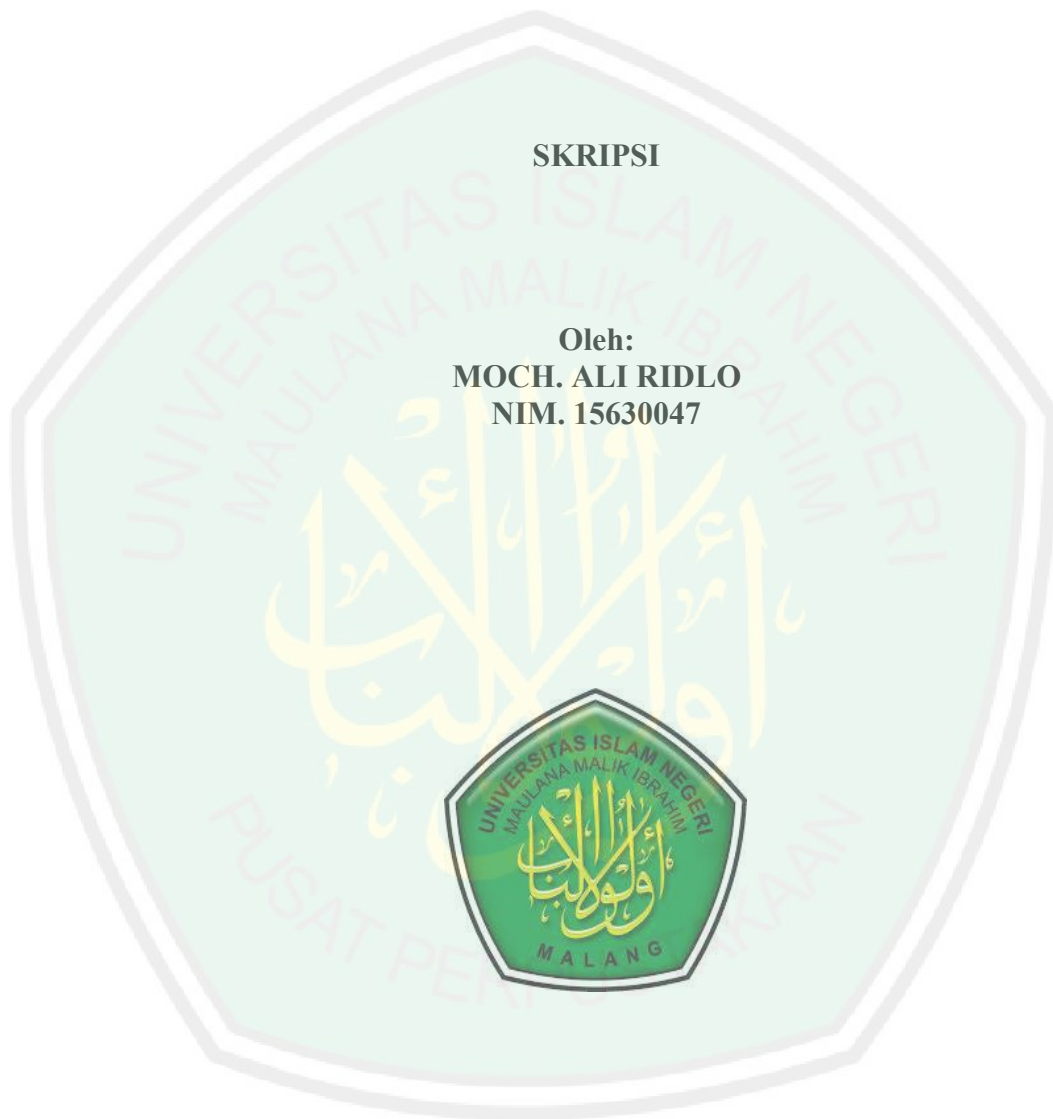


**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOFENOL MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN
DENGAN KATALIS JUS JERUK NIPIS
SERTA APLIKASINYA SEBAGAI INHIBITOR KOROSI
TERHADAP LOGAM BESI**

SKRIPSI

Oleh:
MOCH. ALI RIDLO
NIM. 15630047



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOFENOL MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN
DENGAN KATALIS JUS JERUK NIPIS
SERTA APLIKASINYA SEBAGAI INHIBITOR KOROSI
TERHADAP LOGAM BESI**

SKRIPSI

Oleh:
MOCH. ALI RIDLO
NIM. 15630047

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOFENOL MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN
DENGAN KATALIS JUS JERUK NIPIS
SERTA APLIKASINYA SEBAGAI INHIBITOR KOROSI TERHADAP
LOGAM BESI**

SKRIPSI

Oleh:
MOCH. ALI RIDLO
NIM. 15630047

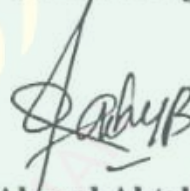
**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 08 November 2019**

Pembimbing I



Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069

Pembimbing II



Ahmad Abtokhi, M.Pd
NIP. 19761003 200312 1 004

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**



Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 00

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOFENOL MENGGUNAKAN METODE PENGGERUSAN
DENGAN KATALIS JUS JERUK NIPIS
SERTA APLIKASINYA SEBAGAI INHIBITOR KOROSI TERHADAP
LOGAM BESI**

SKRIPSI

Oleh:
MOCH. ALI RIDLO
NIM. 15630047

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 08 November 2019

Penguji Utama	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Ketua Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	(.....)
Sekretaris Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	(.....)
Anggota Penguji	: Ahmad Abtokhi, M.Pd NIP. 19761003 200312 1 004	(.....)



Mengesahkan,
Ketua Jurusan

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620/200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Moch. Ali Ridlo

NIM : 15630047

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : "Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminofenol Menggunakan Metode Penggerusan dengan Katalis Jus Jeruk Nipis serta Aplikasinya Sebagai Inhibitor Korosi Terhadap Logam Besi

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 10 November 2019

Yang membuat pernyataan



Moch. Ali Ridlo
NIM. 15630047

MOTTO

*“Do’amu yang Mana, Usahamu yang Ke-berapa, Tugas kita
Hanya Satu, Perbanyaklah!”*

- Kata Senja -



HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillaahirrahmaanirrahiim..

