus karbonil dan anhidrida dari reaktan-reaktannya. Asam asetat glasial berperan dalam mengurangi gaya tarik antarmolekul zat terlarutnya dengan cara mensolvasi zat terlarut sedemikian rupa. Tetapan dielektrik asam asetat glasial yang moderat (6,2) sesuai untuk mensolvasi spesi-spesi reaktannya.

Pelarutan glisin dalam asam asetat glasial relatif lebih lama daripada pelarutan anhidrida maleat dan memerlukan pemanasan. Penjelasan mengenai fakta tersebut dapat dihubungkan dengan sifat asam amino padat yang berbentuk sebagai *zwitter ion*^[15]. Kecenderungan karakter ionik dari glisin dapat terlihat dari titik lelehnya yang relatif lebih tinggi (240°C) dibandingkan senyawaan organik lainnya dan kemudahannya larut dalam air. Dua sifat fisik tersebut mencerminkan bahwa suatu asam amino cenderung memiliki sifat garam.

Glisin akan cenderung menyusun dirinya melalui interaksi intermolekular secara ionik (dalam fasa padatnya) dalam bentuk *zwitter ion*-nya. Interaksi asam asetat glasial dengan glisin dihalangi oleh kuatnya gaya intermolekuler (ikatan ionik dari *zwitter ion*) pada padatan glisin. Ikatan ionik tersebut memegang spesi-spesi *zwitter ion* untuk tetap berkumpul dalam kelompok-kelompoknya. Kelompok yang berinteraksi secara ionik tersebut sulit diputuskan hanya dengan pengadukan.

Pelarutan glisin dalam asam asetat glasial baru terjadi setelah dipanaskan. Panas yang diberikan dapat membantu merusak dan memutuskan interaksi ionik antar-*zwitter ion* dari glisin. Setiap spesi *zwitter ion* tersolvasi melalui interaksi dipol-dipol dengan asam asetat glasial. Di dalam larutannya, tiap spesi *zwitter ion* dari glisin dapat mengalami reaksi asam basa dalam, sehingga dapat membentuk molekul glisinnya.

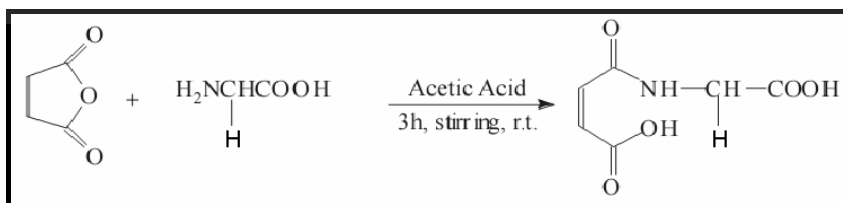
Pelarutan anhidrida maleat dan glisin dalam asam asetat glasial dilakukan sampai larutannya mencapai keadaan jenuh. Sifat jenuh sangat penting dalam kesetimbangan reaksinya (termasuk kecepatan pengendapan produknya). Sesaat setelah kedua larutan jenuh itu dicampur dan distirrer, segera terbentuk padatan putih. Oleh sebab itu, pemanasan tidak dibutuhkan di sini, karena energi aktivasinya mudah terlewati (reaktif). Jika pelarut asam asetat dipakai secara berlebih (tidak jenuh), maka proses pembentukan padatannya akan lama. Hal tersebut disebabkan konsentrasi padatannya terlalu kecil, sehingga memerlukan waktu yang lama untuk mengendap (melewati titik jenuhnya).

Pengaliran gas nitrogen pada campuran sebelum reaksi dimaksudkan untuk menciptakan atmosfer yang cukup inert. Adanya uap air dalam sistem campuran akan mengganggu fungsi asam asetat glasial sebagai pelarut. Asam asetat glasial bersifat higroskopis, sehingga akan menangkap air dari atmosfer dan membuatnya semakin terpolarisasi, sehingga ada kemungkinan asam asetatnya untuk terdeprotonasi. Jika ionisasi asam asetat terjadi, maka karakternya sebagai pelarut kurang

efektif. Ion hidronium hasil deprotonasi dapat membentuk garam dengan gugus amina dari glisin. Adanya uap air juga akan mempengaruhi kestabilan anhidrida maleat sebagai reaktan. Anhidrida maleat dapat terhidrolisis oleh air menjadi asam maleat.

Pengadukan dengan *magnetik stirrer* bertujuan untuk mengoptimalkan tumbukan efektif antarmolekul reaktan. Pemanasan tidak dilakukan pada reaksi tersebut. Jika dipanaskan, dikhawatirkan akan ada sebagian endapan putihnya yang terlarut kembali dalam pelarut asam asetat glasial. Setelah reaksi selesai, labu *triple neck* dibiarkan beberapa menit untuk menyempurnakan pengendapan. Penyaringan endapan diikuti pencucian dengan akuades dingin. Akuades dingin akan melarutkan asam asetat glasial untuk dibuang tanpa melarutkan produknya.

Besarnya kelarutan sebanding dengan kenaikan suhu. Semakin tinggi suhu akuades, maka semakin mungkin endapan akan terlarut kembali saat pencucian, sehingga persen massa produk pertamanya yang didapatkan akan berkurang. Endapan tersebut dinyatakan sebagai produk pertama.



Gambar 4.1 Persamaan reaksi tahap pertama dan kondisi reaksinya

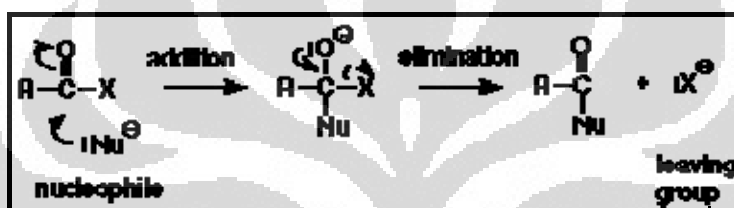
Pengeringan dilakukan dengan mengangin-anginkan endapannya. Jika dikeringkan dalam oven, dikhawatirkan akan ada sebagian endapannya yang meleleh karena titik lelehnya berada pada rentang 182-188°C. Dari beberapa produk pertama yang telah disintesis, diambil dua padatan yang dinyatakan sebagai padatan C dan E. Padatan C dan E dihasilkan dari waktu reaksi masing-masing selama 3 jam dan 4 jam.

Persen massa yang dihasilkan dari padatan C dan E masing-masing sebesar 89,35% dan 62,046% (Lampiran 1). Belum optimalnya persen massa tersebut dapat disebabkan oleh ada sebagian padatan yang terbangun bersama kertas saring, dan atau ada sebagian padatannya yang terlarut saat proses pencucian. Kesalahan saat penimbangan reaktan-reaktannya dan kondisi reaksi yang kurang inert juga merupakan sebab belum optimalnya persen massa yang didapatkan. Selain itu, ada kemungkinan juga bahwa reaksinya yang belum berlangsung sempurna, namun sudah dihentikan.