Dengan untaian rasa syukur yang tak terhingga, skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. Kedua orang tua saya, Bapak Hanan dan Ibu Sulihah. Terima kasih atas kasih sayang yang berlimpah. Terima kasih atas limpahan doa yang tak pernah menemui kata sudah, dan terima kasih atas segala bentuk dukungan materil maupun non materil yang tak pernah sirna.
2. Mas Yudi, Mas Afif, Mbak Cici, dan Keponakan lucu saya Alya. Terima kasih atas segala bentuk dukungan dan doa. Terima kasih telah menjadi kakak, adik, serta pendengar yang setia. Bersama dengan ibu dan bapak, terima kasih telah menjadi definisi ‘rumah’ yang sebenar-benarnya rumah.
3. Teman-teman Kimia angkatan 2015 dan seluruh adik maupun kakak tingkat, terima kasih telah menjadi penyemangat, motivator, dan konsultan, dalam penulisan skripsi ini. *‘lemah teles, gusti Allah seng bales’*
4. Seluruh mahasiswa maupun akademisi yang membutuhkan data atau referensi perihal sintesis basa Schiff. Pesan saya, “ambil baiknya, benarkan salahnya, dan tinggalkan buruknya”.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminofenol Menggunakan Metode Penggerusan dengan Katalis Jus Jeruk Nipis serta Aplikasinya Sebagai Inhibitor Korosi terhadap Logam Besi”.

Tak lupa, shalawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada junjungan kita, Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing kita ke jalan yang benar, yaitu jalan yang diridhai Allah SWT.

Penulisan skripsi ini tidak luput dari bantuan semua pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada:

1. Orang tua penulis, (Bapak Hanan dan Ibu Sulihah) serta segenap anggota keluarga penulis (Mas Yudi, Mas Afif, Mbak Cici, dan keponakan penulis ‘Alya’) yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan.
2. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

5. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc dan Ibu Racmawati Ningsih, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
6. Seluruh dosen jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Semua rekan-rekan dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas segala bantuan dan motivasinya kepada penulis.

Semoga amal perbuatan Bapak/Ibu serta semua pihak yang membantu dalam proses penyelesaian skripsi ini diridhoi oleh Allah SWT dan dicatat sebagai amal sholeh Bapak/Ibu/Saudara sekalian. Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak demi penyempurnaan skripsi ini. Akhir kata, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua, yaitu bagi penulis pada khususnya dan bagi pembaca pada umumnya. Aamiin.

Malang, 21 Agustus 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
المستخلص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Vanilin	8
2.2 <i>p</i> -Aminofenol	9
2.3 Basa Schiff	10
2.4 Jeruk Nipis	12
2.5 Metode Sintesis Basa Schiff	13
2.5.1 Metode Penggerusan	14
2.5.2 Katalis Asam Alami	15
2.6 Identifikasi Menggunakan KLT	16
2.7 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis	17
2.7.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR	17
2.7.2 Karakterisasi Menggunakan KG-SM	18
2.8 Inhibitor Korosi	20
2.9 Metode Gravimetri	22
2.10 <i>Green Synthesis</i> Basa Schiff dan Pemanfaatannya dalam Perspektif Islam	22

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	26
3.2 Alat dan Bahan	26
3.2.1 Alat	26
3.2.2 Bahan	26
3.3 Tahapan Penelitian	26
3.4 Cara Kerja	27
3.4.1 Preparasi Katalis Asam Alami dari Jeruk Nipis	27
3.4.2 Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan <i>p</i> -Aminofenol	27
3.4.3 Monitoring Produk Hasil Sintesis Menggunakan KLT	28
3.4.4 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis	28
3.4.4.1 Uji Titik Leleh	28
3.4.4.2 Uji Kelarutan	29
3.4.4.3 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR ..	29
3.4.4.4 Identifikasi Menggunakan KG-SM	29
3.5 Uji Aktivitas Inhibitor Korosi	30
3.5.1 Persiapan Sampel	30
3.5.2 Pembuatan Larutan Induk Media Korosi	30
3.5.3 Pembuatan Larutan Induk Inhibitor	30
3.5.4 Uji Efisiensi Inhibitor	31
3.6 Analisis Data	31

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Sintesis 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol Menggunakan Katalis Jeruk Nipis	33
4.2 Monitoring Produk Sintesis dengan Menggunakan KLT	37
4.3 Karakterisasi Produk Sintesis dengan FTIR	39
4.4 Karakterisasi Produk Sintesis dengan KG-SM	41
4.5 Uji Aktivitas Produk Sintesis sebagai Inhibitor Korosi	47
4.6 Sintesis 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol dan Pengaplikasiannya dalam Perspektif Islam	49

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	54
5.2 Saran	54

DAFTAR PUSTAKA	55
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur vanilin	7
Gambar 2.2	Struktur <i>p</i> -aminofenol	9
Gambar 2.3	Reaksi kondensasi senyawa karbonil dengan amina primer	10
Gambar 2.4	Mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff tahap 1	10
Gambar 2.5	Mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff tahap 2	11
Gambar 2.6	Struktur asam sitrat	12
Gambar 2.7	Pola fragmentasi 2-metoksi-4-{[(4-metoksifenil)imino]metil} fenol	19
Gambar 2.8	Interaksi elektrostatik basa Schiff dengan permukaan logam ..	20
Gambar 2.9.a	Interaksi pasangan elektron bebas dari atom nitrogen terhadap permukaan logam	20
Gambar 2.9.b	Interaksi elektron phi dari cincin aromatik dan gugus -HC=N- dengan permukaan logam	21
Gambar 4.1	Dugaan mekanisme reaksi pada proses sintesis	33
Gambar 4.2	Bentuk dan Warna Produk Sintesis	34
Gambar 4.3	Hasil uji kelarutan dalam (a) NaOH 0,5 M (b) Aquades (c) Etanol (d) Kloroform (e) Aseton.....	35
Gambar 4.4	Reaksi asam basa terlarutnya senyawa produk dalam NaOH ..	36
Gambar 4.5.a.	Hasil monitoring KLT dengan penyinaran lampu UV 254 nm	37
Gambar 4.5.b.	Hasil monitoring KLT tanpa penyinaran lampu UV 254 nm	37
Gambar 4.6	Spektra hasil karakterisasi senyawa produk dan reaktan menggunakan FT-IR	39
Gambar 4.7	Kromatogram senyawa produk	40
Gambar 4.8	Spektra massa puncak pertama	41
Gambar 4.9	Pola fragmentasi <i>p</i> -aminofenol	42
Gambar 4.10	Spektra massa puncak kedua	42
Gambar 4.11	Pola fragmentasi vanilin	43
Gambar 4.12	Spektra massa puncak keempat	44
Gambar 4.13	Pola fragmentasi 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol	45

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Hasil pengamatan fisik senyawa produk	34
Tabel 4.2	Hasil uji kelarutan	35
Tabel 4.3	Pengamatan hasil KLT reaktan dan senyawa hasil sintesis	38
Tabel 4.4	Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk	39
Tabel 4.5	Persentase luas area tiap puncak kromatogram	41
Tabel 4.6	Jenis dan kadar logam dalam plat besi <i>cutter</i> joyko L-150	46
Tabel 4.7	Hasil penimbangan saat plat besi direndam dalam larutan asam	46
Tabel 4.8.a	Hasil pengujian vanilin sebagai inhibitor korosi	46
Tabel 4.8.b	Hasil pengujian <i>p</i> -aminofenol sebagai inhibitor korosi	47
Tabel 4.8.c	Hasil pengujian senyawa produk sebagai inhibitor korosi	47
Tabel L.2.1	Hasil perhitungan pengenceran larutan induk inhibitor	67
Tabel L.3.9	Pengamatan titik leleh produk	68
Tabel L.3.9	Hasil perhitungan efisiensi inhibitor	70

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan penelitian	59
Lampiran 2	Diagram alir	60
Lampiran 3	Perhitungan	64
Lampiran 4	Hasil karakterisasi menggunakan KG-SM	70
Lampiran 5	Dokumentasi	78



ABSTRAK

Ridlo, M. A. 2019. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminofenol Menggunakan Metode Penggerusan dengan Katalis Jus Jeruk Nipis serta Aplikasinya Sebagai Inhibitor Korosi terhadap Logam Besi. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing: Ahmad Hanapi, M.Sc, Konsultan: Rachmawati Ningsih, M.Si.

Kata kunci: basa Schiff, vanilin, *p*-aminofenol, metode penggerusan, jus jeruk nipis, inhibitor korosi

Korosi merupakan masalah serius yang harus segera ditangani karena biaya yang dikeluarkan untuk menanggulangi masalah tersebut dapat mencapai 70-80% dari biaya perawatan. Salah satu cara yang dapat digunakan adalah dengan melakukan penambahan inhibitor organik, seperti basa Schiff. Basa Schiff merupakan senyawa hasil reaksi kondensasi antara senyawa karbonil dengan amina primer. Karakteristik senyawa tersebut mengandung gugus azomethine atau imina ($-HC=N-$). Pada penelitian ini, senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol disintesis dari vanilin dan *p*-aminofenol dengan teknik penggerusan menggunakan variasi volume katalis jus lemon (*Citrus limonium*) 0,25 ; 0,5 ; 0,75 dan 1 mL. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui jumlah variasi volume katalis jus lemon yang paling optimum dalam sintesis 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol. Produk hasil sintesis diidentifikasi menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT). Karakterisasi produk sintesis meliputi warna, wujud, titik leleh, kelarutan, serta identifikasi menggunakan FTIR dan KG-SM. Adapun nilai efisiensi inhibitor korosi diukur menggunakan metode gravimetri pada logam besi dalam media HCl.

Senyawa hasil sintesis memiliki karakter berupa padatan berwarna kuning dengan titik leleh 189-194 °C, Senyawa tersebut larut sempurna dalam NaOH dan aseton. Sedikit larut dalam aquades dan etanol, serta tidak larut dalam kloroform. Rendemen dengan variasi volume 0,25; 0,5; 0,75 dan 1 mL berturut adalah 75,98 ; 83,65 ; 89,65 ; dan 94, 91%. Karakterisasi dengan FTIR menunjukkan ikatan imina ($-C=N-$) terbaca pada bilangan gelombang 1592-1594 cm^{-1} . Karakterisasi KG-SM produk pada rendemen tertinggi menunjukkan puncak pada waktu retensi 27,427 menit dengan nilai m/z 243 yang sesuai dengan berat molekul senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol. Nilai efisiensi inhibitor senyawa tersebut pada larutan asam berkisar 28,79-78,67%.

ABSTRACT

Ridlo, M. A. 2018. **Synthesis Of Schiff Base from Vanilin and *P*-Aminophenol Using The Grinding Method with Lime Juice Catalyst and Its Application As A Corrosion Inhibitor of Iron Metals.** Research Proposal. Department of Chemistry, Science and Technology Faculty, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor: Ahmad Hanapi, M.Sc, Consultant: Rachmawati Ningsih, M.Si.

Keywords: Schiff base, vanillin, *p*-aminophenol, grinding method, lime juice, corrosion inhibitor

Corrosion is a serious problem that must be solved immediately because the costs incurred to overcome the problem can reach 70-80% of maintenance costs. One method that can be used is to add organic inhibitors, such as Schiff bases. Schiff base is a compound from the condensation reaction between the carbonyl compound and the primary amine. The characteristics of these compounds contain azomethine or imine groups ($-\text{HC} = \text{N}-$). In this study, Schiff 4-(((4-hydroxyphenyl) imino) methyl)-2-methoxyphenol base compounds were synthesized from vanillin and *p*-aminophenol by grinding using variations in the volume of the lemon juice (*Citrus limonium*) catalyst 0.25; 0.5; 0.75 and 1 mL. This study aims to determine the optimum amount of variation in the volume of the lemon juice catalyst in the synthesis of 4-(((4-hydroxyphenyl)imino)methyl)-2-methoxyphenol. The synthesized product was identified using thin layer chromatography (TLC). The characterization of the synthesis product includes color, appearance, melting point, solubility, and identification using FTIR and GC-MS. The corrosion inhibitor efficiency values were measured using gravimetric method on ferrous metals in HCl media.

The synthesized compound has the character of a yellow solid with a melting point 189-194 °C, the compound is completely dissolved in NaOH and acetone. Slightly soluble in aquades and ethanol, and insoluble in chloroform. Yield of 0.25; 0.5; 0.75 and 1 mL volume variant successively is 75.98; 83.65; 89.65; and 94, 91%. Characterization with FTIR shows an imine bond ($-\text{C} = \text{N}-$) read at wave number 1592-1594 cm^{-1} . The GC-SM characterization of the product at the highest yield shows a peak at a retention time of 27.427 minutes with an m/z value of 243 corresponding to the molecular weight of Schiff basic compounds 4 (((4-hydroxyphenyl) imino) methyl) -2-methoxyphenol. The value of the efficiency of inhibitors of these compounds in acid solutions ranged from 28.79 to 78.67%.