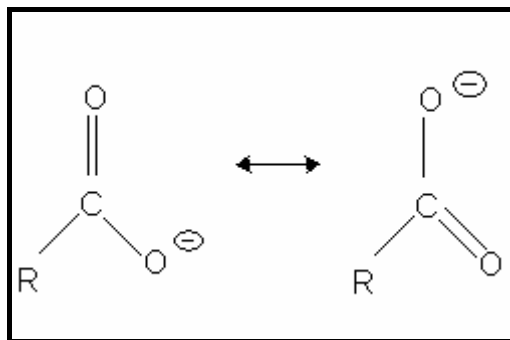
Gambar 4.2 Produk reaksi tahap pertama

Reaksi pertama diusulkan berlangsung melalui reaksi substitusi nukleofil, karena atom C karbonil dari anhidrida maleatnya diserang oleh nukleofil (atom N dari gugus amina). Anhidrida maleat relatif lebih reaktif daripada asam maleatnya karena memiliki *leaving group* yang baik. Dalam hal ini, *leaving group*-nya berupa anion gugus karboksil. Reaksi substitusi pada reaksi pertama berlangsung melalui mekanisme adisi-eliminasi.



Gambar 4.3 Mekanisme adisi-eliminasi

Pada mekanisme di atas, nukleofil akan menyerang spesi yang lebih bermuatan positif, yang dalam hal ini ialah atom C karbonil. Dalam hal ini, berlangsung mekanisme adisi. Proses kelanjutannya ialah pelepasan *leaving group* (mekanisme eliminasi). *Leaving group* merupakan spesi yang lebih mudah untuk dilepaskan dan disubstitusi oleh nukleofil lain ^{[16], [17]}. Anion gugus karboksilnya relatif mudah dilepaskan dari gugus karbonilnya. Setelah terjadi substitusi, spesi *leaving group* (anion gugus karboksilat) mengalami stabilisasi. Muatan negatifnya distabilkan melalui struktur resonansi pada gugus karboksilatnya dan oleh solvasi pelarut asam asetat.



Gambar 4.4 Struktur resonansi anion karboksilat

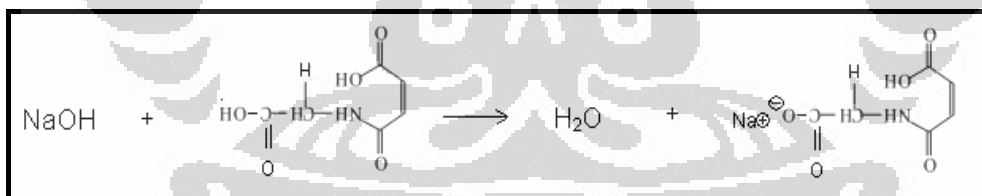
Ukuran anionnya yang relatif besar juga mampu memencarkan muatan negatif yang diembannya. Kestabilan anionnya ditingkatkan dengan kehadiran pelarut asam asetat glasial yang bersifat polar. Pelarut yang polar akan lebih mudah mensolvasi *leaving group*-nya yang berupa anion karboksilat. Dalam hal ini, interaksi dipol-dipol *solvent-solute* dimungkinkan terjadi.

Secara teoritis, gambar 4.1 memberikan petunjuk bahwa produk pertama merupakan senyawaan asam dikarboksilat. Pengujian kelarutan dimaksudkan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi apa saja yang dimiliki sampel secara kimiawi^[18]. Pengujian dilakukan terhadap akuades, larutan NaOH 5%, larutan NaHCO₃ 5%, dan larutan HCl 5%. Menurut literatur, batasan definisi untuk kelarutan ialah 3 gram padatnya dapat terlarut dalam 100 mL pelarut dalam suhu kamar^{[18], [19]}.

Pada pengujian pertama, padatnya cenderung sulit larut dalam akuades. Hal tersebut dapat dijelaskan dari pola pengemasan molekul-molekul air yang lebih kuat akibat adanya ikatan hidrogen

antarmolekulnya. Ikatan hidrogen (ikatan intermolekular) mampu mempertahankan kerapatan pengemasan molekul-molekul pelarut air sedemikian rupa, sehingga senyawaan produk pertama tidak mampu menggoyahkan interaksi antarmolekul air. Akibatnya, terbentuk sistem suspensi antara air dan senyawaan asam dikarboksilatnya.

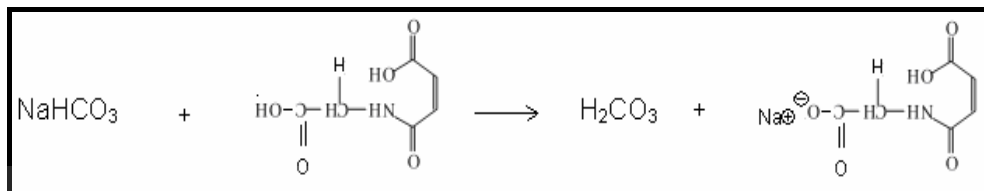
Padatan putihnya cenderung tidak larut dalam larutan HCl 5%, namun segera larut dalam larutan NaOH 5%. Kenyataan tersebut mengindikasikan adanya sifat asam dari produk reaksi. Sifat asamnya muncul karena adanya gugus karboksilat (-COOH) dalam padatan tersebut. Gugus karboksilat akan bereaksi dengan ion hidroksida dan membentuk garam natriumnya. Karena telah membentuk spesi ionik, maka spesi tersebut akan cenderung lebih mudah tersolvasi dalam pelarut air.



Gambar 4.5 Uji kelarutan produk pertama terhadap larutan NaOH 5%

Penambahan produk pertama ke dalam larutan NaHCO₃ 5% menimbulkan gelembung-gelembung gas. Fakta tersebut sesuai dengan ramalan reaksi antara gugus asam karboksilat dengan ion bikarbonat yang menghasilkan H₂CO₃. H₂CO₃ terurai menjadi H₂O dan CO₂. Dengan

demikian, gelembung-gelembung gas tersebut merupakan gas CO_2 sebagai hasil samping reaksinya.



Gambar 4.6 Uji kelarutan produk pertama terhadap larutan NaHCO_3 5%

Dari hasil uji kelarutan, dapat diperkirakan bahwa sampel produk pertama memiliki gugus karboksilat ($-\text{COOH}$). Gugus amidanya relatif tidak mudah terhidrolisis dalam larutan NaOH maupun larutan HCl , karena amida memiliki *leaving group* yang buruk.

Pengukuran titik leleh dilakukan untuk menentukan tingkat kemurniannya. Besarnya titik leleh ditentukan oleh pola pengemasan molekul-molekulnya dalam fase padatnya (interaksi intermolekularnya). Data menurut literatur tidak menyatakan besarnya nilai titik leleh produk pertama, sehingga dilakukan uji awal yang bersifat *trial and error*.

Dari beberapa kali pengukuran, didapati rentang nilai titik lelehnya berkisar antara 182 sampai 188°C . Pengujian titik leleh dilakukan tiga kali per sampel (triplo). Dari tabel 4.1, dapat disimpulkan bahwa rentang titik leleh produk pertama berada pada 182 - 188°C . Kecilnya rentang titik leleh di setiap pengujian menunjukkan bahwa kemurnian senyawa hasil sintesis cukup tinggi. Kedua sampel (padatan C dan E) memiliki rentang nilai titik

leleh yang relatif mirip. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa kedua padatan tersebut adalah identik.

Tabel 4.1 Nilai berbagai rentangan titik leleh produk pertama

Padatan	Rentang Titik Leleh (°C)
Padatan C	182-185
	187-188
	185-186
Padatan E	187-188
	185-186
	185-188

Analisis dengan FTIR dimaksudkan untuk memastikan (secara kualitatif) gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam produk pertama.