المستخلص

رضا، م. أ. 2019. تكوين مركب قاعدة شيف من فانيلين و p -أمونيفينول باستخدام طريقة التكسير بمحفز عصير الحمضيات وتطبيقها كمثبط التآكل نحو الحديد. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف: أحمد حنفي، الماجستير؛ المستشار: رحمواتي نينغسيه، الماجستير

الكلمات الرئيسية: قاعدة شيف، فانيلين، p -أمونيفينول، طريقة التكسير، عصير الحمضيات، مثبط التآكل. يعتبر أن التآكل من المشاكل العظيمة لا بد من علاجه لرفع الضريبة بالنسبة للرعاية قدر 70-80 في المائة. ومن إحدى الطرق المستخدمة هي إضافة المثبط العضوي مثل قاعدة شيف. وهي مركب من إنتاج التكثف بين المركب الكربوني والأمين الأولي. فميزة هذا المركب أنه يحتوي على مجموعة أزوميثين أو إيمين (HC=N-). ففي هذا البحث مركب قاعدة شيف 4-(((4-هيدروكسي فينيل)إيمينو)ميثيل)-2-ميتوكسي فينول مكونة من فانيلين و p -أمونيفينول باستخدام طريقة التكسير بمحفز عصير الحمضيات (*Citrus limonium*) 0.25؛ 0.5؛ و 1 مليلترات. يهدف هذا البحث إلى معرفة أكمل عدد الثريات من محتويات محفز عصير الحمضيات في تكوين 4-(((4-هيدروكسي فينيل)إيمينو)ميثيل)-2-ميتوكسي فينول. ويتم تعرف نتائج التكوين باستخدام كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة. يشتمل توصيف نتيجة التكوين على اللون، المظهر، نقطة الانصهار، الذوبانية، والتعرف باستخدام فورية محول الأشعة تحت الحمراء وكروماتوغرافيا الغاز-مطيافية الكتلة. ويتم أيضاً تعبير درجة الفعالية من مثبط التآكل بطريقة التقدير الوزني نحو الحديد في وسيلة HCl.

مركب إنتاج التكوين له ميزة بوجود الجوامد الصفراء بنقطة الانصهار 189-194 °C، حيث تنحل بأكملها في NaOH وأسيثون، وتنحل في الماء المستقطر وإيثانول، ولم تنحل في كلورو فورم. فالنتائج بنوعية 0.25؛ 0.5؛ و 1 مليلترات على التوالي هي 75.98؛ 83.65؛ 89.65؛ و 94.91%. وأما التوصيف بفورية محول الأشعة تحت الحمراء تدل على قيد إيمين (C=N-) مقروءة في عدد الموج 1592-1594 سنتيمترات⁻¹. وأما التوصيف بكروماتوغرافيا الغاز-مطيافية الكتلة للنتائج في النتيجة الأعلى تدل على زمن الاحتباس 27.427 دقيقة بنتيجة m/z 243 تناسب بوزن مركب قاعدة شيف 4-(((4-هيدروكسي فينيل)إيمينو)ميثيل)-2-ميتوكسي فينول. فدرجة الفعالية من مثبط ذاك المركب في مسيل الحمض تمتد من 28.79 حتى 78.67%.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penggunaan material berbahan dasar logam telah banyak diaplikasikan secara masif dalam berbagai bidang kehidupan seperti bidang industri, arsitektur, maupun kelautan. Salah satu jenis logam tersebut adalah besi. Besi dapat dimanfaatkan karena sifatnya yang kuat, tahan panas, dan memiliki daya magnetik. Hal ini sesuai dengan QS. Al Hadid ayat 25 sebagai berikut.

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيَقُومَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ
وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنَافِعُ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَن يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ
إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ

Artinya: Sesungguhnya Kami telah mengutus rasul-rasul Kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka Al Kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. Dan Kami ciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)-Nya dan rasul-rasul-Nya padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha Kuat lagi Maha Perkasa.

Shihab (2003) menjelaskan bahwa besi mempunyai kekuatan yang dapat membahayakan dan dapat pula menguntungkan manusia. Bukti paling kuat tentang hal ini adalah bahwa lempengan besi, dengan berbagai macamnya, secara bertingkat-tingkat mempunyai keistimewaan dalam bertahan menghadapi panas, tarikan, kerusakan, dan juga lentur hingga dapat menampung daya magnet. Karenanya, besi adalah logam paling cocok untuk bahan senjata dan peralatan

perang, bahkan merupakan bahan baku berbagai macam industri berat dan ringan yang dapat menunjang kemajuan sebuah peradaban. Selain itu, besi juga mempunyai banyak kegunaan lain untuk makhluk hidup.

Penggunaan besi dalam berbagai bidang kehidupan menyisakan sejumlah masalah diantaranya adalah korosi. Menurut Dadang (2007), biaya yang dikeluarkan untuk menanggulangi masalah korosi dapat mencapai 70-80% dari biaya perawatan. Selain itu, kerugian yang dihasilkan oleh korosi di suatu negara dapat mencapai 3-5% dari nilai *gross domestic product*. Hal ini menunjukkan bahwa korosi merupakan masalah serius yang harus segera ditangani.

Salah satu cara untuk menangani permasalahan korosi pada besi adalah dengan melakukan penambahan inhibitor korosi. Sebagian besar inhibitor korosi yang efisien dapat berasal dari senyawa organik yang di dalam strukturnya mengandung atom oksigen, sulfur ataupun nitrogen (Umoren, dkk., 2011). Oleh karena itu, senyawa-senyawa yang berpotensi menjadi inhibitor korosi diantaranya adalah senyawa yang memiliki gugus nitril, fosfat, amina, ataupun imina.

Basa Schiff merupakan senyawa yang memiliki ciri khas adanya gugus imina di dalam strukturnya. Senyawa tersebut merupakan senyawa hasil reaksi kondensasi antara senyawa amina primer dengan senyawa karbonil. Adapun kegunaan yang dimiliki senyawa tersebut diantaranya adalah efisien sebagai inhibitor korosi. Nilai efisiensi basa Schiff sebagai inhibitor korosi dapat mencapai 92-95% (Qasim, 2011; Sing dan Quraishi, 2012; Verma dan Quraishi, 2014).