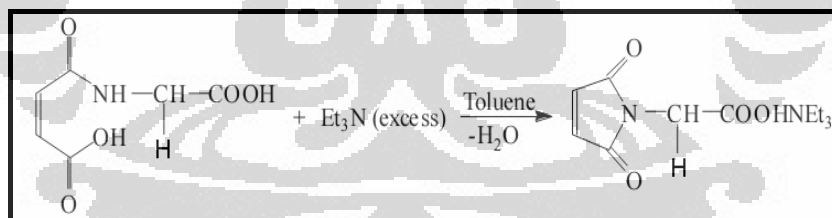
Untuk kedua padatan C dan E, kemungkinan gugus-gugus yang terbentuk sudah mengarah ke literatur. Pada keduanya terdapat kemiripan posisi dari munculnya puncak serapan spektra IR (Lampiran 4 dan 5).

Dari lampiran 4 dan 5, munculnya tiga puncak pada ranah 1720-1575 cm^{-1} mengindikasikan adanya tiga gugus karbonil pada produk pertama. Puncak tersebut merupakan daerah frekuensi vibrasi ikatan C=O, baik dari gugus karbonil karboksilat dan juga gugus karbonil amidanya. Puncak tajam pada 3316 cm^{-1} mengindikasikan adanya vibrasi ulur N-H dari amida sekunder ^[20]. Puncak lebar di sekitar 2100-3200 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur O-H (dari gugus karboksilat) dalam keadaan dimer. Vibrasi ulur untuk ikatan C-H alkenanya muncul di daerah

sekitar 3000 cm^{-1} , yang bertumpang tindih dengan vibrasi ulur O-H dimer. Vibrasi ulur C-O dari gugus $-\text{COOH}$ muncul pada 1231 cm^{-1} .

4.2 Reaksi Tahap Kedua

Pada serangan terhadap elektrofil oleh amina, pasangan elektron bebas pada atom nitrogen suatu amina memungkinkannya untuk bertindak sebagai nukleofil [21]. Bila amina lebih tersubstitusi (seperti trietilamina), pasangan elektron bebas dari atom nitrogennya akan lebih sukar mencapai elektrofil untuk membentuk ikatan amida. Akibatnya, amina tersebut akan lebih bertindak sebagai basa daripada sebagai nukleofil.



Gambar 4.7 Persamaan reaksi tahap kedua

Pada reaksi tahap kedua, diharapkan trietilamina dapat berperan sebagai basa daripada sebagai nukleofil. Dengan memperhatikan hal tersebut, trietilamina dipilih sebagai basa untuk mende protonasi salah satu gugus karboksil dari produk pertama. Nukleofilisitas trietilamina yang

rendah disebabkan oleh faktor struktur yang *bulky*/meluahkan dari ketiga gugus etilnya. Gugus-gugus etil tersebut dapat mengurangi kemampuan pasangan elektron bebas dari nitrogen aminanya untuk menyerang elektrofil (atom karbon dari gugus karbonil).

Trietilamina bersifat kurang basa dibanding mono- dan atau dietilamina. Hal tersebut dijelaskan karena kemampuan atom nitrogen (yang memiliki sepasang elektron bebas) untuk menerima ion hidronium berkurang akibat terhalang oleh ketiga gugus etilnya^[22]. Pelarut toluen digunakan pada reaksi tahap kedua. Trietilamina bersifat *miscible* terhadap toluen. Hal tersebut dapat dijelaskan karena ketiga gugus etilnya akan lebih banyak memberi sumbangan bagi interaksi Van der Waals dengan toluen, sehingga lebih *miscible* terhadap toluen.

Pelarut organik seperti toluen dan benzena digunakan secara luas dalam studi kimia organik dan organologam. Karena reaksi dengan senyawaan organotimah melibatkan senyawa yang cenderung memiliki karakter kovalen, maka digunakan pelarut yang juga berkarakter kovalen. Kriteria pelarut untuk reaksi organotimah yang baik mencakup:

- a. saat digunakan, pelarut berada dalam keadaan cair;
- b. kepolaran pelarut yang sesuai dengan reaktannya;
- c. derajat kelembamannya terhadap zat terlarutnya (*solute*), termasuk rendahnya kemampuan koordinasi pelarut terhadap atom pusat;
- d. tingkat toksisitas dari pelarut^[23].

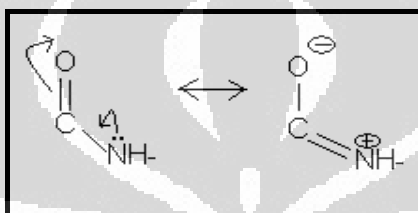
Dry toluen memenuhi semua kriteria di atas untuk digunakan sebagai pelarut untuk reaksi organotimah.

Dalam banyak kasus, peluang terjadi koordinasi pelarut toluen terhadap atom pusat dari organologam dapat diabaikan. Adapun pemilihan pelarut toluen daripada benzena dalam penelitian ini didasarkan pada data toksikologi keduanya. Benzena memiliki tekanan uap yang relatif lebih tinggi daripada toluen, sehingga lebih mudah menguap dan lebih mudah terinhalasi. Data toksikologi menunjukkan bahwa terpapar benzena lebih dapat mengakibatkan resiko kanker. Dengan demikian, maksud dari pemilihan toluen untuk meminimalisasi resiko bahaya kesehatan.

Reaksi kedua dilakukan dengan pemanasan dalam sistem refluks. Reaksi dilakukan setelah sistem diberi aliran gas nitrogen untuk mengusir uap air dari sistem. Adanya uap air dikhawatirkan akan menggeser kesetimbangan kembali ke arah reaktan. Penambahan trietilamina yang berlebih juga dimaksudkan untuk menggeser kesetimbangan ke arah kanan, sehingga produk kedua yang dihasilkan dapat mematuhi hukum stoikiometri.

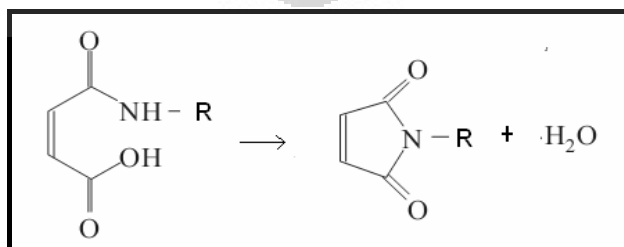
Dengan sistem refluks, komponen yang bersifat lebih volatil akan dikondensasi kembali menjadi fase cairnya. Dengan begitu, komponen seperti trietilamina (b.p. 89°C) akan bereaksi kembali dengan komponen lainnya yang belum bereaksi. Hal tersebut berlangsung terus-menerus selama 4 jam agar reaksi berjalan dengan sempurna.

Atom nitrogen pada gugus amida (dari produk pertama) cenderung kurang bersifat basa, sehingga dibutuhkan pemanasan untuk menjalani reaksi siklisasi untuk menghasilkan imida siklik. Resonansi menyebabkan diembannya muatan parsial positif pada atom nitrogennya, sehingga atom nitrogennya tidak lagi memiliki pasangan elektron bebas atau kebiasaannya berkurang.



Gambar 4.8 Struktur resonansi gugus amida

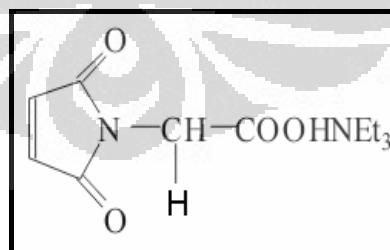
Dengan adanya pemanasan dan pengadukan dengan magnetik stirrer, diharapkan gugus maleoil akan lebih mudah membentuk imida siklik dengan melepaskan molekul air (kondensasi). Dalam hal ini, atom nitrogen amidanya (nukleofil) dipaksa untuk bereaksi dengan atom karbon (elektrofil) dalam gugus maleoilnya untuk membentuk imida siklik.



Gambar 4.9 Gugus maleoil yang membentuk imida siklik

Kuantitas dari produk kedua belum dapat ditentukan dengan pasti. Secara kualitatif, indikasi terbentuknya produk kedua dapat dilihat dari spektra IR-nya (Lampiran 6 dan 7). Dari keduanya, didapati perbedaan jumlah puncak serapan IR-nya. Jumlah puncak serapan yang lebih banyak pada Lampiran 6 memberikan kesimpulan bahwa produk yang dihasilkan relatif lebih beragam.

Suhu refluks pada seri 80-90°C memberikan kemungkinan terbentuknya *by product* yang lebih banyak. Suhu yang tinggi dapat meningkatkan gerakan tumbukan reaktan dan pelarut, sehingga ada kemungkinan bagi pelarut untuk bereaksi dengan reaktannya dan atau ada kemungkinan terurainya reaktan menjadi senyawa yang tidak diharapkan. Banyaknya serapan yang dihasilkan menunjukkan banyaknya *by product* (kemungkinan berupa pengotor) yang dihasilkan. Dengan demikian, pengaturan suhu 60-70°C dipilih untuk sintesis selanjutnya dalam reaksi tahap kedua.



Gambar 4.10 Produk reaksi kedua (trietilammonium N-maleoilglisinat)

Produk reaksi kedua berupa garam trietilammonium N-maleoilglisinat yang terlarut dalam toluen. Garam organik tersebut dapat larut dalam toluen disebabkan adanya persamaan kepolaran pada keduanya. Faktor suhu juga mempengaruhi kelarutan garam organik tersebut. Oleh sebab itu, sebelum suhu produk kedua mencapai di bawah suhu ruang, reaksi tahap ketiga harus segera dilakukan. Hal itu bertujuan untuk meminimalkan pengendapan garamnya.

Puncak serapan IR dari produk kedua mengindikasikan adanya vibrasi ulur C-H alifatik pada ranah $2990-2855\text{ cm}^{-1}$ dan $1485-1415\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi C-H aromatik muncul pada $3100-3000\text{ cm}^{-1}$. Hal tersebut sesuai dengan literatur, yang meramalkan adanya gugus aromatik dan alifatik dari garamnya dan toluen. Puncak serapan untuk gugus karbonil muncul pada 1732 dan 1604 cm^{-1} . Vibrasi ulur C-O anion karboksilatnya ($-\text{COO}^-$) muncul pada 1204 cm^{-1} .



Gambar 4.11 *Main product* (cairan bening) dan *by product* (cairan dan gel berwarna kuning) dari reaksi tahap kedua

4.3 Reaksi Tahap Ketiga

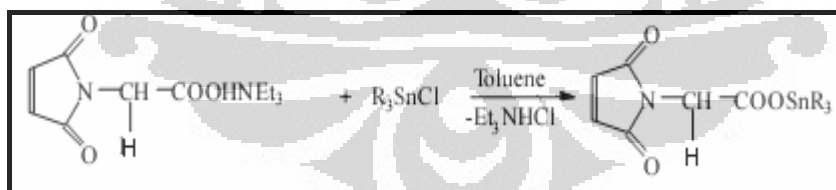
Larutan bening yang mengandung garam amonium direaksikan dengan padatan trimetiltimah klorida. Trimetiltimah klorida bersifat higroskopis dan titik lelehnya 37°C. Oleh sebab itu, pengaliran gas nitrogen terhadap sistem harus dilakukan sebelum reaksi dimulai. Uap air yang ada dalam labu *triple neck* diusir dengan aliran gas nitrogen. Titik lelehnya yang rendah disebabkan karena ikatan intermolekular pada trimetiltimah klorida berupa ikatan Van der Waals.

Pemanasan dan pengadukan dengan magnetik stirrer dimaksudkan untuk mempercepat reaksinya. Toluena digunakan sebagai pelarut karena mampu mensolvasi trimetiltimah klorida yang cenderung berkarakter kovalen. Karakter kovalen pada ikatan Sn-C dan Sn-Cl disebabkan karena kecilnya perbedaan keelektronegatifan pada kedua atom yang menyusun ikatan tersebut. Ukuran atom Sn yang relatif besar membuat karakter kovalennya semakin besar, karena kemampuan polarisasinya juga semakin besar. Oleh sebab itu, toluena yang juga cenderung bersifat nonpolar dipilih sebagai pelarutnya, sehingga pelarutan berlangsung efektif.

Reaksi tahap ketiga merupakan substitusi nukleofil^[24]. Pada reaksi ini, ikatan Sn-Cl akan digantikan dengan ikatan Sn-O. Ion klorida merupakan *leaving group* yang baik, sehingga mudah digantikan oleh ion karboksilat dari garam trietilamonium N-maleoilglisinat. Dalam kasus ini, konsep HSAB dapat diterapkan^[25]. Anion karboksilatnya cenderung lebih

bersifat *soft* daripada ion klorida. Sifat *soft* dapat ditentukan dari besarnya derajat kepolaran anion karboksilat. Kation Sn^{4+} dapat digolongkan dalam *borderline* (bersifat antara *hard* dan *soft acid*). Dengan demikian, kation Sn^{4+} cenderung suka berikatan dengan anion N-maleoilglisinat daripada anion klorida. Interaksi *soft base-soft acid* terjadi pada atom Sn dengan anion N-maleoilglisinat.

Produk yang dihasilkan mengindikasikan terbentuknya trimetiltimah N-maleoilglisinat. Labu *triple neck* didiamkan (didinginkan) setelah reaksi selesai. Hal tersebut dimaksudkan untuk mengendapkan semua garam Et_3NHCl yang selanjutnya mudah untuk dipisahkan^[26]. Kelarutan garam Et_3NHCl dalam toluen semakin berkurang seiring dengan menurunnya suhu. Rekristalisasi dilakukan dengan pelarut diklorometana, karena memiliki derajat kepolaran yang mirip dengan senyawa organotimahnya. Pelarutnya dibiarkan menguap pada suhu kamar dan menghasilkan padatan putih kecokelatan.



Gambar 4.12 Persamaan reaksi tahap ketiga

Rentang nilai titik leleh pada produk ketiga (produk akhir) berada pada 218-220°C. Adapun data literatur memberikan rentang titik lelehnya

pada 175-177°C. Jauhnya perbedaan titik leleh tersebut menunjukkan adanya pengotor yang terperangkap dalam produk ketiga. Hadirnya pengotor dapat diamati dari spektra IR-nya yang menunjukkan puncak melebar pada daerah sekitar 3500 cm⁻¹.

Analisis dengan FTIR menunjukkan adanya serapan ulur C=O karbonil dari gugus imida pada 1716 cm⁻¹. Uluran Sn-C muncul pada daerah 500 cm⁻¹, sedangkan uluran Sn-O berada di daerah 400 cm⁻¹ [27]. Uluran C-O untuk gugus karboksil dari glisinatnya muncul pada daerah 1259 cm⁻¹ (Lampiran 9 dan 10).