Sintesis basa Schiff dapat dilakukan dengan menggunakan metode konvensional maupun metode *green synthesis*. Metode konvensional umumnya dilakukan dengan cara merefluks amina primer dengan suatu aldehida atau keton

dalam pelarut organik dengan tambahan katalis berupa asam. Beberapa penelitian mengenai sintesis basa Schiff dengan menggunakan metode konvensional diantaranya adalah penelitian Sikarwar, dkk., (2016) yang mensintesis basa Schiff dari vanilin dan 2-aminofenol dalam larutan etanol dengan menggunakan metode refluks pada suhu 85 °C selama 3 jam. Hasil yang diperoleh berupa senyawa berwarna hitam dengan rendemen sebesar 39%. Begitupun Fugu, dkk., (2013) yang menghasilkan rendemen sebesar 32%. Adapun Qasim, dkk., (2011) mensintesis senyawa basa Schiff dari acrolein dan 2-aminofenol dalam pelarut etanol dengan katalis berupa asam asetat menggunakan metode refluks selama 3 jam dan menghasilkan rendemen sebesar 75%.

Penggunaan bahan kimia dalam pelarut dan katalis membuat prosedur kerja metode konvensional tidak ramah lingkungan dan dapat menimbulkan kerusakan. Hal tersebut, telah dengan jelas dilarang dalam al-Qur'an tepatnya pada QS al-A'raf ayat 74 sebagai berikut.

وَاذْكُرُوا إِذْ جَعَلَكُمْ خُلَفَاءَ مِنْ بَعْدِ عَادٍ وَبَوَّأَكُمْ فِي الْأَرْضِ تَتَّخِذُونَ مِنْ سُهُولِهَا قُصُورًا وَتَنْحِتُونَ الْجِبَالَ بُيُوتًا ۖ فَاذْكُرُوا ءَالَاءَ اللَّهِ وَلَا تَعْتُوا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ ۝

Artinya: “dan ingatlah olehmu di waktu Tuhan menjadikam kamu pengganti-pengganti (yang berkuasa) sesudah kaum 'Aad dan memberikan tempat bagimu di bumi. Kamu dirikan istana-istana di tanah-tanahnya yang datar dan kamu pahat gunung-gunungnya untuk dijadikan rumah; maka ingatlah nikmat-nikmat Allah dan janganlah kamu merajalela di muka bumi membuat kerusakan.”

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah SWT memerintahkan untuk mengingat nikmat-nikmat Allah yang telah diberikan dengan cara bersyukur. Selain itu, Allah juga melarang umat manusia berbuat kerusakan di muka bumi baik

kerusakan akidah seperti mempersekutukan Allah maupun kerusakan perilaku seperti mencemari lingkungan (Tafsir Kemenag, 2013).

Adanya potensi ketidakramahan lingkungan dalam metode konvensional menjadikan para peneliti mengembangkan metode lain yang lebih ramah lingkungan yakni metode *green synthesis*. Beberapa metode yang dikembangkan diantaranya adalah sintesis tanpa pelarut (*solvent free*) dan penggunaan katalis asam dari bahan-bahan alami seperti buah-buahan. Beberapa penelitian tentang sintesis basa Schiff dengan metode *green synthesis* diantaranya pernah dilakukan oleh Khasanuddin, (2017) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan katalis jus jeruk nipis. Dari penelitian tersebut, rendemen yang dihasilkan sebesar 90-94%. Selanjutnya, Yadav dan Mani (2013) mensintesis senyawa basa Schiff dari benzaldehida dan anilina dengan metode stirer selama 2-4 menit dengan menggunakan katalis asam yang berasal dari jus lemon. Hasil yang diperoleh adalah padatan berwarna kuning dengan rendemen sebesar 88,13%.

Penggunaan metode *green synthesis* dalam sintesis basa Schiff lebih memiliki keunggulan dibanding dengan metode konvensional. Keunggulan tersebut diantaranya adalah limbah yang dihasilkan dan waktu yang digunakan lebih sedikit serta rendemen yang dihasilkan lebih banyak. Rendemen metode *green synthesis* dapat mencapai 88-94%. Adapun metode konvensional hanya berkisar antara 69-77% (Shukla, dkk., 2017).

Berdasarkan penjelasan tersebut, maka akan dilakukan penelitian tentang sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminofenol menggunakan metode penggerusan dengan katalis asam dari jus jeruk nipis. Penggunaan metode penggerusan dikarenakan metode tersebut tidak membutuhkan waktu reaksi yang

lama (5-30 menit), lebih ramah lingkungan karena mengurangi penggunaan pelarut sehingga meminimalisir terbentuknya limbah (Susanti, dkk, 2014) (Himaja, dkk, 2011) dan lebih mudah dilakukan (Hasanah, 2017).

Adapun penggunaan katalis asam alami dari jus jeruk nipis dikarenakan mudah ditemui, tidak mahal, tidak beracun, aman dan ramah lingkungan (Alikhani dkk., 2018). Beberapa penelitian sintesis basa Schiff yang menggunakan katalis dari asam alami diantaranya adalah penelitian Hakimi, dkk., (2018) yang mensintesis basa Schiff dari vanilin dan anilin dengan katalis jus jeruk nipis menggunakan metode stirer selama 30 menit dalam suhu ruang. Rendemen terbaik yang dihasilkan adalah sebesar 68% dengan ciri fisik padatan berwarna kuning. Begitupun El Maila (2016) yang melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin. Metode yang dilakukan adalah metode penggerusan pada suhu ruang selama 10 menit dengan bantuan katalis asam alami dari jus jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*). Hasil yang diperoleh berupa senyawa basa Schiff dengan rendemen yang bervariasi mulai dari 81-90%.

Untuk mengidentifikasi senyawa basa Schiff hasil sintesis maka akan dilakukan karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM). Selain itu, juga akan dilakukan uji aktivitas basa Schiff hasil sintesis sebagai inhibitor korosi terhadap logam besi dalam medium asam.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakterisasi senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol hasil sintesis?
2. Berapa jumlah volume katalis asam alami dari jus jeruk nipis yang menunjukkan rendemen tertinggi?
3. Berapa nilai efektifitas inhibitor korosi senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol hasil sintesis?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui karakterisasi senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol hasil sintesis.
2. Untuk mengetahui jumlah volume katalis asam alami dari jus jeruk nipis yang menunjukkan rendemen tertinggi.
3. Untuk menentukan nilai efektifitas inhibitor korosi senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol hasil sintesis.