Sebagai perbandingan utama, spektra IR trimetiltimah klorida (Lampiran 8) tidak memiliki puncak serapan pada 1716 cm⁻¹, sedangkan trimetiltimah N-maleoilglisinat memiliki serapan pada daerah tersebut (Lampiran 9 dan 10). Adanya puncak kecil pada daerah 3000 cm⁻¹ menandakan adanya vibrasi ulur C-H ketiga gugus metil dari trimetiltimah N-maleoilglisinat. Dari analisis FTIR didapatkan karakter gugus-gugus yang terdapat dalam senyawa trimetiltimah N-maleoilglisinat.

Massa produk ketiga yang dihasilkan sebesar 0,0258 g dan 0,0082 g (Lampiran 3) dengan persen massa masing-masing sebesar 6,49% dan 2,07%. Dua nilai tersebut didapat dari hasil reaksi terhadap dua reaktan awal, yaitu padatan C dan E. Persen massa yang relatif cukup kecil itu dapat disebabkan karena kekurangmurnian produk sebelumnya dan atau penyimpanan trimetiltimah klorida yang kurang memperhatikan kelembaban udara.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Menurut data penelitian, dapat disimpulkan:

- a. terbentuknya gugus amida sekunder dan gugus karbonil (masing-masing pada 3316 cm^{-1} dan $1600\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$) pada produk pertama. Persen massa produk pertama (padatan C dan E) sebesar 89,4% dan 62,05%. Rentang titik leleh produk pertama ditampilkan sebagai berikut:

Padatan	Rentang Titik Leleh ($^{\circ}\text{C}$)
Padatan C	182-185
	187-188
	185-186
Padatan E	187-188
	185-186
	185-188

- b. adanya gugus metilen alifatik dan aromatik (2921 cm^{-1} dan 3027 cm^{-1}) dan gugus karbonil (1732 cm^{-1} dan 1604 cm^{-1}) pada produk kedua.

Adanya serapan cukup lebar pada daerah $3300\text{-}3400\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya vibrasi N-H dari kation trietilamonium.

- c. spektra IR produk ketiga telah menunjukkan ciri khas ikatan dari produknya, seperti munculnya vibrasi Sn-O (400 cm^{-1}), vibrasi Sn-C (500 cm^{-1}), dan vibrasi gugus karbonil (1716 cm^{-1}) dari anion N-maleoilglisinat. Ranah titik leleh produk ketiga $218\text{-}220^\circ\text{C}$ (literatur: $175\text{-}177^\circ\text{C}$) dengan persen massa produk (dari padatan C dan E) sebesar 6,49% dan 2,07%.

5.2. Saran

Untuk penelitian lebih lanjut, disarankan agar dilakukan sintesis dengan kondisi se-inert mungkin dan pengaturan suhu refluks yang sesuai untuk reaksi organotimah. Penyimpanan reaktan dan pengeringan peralatan gelas yang dipakai juga menentukan keberhasilan sintesis organotimah. Penanganan selama reaksi harus dilakukan sesuai prosedur demi keberhasilan sintesis dan kesehatan. Karakterisasi dengan instrumen lain sangat diperlukan untuk lebih meyakinkan bahwa sintesis telah berhasil dilakukan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Ahmed, Sajjad, Bhatti, Saqib Ali, and Fiaz Ahmed. (2006). *Spectroscopic Characterization and Biological Application of Organotin (IV) Derivatives of 3-(N-Naphthylaminocarbonyl)-2-propenoic Acid*. Islamabad: Department of Chemistry, Allama Iqbal Open University and Quaid-i-azam University.
2. Mahmood, Sohail, Saqib Ali, Bhatti, Mazhar, and Khadija Shahid. (2004). *Synthesis, Spectral Characterization and Biological Application of Tri- and Diorganotin (IV) Derivatives of 2-[N-(2,6-Dichloro-3-methylphenyl) amino] benzoic Acid*. Islamabad: Department of Chemistry, Quaid-i-azam University.
3. Bhatti, Moazzam H., Saqib Ali, Farhat Huma, and Saira Shahzadi. (2005). *Organotin (IV) Derivatives of N-Maleoylamino Acids: Their Synthesis and Structural Elucidation*. Islamabad: Department of Chemistry, Allama Iqbal Open University and Quaid-i-azam University.
4. <http://en.wikipedia.org/wiki/Tin>. (3 Januari 2008.).
5. Effendy. (2003). *Teori VSEPR dan Kepolaran Molekul*, cetakan ke-1. Malang: Bayumedia Publishing.
6. Cotton, F. Albert, G. Wilkinson. (1989). *Kimia Anorgank Dasar*. (Terj. Sahati S.) cetakan ke-1. Jakarta: UI-Press.
7. <http://en.wikipedia.org/wiki/Organotin>. (6 Januari 2008).

8. <http://en.wikipedia.org/wiki/Solvent>. (30 Januari 2008)
9. [http://en.wikipedia.org/wiki/Relative static permittivity](http://en.wikipedia.org/wiki/Relative_static_permittivity). (19 Desember 2007).
10. <http://en.wikipedia.org/wiki/Glycine>. (1 April 2008).
11. [http://en.wikipedia.org/wiki/Melting point](http://en.wikipedia.org/wiki/Melting_point). (4 Januari 2008).
12. [http://en.wikipedia.org/wiki/Spektrofotometer Inframerah Transformasi Fourier](http://en.wikipedia.org/wiki/Spektrofotometer_Inframerah_Transformasi_Fourier). (17 Maret 2008).
13. M.S., Sudjadi. (1983). *Penentuan Struktur Senyawa Organik*, cetakan ke-1. Jakarta: Ghalia Indonesia.
14. Sastrohamidjojo, Hardjono. (1992). *Spektroskopi Inframerah*, edisi ke-1, cetakan ke-1. Yogyakarta: Liberty Yogyakarta.
15. [http://id.wikipedia.org/wiki/Asam amino](http://id.wikipedia.org/wiki/Asam_amino). (18 Januari 2008).
16. Fessenden & Fessenden. (1982). *Kimia Organik*, edisi ke-3, jilid 1 dan 2. Jakarta: Erlangga. Shriner, Ralph L., Reynold C. Fuson, David Y.
17. Pine, Stanley H., J. B. Hendrickson, D. J. Cram, dan G. S. Hammond. (1988). *Organic Chemistry* (Kimia Organik, Terj. Roehyati J. dan Sasanti W.). Bandung: Penerbit ITB.
18. Curtin. (1935). *The Systematic Identification of Organic Compound: A Laboratory Manual, fifth edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc.

19. Angelici, Robert J., (1986). *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*, second edition. United States of America: University Science Books.
20. http://en.wikipedia.org/wiki/Infrared_spectroscopy_correlation_table. (27 Agustus 2007).
21. Bresnick, Stephen D.. (2004). *High-yield Organic Chemistry*. (Terj. Drs. Hadian Kotong bekerja sama dengan Anna P. Bani dan Huriawati Hartanto). Jakarta: Hipokrates.
22. Bansal, Raj K., (1983). *Organic Reaction Mechanisms*. New Delhi: Tata McGraw-Hill Publishing Company Limited.
23. Vogel, Arthur I. (1957). *Practical Organic Chemistry Including Qualitative Organic Analysis, Third Edition*. London: Longmans
24. Jordan, R.B. (1991). *Reaction Mechanisms of Inorganic and Organometallic Systems*. New York: Oxford University Press, Inc.
25. Saito, Taro. (1996). *MUKI KAGAKU* (Kimia Anorganik, Terj. Ismunandar). Tokyo: Iwanami Publishing Company.
26. Petrucci, dan Ralph. H. (1987). *Kimia Dasar, Prinsip dan Terapan Modern* edisi ke-4, jilid ke-2 (Terj. Suminar). Jakarta: Erlangga.
27. http://en.wikipedia.org/wiki/Infrared_spectroscopy. (17 Desember 2007).



Lampiran 1

Perhitungan Stoikiometri terhadap Reaksi Tahap Pertama

1. Sintesis Padatan C (perbandingan mol = 1:1, waktu reaksi 3 jam)

	anhidrida maleat	+	glisin	→	$C_6H_7O_5N$
awal	0,026 mol		0,026 mol		-
reaksi	-0,026 mol		-0,026 mol		+0,026 mol
akhir	-		-		0,026 mol

- M_r $C_6H_7O_5N = 173$ g/mol
- Massa teoritis $C_6H_7O_5N = 0,026$ mol \times 173 g/mol = 4,498 g
- Massa padatan C = 4,0193 g
- % Massa produk = $\frac{4,0193 \text{ g}}{4,498 \text{ g}} \times 100\% = 89,4\%$

2. Sintesis Padatan E (perbandingan mol = 1:1, waktu reaksi 4 jam)

- Massa padatan E = 2,7914 g
- % Massa produk = $\frac{2,7914 \text{ g}}{4,498 \text{ g}} \times 100\% = 62,05\%$

Lampiran 2

Perhitungan Stoikiometri terhadap Reaksi Tahap Kedua

1. Sintesis garam Trietilammonium N-maleoilglisinat dari Padatan C (Perbandingan mol = 1:2)

	Padatan C	+	Et ₃ N	→	Trietilammonium N -maleoilglisinat
awal	0,00125 mol		0,0025 mol		-
reaksi	-0,00125 mol		-0,00125 mol		+0,00125 mol
akhir	-		-		0,00125 mol

- $M_r \text{Et}_3\text{N} = 101 \text{ g/mol}$
- mL Et₃N yang diambil untuk direaksikan = $\frac{0,0025 \text{ mol} \times 101 \text{ g/mol}}{0,73 \text{ g/mL}}$
= 0,35 mL

2. Sintesis garam Trietilammonium N-maleoilglisinat dari Padatan E (Perbandingan mol = 1:2)

Jumlah mol yang direaksikan sama seperti pada padatan C.

Lampiran 3

Perhitungan Stoikiometri terhadap Reaksi Tahap Ketiga

1. Sintesis Trimetiltimah N-maleoilglisinat dari padatan C (perbandingan mol = 1:1)

	Trietilammonium N-maleoilglisinat	+ TMT Cl	→	TMT N-maleoilglisinat
awal	0,00125 mol			0,00125 mol
reaksi	-0,00125 mol			+0,00125 mol
akhir	-			0,00125 mol

- M_r TMT Cl (trimetiltimah klorida) = 199,25 g/mol
- Massa TMT Cl yang ditimbang = $0,00125 \text{ mol} \times 199,25 \text{ g/mol} = 0,25 \text{ g}$
- M_r trimetiltimah N-maleoilglisinat = 317,8 g/mol
- Massa trimetiltimah N-maleoilglisinat teoritis = $0,00125 \times 317,8 \text{ g/mol} = 0,397 \text{ g}$
- Massa TMT N-maleoilglisinat hasil sintesis = 0,0258 g
- % Massa produk = $\frac{0,0258 \text{ g}}{0,397 \text{ g}} \times 100\% = 6,49\%$

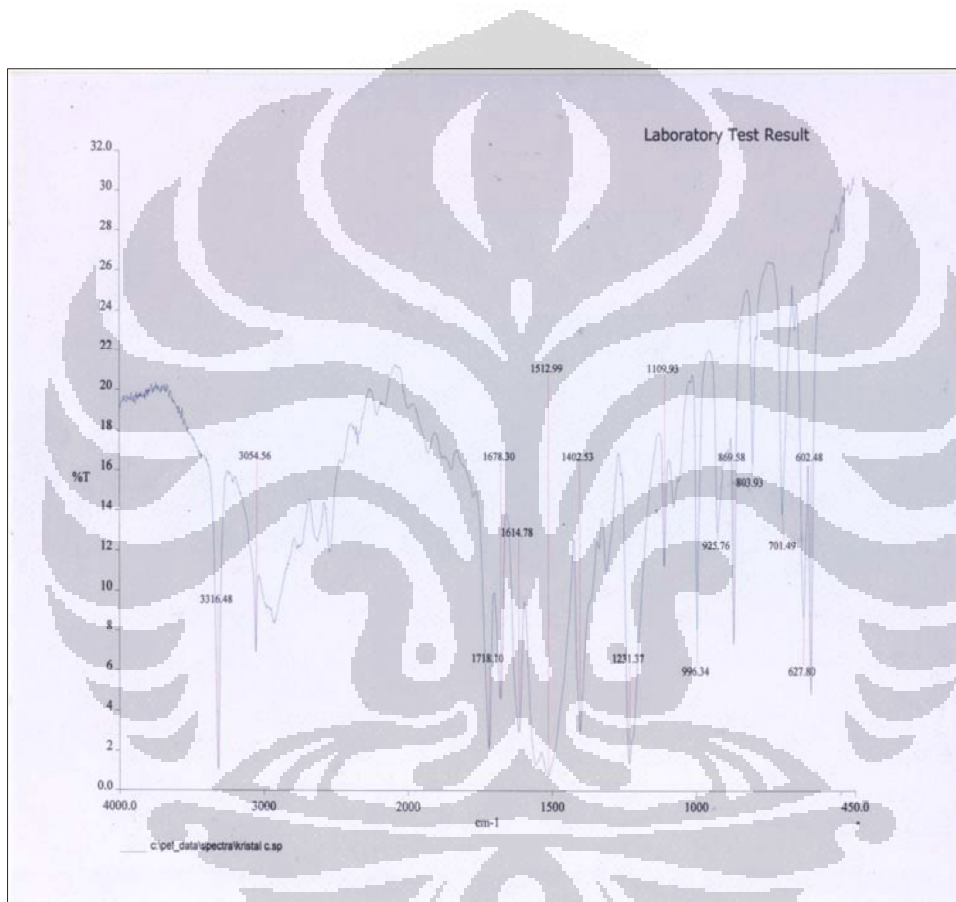
2. Sintesis Trimetiltimah N-maleoilglisinat dari padatan E

Jumlah mol yang direaksikan sama seperti yang dari padatan C.