1.4 Batasan Masalah

1. Perbandingan mol vanilin dan *p*-aminofenol adalah 1:1.
2. Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminofenol dilakukan dengan metode penggerusan (*grinding*) dan dalam kondisi tanpa pelarut (*solvent free*).
3. Penggerusan dilakukan selama 10 menit pada suhu ruang.
4. Katalis asam yang digunakan berasal dari air perasan jeruk nipis yang dijual bebas di pasaran.

5. Variasi volume katalis asam dari air perasan jeruk nipis sebesar 0,25; 0,50; 0,75; dan 1 mL.
6. Monitoring hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).
7. Karakterisasi senyawa hasil sintesis berupa warna, wujud, titik leleh, kelarutan serta identifikasi menggunakan FTIR dan KG-SM.
8. Uji inhibitor korosi dilakukan dalam medium asam.
9. Larutan induk inhibitor korosi dibuat dengan variasi konsentrasi 1000, 2000, 3000, dan 4000 ppm.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat menambah pengetahuan mengenai sintesis senyawa basa Schiff dengan metode *green synthesis* dari vanilin dan *p*-aminofenol menggunakan katalis asam dari jus jeruk nipis. Selain itu, diharapkan pula dapat memberikan informasi mengenai karakteristik senyawa basa Schiff dan pemanfaatannya sebagai inhibitor korosi.

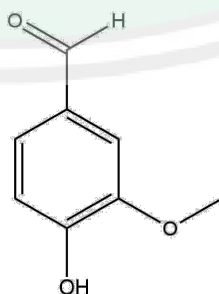
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Vanilin

Vanilin merupakan komponen utama senyawa aromatis volatil yang terdapat dalam polong buah vanilla (Baskara, 2010). Kandungan senyawa vanilin sekitar 1,5-3 gram/100 gram buah vanilla (Handayani, 2011). Menurut O'Neil (2013), vanilin memiliki sifat fisik berupa padatan berbentuk kristal bubuk, berwarna putih, bersifat non higroskopis dengan berat molekul sebesar 152,14 gr/mol. Titik didihnya sebesar 285 °C dan titik leleh sebesar 81-83 °C. Senyawa vanilin memiliki kelarutan di dalam air sebesar 10 g/L dalam suhu ruang. Selain itu, senyawa ini sangat larut dalam kloroform, eter dan air panas. Densitas dari vanilin adalah 1,056 gr/cm³ dan dalam bentuk larutan memiliki pH asam.

Nama IUPAC (*the International Union of Pure and Applied Chemistry*) dari vanilin adalah 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida. Senyawa ini memiliki rumus molekul C₈H₈O₃ dengan gugus fungsi metoksi (–OCH₃) pada posisi orto dan gugus aldehida (–COH) pada posisi para (Azizah, 2015). Adapun struktur dari vanilin terdapat dalam Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur vanilin

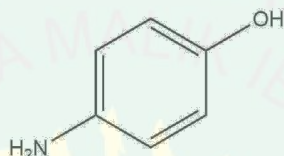
Vanilin memiliki gugus hidrofobik dan gugus hidrofilik. Gugus hidrofobik terletak pada cincin aromatis sedangkan gugus-gugus hidrofilik terletak pada gugus hidroksil (-OH), metoksi (-OCH₃) dan aldehida (-CHO). Ketiga gugus tersebut disebut sebagai gugus hidrofilik karena dapat membentuk ikatan hidrogen intramolekul dengan air. Dari ketiga gugus tersebut, gugus aldehida adalah gugus yang paling reaktif. Hal tersebut dikarenakan gugus aldehida mengandung karbonil (C=O). Atom oksigen di dalam karbonil lebih bersifat elektronegatif dibandingkan dengan atom karbon. Akibatnya, elektron-elektron akan dengan mudah tertarik ke atom oksigen membentuk muatan parsial negatif (O^{δ-}) dan menjadikan atom karbon bermuatan parsial positif (C^{δ+}). Hal inilah yang mengakibatkan gugus aldehida reaktif karena mudah diserang oleh suatu nukleofil (Kumar dkk., 2012). Berdasarkan hal tersebut, maka gugus aldehida pada vanilin dapat bereaksi dengan suatu nukleofil seperti amina primer membentuk suatu ikatan C=N. Reaksi semacam ini terjadi dalam pembentukan senyawa basa Schiff (Areyeifar dkk., 2018).

2.2 *p*-Aminofenol

Senyawa *p*-aminofenol merupakan senyawa fenol turunan benzena yang memiliki rumus molekul C₆H₇NO atau C₆H₄(OH)(NH₂). Menurut Lewis (2007), senyawa *p*-aminofenol dapat disintesis dengan cara mereduksi *p*-nitrofenol dengan besi dalam asam klorida atau hidrogenasi katalitik. Nama lain dari senyawa ini diantaranya adalah 4-aminofenol, o-hidroksianilin, 4-hidroksianilin, dan 4-aminobenzenol. Senyawa ini memiliki sifat fisik berupa padatan kristal, berwarna putih kekuningan dengan berat molekul sebesar 109,13 gr/mol. Adapun titik leleh

yang dimiliki senyawa ini adalah sebesar 187,5 °C dan titik didihnya sebesar 284 °C. Senyawa ini sedikit larut dalam toluena, dietil eter dan air dingin namun mudah larut dalam etanol (Mitchel, 2003).

Senyawa *p*-aminofenol memiliki substituen berupa gugus hidroksi (–OH) dan gugus amina primer (–NH₂). Gugus amina primer dalam senyawa tersebut menempati posisi para. Adapun struktur dari senyawa *p*-aminofenol dapat dilihat pada Gambar 2.2.

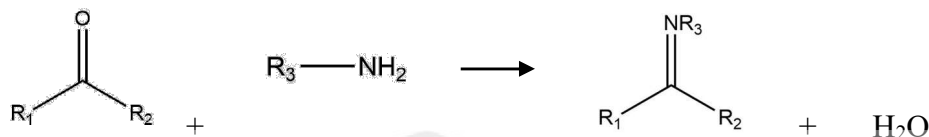


Gambar 2.2 Struktur *p*-aminofenol

2.3 Basa Schiff

Basa Schiff merupakan senyawa yang memiliki karakteristik mengandung gugus azomethine atau imina (–HC=N–). Senyawa ini pertama kali ditemukan pada tahun 1864 oleh seorang kimiawan Jerman pemenang hadiah nobel yakni Hugo Schiff (Ay, 2016). Rumus umum senyawa ini adalah $RHC=N-R_1$ dimana R dan R₁ adalah gugus alkil, aril, siklo alkil atau heterosiklik yang dapat digantikan secara bervariasi (Ashraf, 2011). Senyawa basa Schiff dari suatu aldehida alifatik relatif tidak stabil dan mudah terpolimerisasi sementara aldehida aromatik relatif lebih stabil karena memiliki sistem konjugasi (Ay, 2016). Menurut Adawiyah (2017), senyawa basa Schiff yang stabil akan menggeser kesetimbangan reaksi ke arah produk sehingga akan menghasilkan % rendemen yang tinggi. Untuk memperoleh senyawa basa Schiff dapat dilakukan melalui reaksi kondensasi antara senyawa

karbonil seperti aldehid atau keton dengan amina primer. Adapun reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 2.3 (Ay, 2016).