- Massa TMT N-maleoilglisinat hasil sintesis = 0,0082 g
- % Massa produk = $\frac{0,0082 \text{ g}}{0,397 \text{ g}} \times 100\% = 2,07\%$

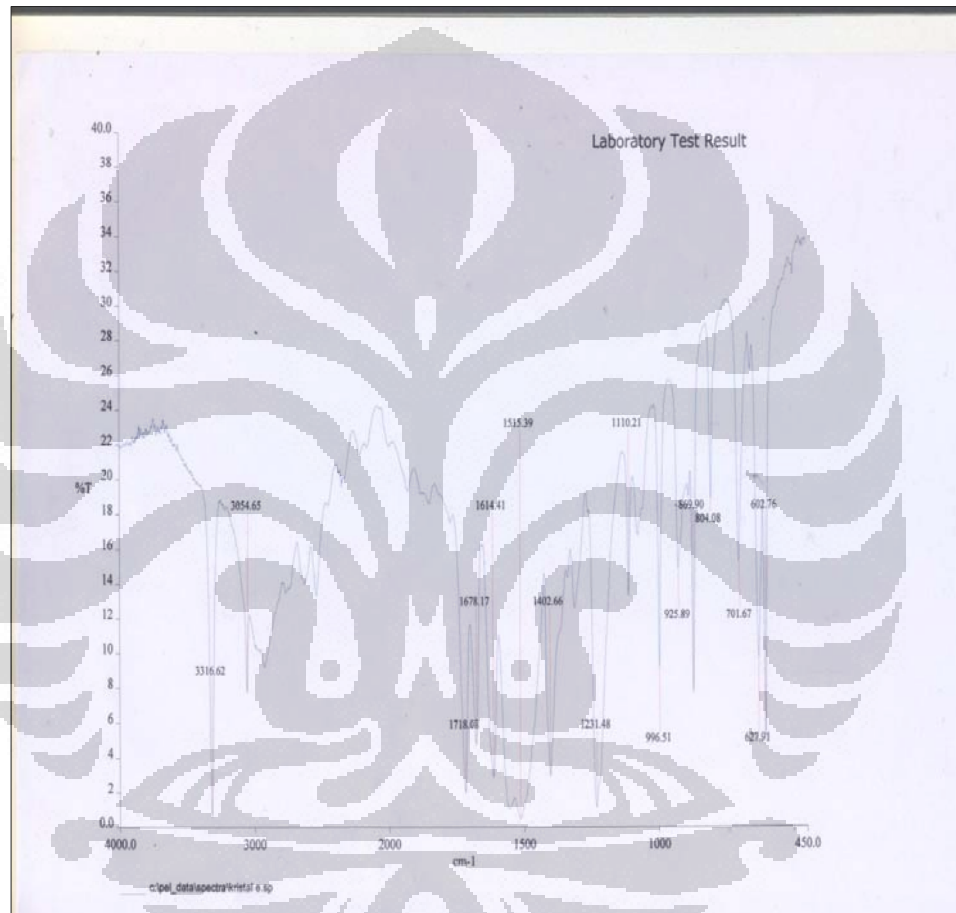
Lampiran 4

Spektra FTIR Produk Pertama (Padatan C)



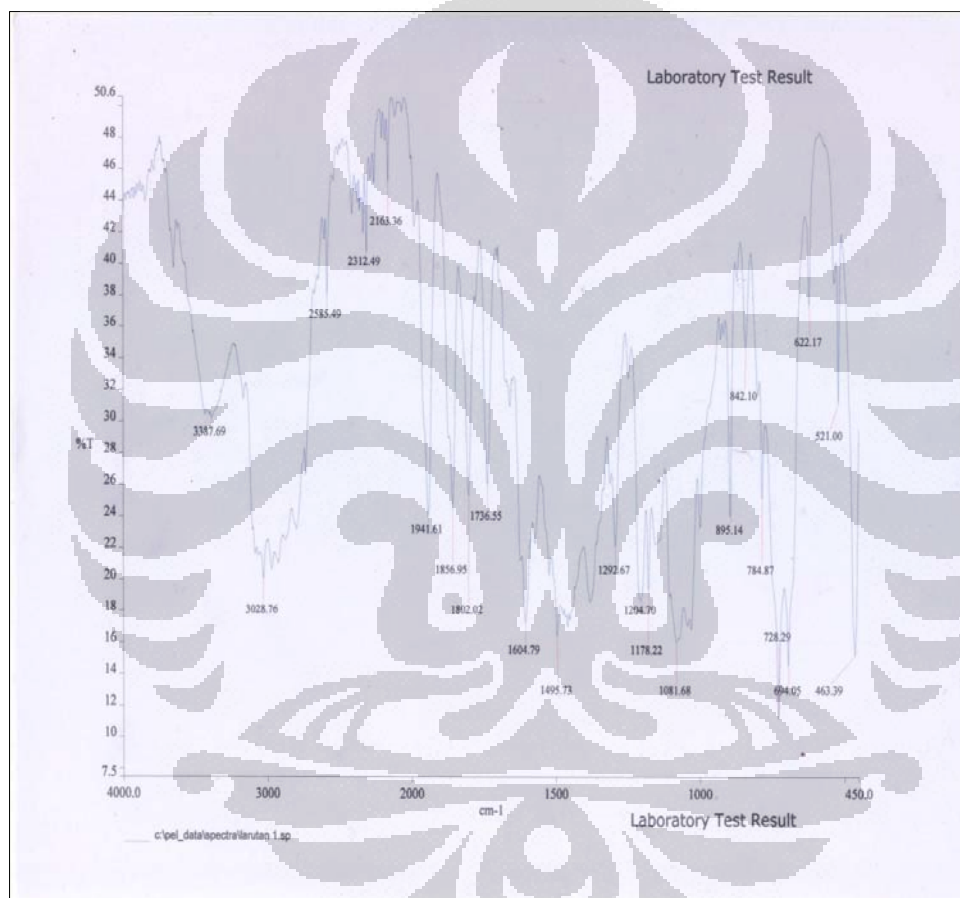
Lampiran 5

Spektra FTIR Produk Pertama (Padatan E)



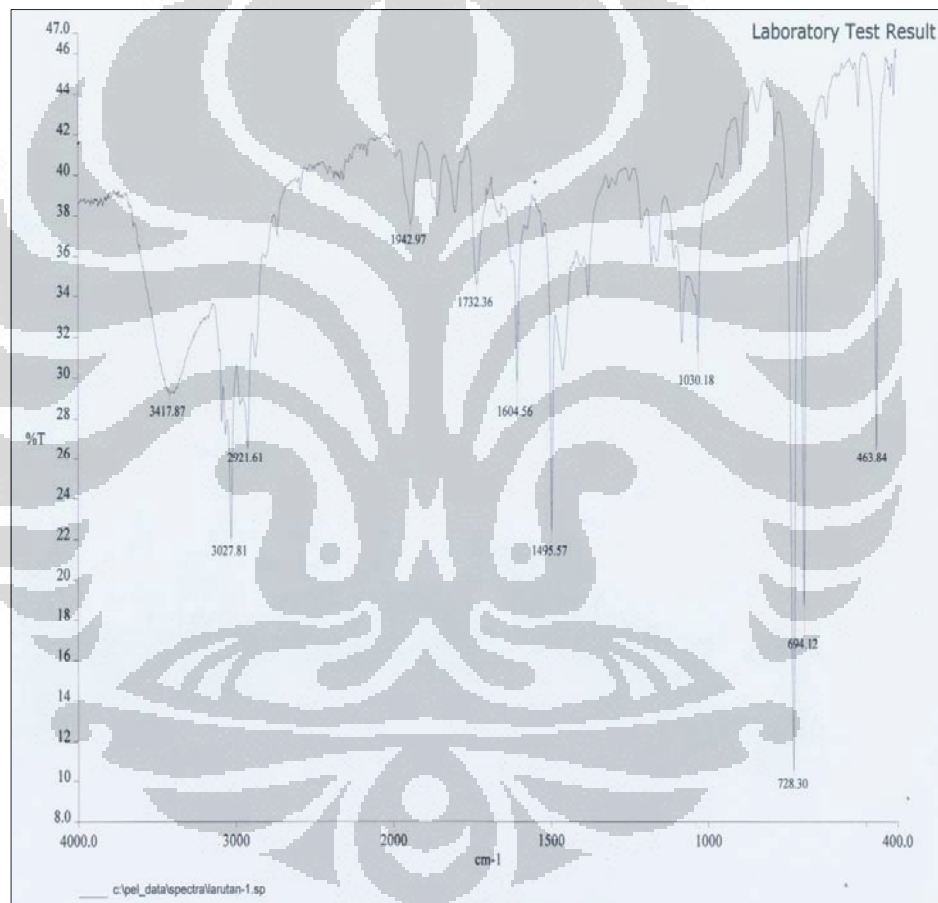
Lampiran 6

Spektra FTIR Produk Kedua
(Campuran Trietilammonium N-maleoilglisinat dan Toluene)
dari padatan C, suhu reaksi 80-90°C



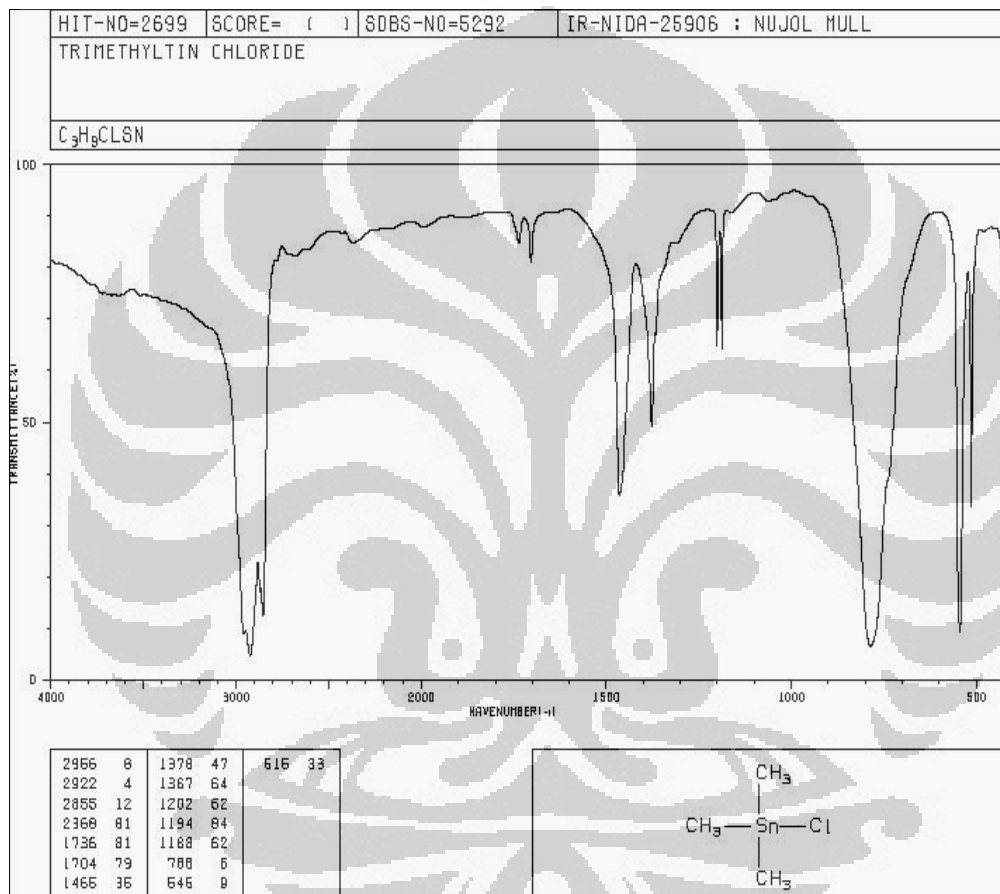
Lampiran 7

Spektra FTIR Produk Kedua (Campuran Trietilammonium N-maleoilglisinat dan Toluena) dari padatan C, suhu reaksi 60-70°C



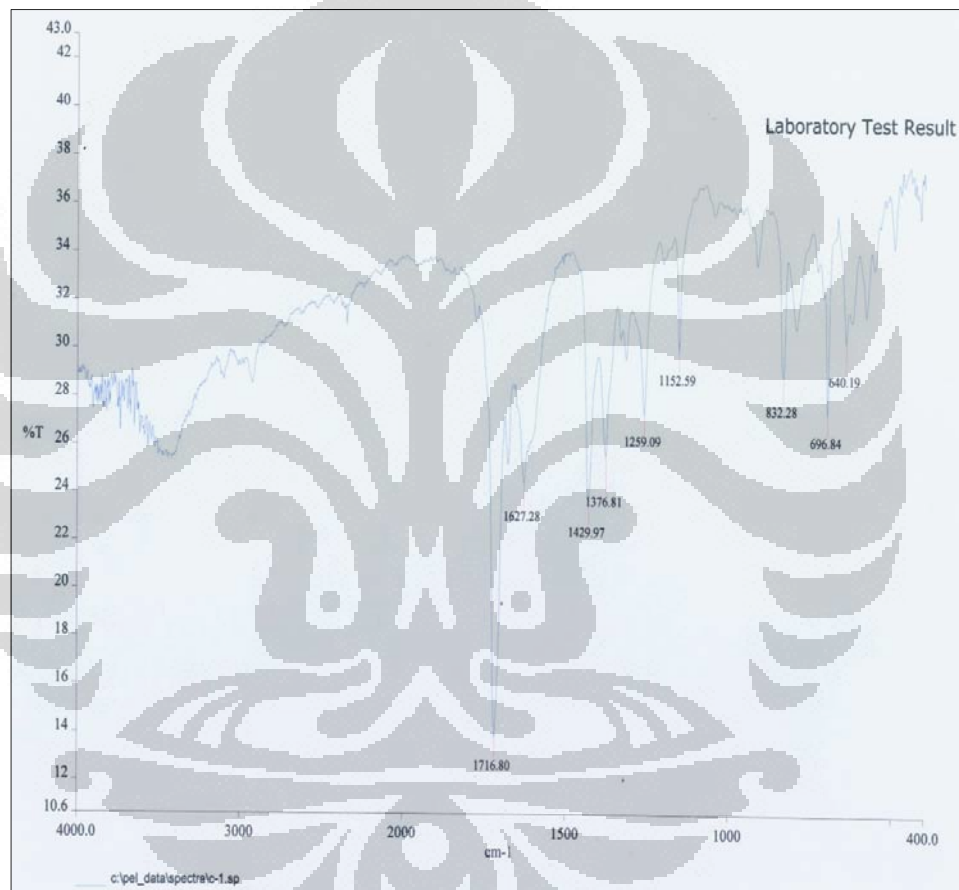
Lampiran 8

Spektra FTIR Trimetiltimah klorida (menurut literatur)



Lampiran 9

Spektra FTIR Produk Ketiga (Trimetilimah N-maleoilglisinat) dari padatan C



Lampiran 10

Spektra FTIR Produk Ketiga (Trimetilimih N-maleoilglisinat) dari padatan E