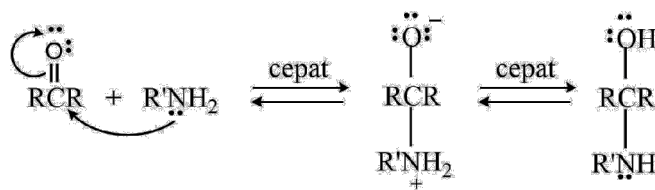


Keterangan: R₁, R₂, dan R₃ = alkil, aril, siklo alkil atau heterosiklik

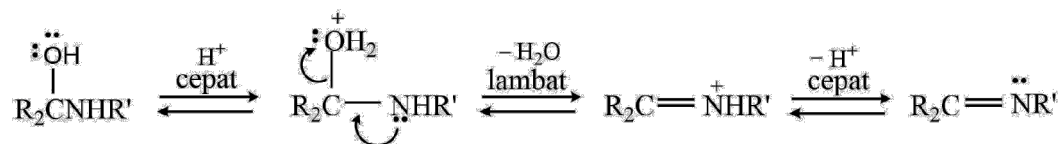
Gambar 2.3 Reaksi kondensasi senyawa karbonil dengan amina primer

Fessenden dan Fessenden (1982) menjelaskan bahwa mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff terjadi melalui dua tahap. Tahap pertama diawali dengan adisi amina primer terhadap karbon dalam gugus karbonil. Karbon yang memiliki muatan parsial positif akan diserang oleh amina primer yang bertindak sebagai nukleofilik. Hal tersebut akan mengakibatkan lepasnya proton dari nitrogen dan diperolehnya proton oleh oksigen. Mekanisme reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 2.4.

Tahap kedua adalah protonasi gugus hidroksi (-OH) yang akan membuat gugus tersebut menjadi air (H₂O). Selanjutnya, air tersebut akan dilepaskan dalam suatu reaksi eliminasi. Karena proses yang terjadi adalah protonasi maka laju yang terjadi pada tahap kedua akan meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi asam. Adapun mekanisme reaksi yang terjadi tertera dalam Gambar 2.5.



Gambar 2.4 Mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff tahap 1



Gambar 2.5 Mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff tahap 2

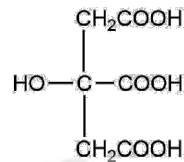
2.4 Jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*)

Jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*) merupakan salah satu jenis jeruk yang memiliki variasi penggunaan yang lebih banyak dibandingkan dengan jenis jeruk lain. Hal ini menjadikan buah ini disebut sebagai buah serbaguna. Jeruk nipis mempunyai aroma yang kuat serta cita rasa yang khas. Jeruk nipis memiliki sifat-sifat kimia yang berbeda dengan jenis buah jeruk yang lain, seperti kadar gula, pH yang sangat rendah dan rasa masam buah jeruk sangat tinggi (Ermawati, 2008). Klasifikasi dan taksonomi tanaman jeruk nipis adalah sebagai berikut (Oikeh dkk., 2016).

Kingdom	: Plantae
Divisi	: Spermatophyta
Subdivisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledonae
Ordo	: Rutales
Famili	: Rutaceae
Genus	: <i>Citrus</i>
Spesies	: <i>Citrus aurantifolia</i>

Kandungan yang terdapat dalam jeruk nipis diantaranya adalah asam sitrat sebanyak 7-7,6 %, damar lemak, mineral, vitamin B1, dan minyak atsiri. Selain itu, jeruk nipis juga mengandung vitamin C sebanyak 27 mg/100 g jeruk nipis, Ca sebanyak 40 mg/100 g jeruk nipis dan fosfat sebanyak 22 mg (Hariana dalam Ermawati, 2008). Kandungan asam dalam jeruk nipis memiliki nilai pH = 2 (Exteberria dkk., 2003). Jumlah total komponen asam dari jeruk nipis bervariasi

dari 5-7%, dan komponen utama asam organik dari jeruk nipis adalah asam sitrat (Shrestha dkk., 2012). Struktur asam sitrat dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Struktur asam sitrat

Keasaman asam sitrat disebabkan oleh adanya tiga gugus karboksil (COOH), dimana dalam bentuk larutan masing-masing gugus akan melepaskan ion protonnya. Jika ini terjadi maka akan terbentuk ion sitrat. Sitrat membuat penyangga yang sangat baik untuk mengendalikan pH (Bunta dkk., 2013). Nilai pKa 1,2, dan 3 dari asam sitrat berturut-turut adalah 3,13; 4,76; dan 6,4 (Priadi dkk., 2013).

2.5 Metode Sintesis Basa Schiff

Metode *green synthesis* banyak dikembangkan oleh para peneliti karena dianggap sebagai metode sintesis yang lebih ramah lingkungan (Himaja, 2011). Hal lain yang mendasari banyak digunakannya metode tersebut adalah rendemen yang diperoleh lebih banyak dibandingkan dengan metode konvensional. Shukla, dkk., (2017) berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari 4-fluoro-2-metil anilin dengan beberapa aldehid. Sintesis dilakukan dengan menggunakan metode *green synthesis* dan metode konvensional. Metode *green synthesis* dilakukan dengan *microwave* selama 2-3 menit, sedangkan metode konvensional dilakukan dengan merefluks reaktan dalam pelarut etanol selama 1-2 jam. Dari kedua metode tersebut, diketahui

bahwa rendemen yang dihasilkan oleh metode *green synthesis* berkisar 88-94%. Adapun untuk metode konvensional hanya berkisar 69-77%.

Terdapat dua belas prinsip dasar *green chemistry* yang dapat diaplikasikan dalam metode *green synthesis*. Beberapa diantaranya adalah, hemat energi, reaksi tanpa pelarut, tidak toksik, penggunaan baha-bahan alami dan ramah lingkungan (Himaja dkk., 2011). Dari hal tersebut, maka bentuk pengaplikasian *green synthesis* dapat dilakukan dengan menggunakan metode penggerusan tanpa pelarut dan penggunaan katalis asam alami.

2.5.1 Metode Penggerusan

Metode penggerusan merupakan salah satu metode yang dikembangkan dalam *green synthesis*. Metode ini pertama kali dikenalkan pada tahun 1987 oleh Toda dkk. Beberapa reaksi yang dapat dilakukan dengan menggunakan metode penggerusan adalah kondensasi Aldol, kondensasi Knoevenagel, reaksi Biginelli, reaksi Cannizzaro, dan sintesis basa Schiff (Madavhi dan Kavya, 2017).

Metode penggerusan memiliki beberapa macam keunggulan diantaranya aman, cepat, murah, tidak toksik, ramah lingkungan karena dilakukan tanpa pelarut organik, dan sederhana (Himaja dkk., 2011). Di dalam metode penggerusan, proses reaksi padatan terjadi dengan cara difusi molekul reaktan pada sisi reaktifnya. Reaksi fase padatan lebih menguntungkan pada senyawa-senyawa dengan struktur stereokimia tertentu. Hal ini disebabkan pada fase padatan, molekul-molekul bersifat tidak fleksibel sehingga konformasi molekul menjadi terbatas. Akibatnya produk sintesis mempunyai struktur dengan stereokimia yang seragam (Khan, 2008).

Beberapa penelitian mengenai sintesis basa Schiff dengan metode penggerusan diantaranya adalah penelitian Adawiyah (2017) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin dengan variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit. Hasil yang diperoleh berupa padatan berwarna coklat muda dengan rendemen berturut-turut sebesar 93,93%, 93,71%, dan 94,86%. Selain itu, Hasanah dkk., (2017) juga mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilini dan *p*-toluidin dengan variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit. Rendemen hasil sintesis yang diperoleh berturut-turut sebesar 95,14%, 95,56%, dan 96,08% dengan ciri fisik berupa padatan berwarna kuning pucat.

2.5.2 Katalis Asam Alami

Sebagai salah satu bentuk penerapan *green synthesis*, katalis asam dari bahan kimia yang berbahaya dapat digantikan dengan alternatif lain yang lebih ramah lingkungan yakni katalis asam alami dari buah-buahan. Diantara buah-buahan yang berpotensi menjadi katalis asam alami adalah buah lemon dan jeruk nipis. Pal (2013) menjelaskan bahwa buah lemon dan jeruk nipis dapat digunakan sebagai katalis asam dalam sintesis dihidropirimidinon, triazol, dan basa Schiff.

Reaksi yang terjadi dalam sintesis senyawa basa Schiff merupakan suatu reaksi yang tergantung pada pH. Apabila kondisi reaksi terlalu asam, maka konsentrasi amina bebas menjadi kecil sekali (sehingga bisa diabaikan). Jika hal ini terjadi, tahap adisi yang biasanya cepat akan menjadi lambat. Namun, di sisi lain laju eliminasi gugus OH yang terprotonkan sebagai air pada tahap akhir reaksi akan meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi asam. Oleh karena itu, dalam

sintesis senyawa basa Schiff terdapat pH optimum reaksi yaitu sekitar pH 3-4. (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Beberapa penelitian mengenai sintesis senyawa basa Schiff menggunakan katalis jus jeruk nipis adalah penelitian Khasanuddin (2017) yang melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin. Metode yang dilakukan adalah metode penggerusan pada suhu ruang selama 10 menit. Hasil yang diperoleh berupa senyawa basa Schiff berbentuk padatan, berwarna kuning dengan rendemen yang bervariasi mulai dari 90-94%.

Selain itu, Huda (2019) juga mensintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin dengan metode penggerusan pada suhu ruang. Rendemen yang dihasilkan sebesar 75% dengan ciri fisik padatan berwarna kuning dengan titik leleh sebesar 240-242 °C.

2.6 Identifikasi Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) merupakan suatu metode pemisahan komponen-komponen dalam suatu sampel yang berdasar pada prinsip adsorpsi. Komponen-komponen tersebut terdistribusi dalam fasa gerak dan fasa diam berdasarkan kepolaran. Fasa diam berupa padatan seperti silika gel, alumina, kieselghur, atau selulosa yang dilapiskan pada suatu lempeng kaca atau aluminium. Fase gerak atau larutan pengembang biasanya berupa pelarut organik atau bisa juga campuran pelarut organik-anorganik (Rubiyanto, 2017).

Penggunaan KLT dalam sintesis basa Schiff digunakan untuk mengetahui kemungkinan terbentuknya senyawa baru berdasarkan noda dan perbedaan nilai R_f yang dihasilkan. Identifikasi dengan KLT dilakukan dengan cara membandingkan

nilai Rf senyawa hasil sintesis dengan Rf reaktan. Spot yang mempunyai nilai Rf yang berbeda dengan nilai Rf reaktan diasumsikan bahwa produk sintesis telah terbentuk. Nilai Rf adalah perbandingan antara jarak yang ditempuh oleh komponen atau senyawa dengan jarak yang ditempuh oleh pelarut (Gandjar dan Rohman, 2007). Untuk menghitung nilai Rf dapat dilakukan dengan menggunakan Persamaan 2.1.

$$Rf = \frac{\text{Jarak yang ditempuh senyawa}}{\text{Jarak yang ditempuh pelarut}} \dots\dots\dots(2.1)$$

Kuswandi dkk., (2016) telah mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminofenol. Dalam penelitian tersebut, identifikasi dengan KLT menggunakan fasa gerak berupa campuran metanol : kloroform (1 : 9 v/v) dengan fasa diam berupa silica gel F₂₅₄. Nilai Rf yang didapat untuk senyawa vanilin dan *p*-aminofenol adalah 0,72 dan 0,31. Adapun senyawa hasil sintesis memiliki nilai Rf sebesar 0,41.

2.7 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis

2.7.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer FTIR merupakan suatu instrumen spektroskopi yang digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dari suatu senyawa dengan memanfaatkan serapan radiasi inframerah. Dengan adanya serapan tersebut, akan mengakibatkan perubahan energi vibrasi dan perubahan tingkat energi rotasi dari suatu senyawa (Jatmiko dkk., 2008). Setiap senyawa memiliki pola serapan yang berbeda-beda, sehingga senyawa-senyawa dapat dibedakan dan diidentifikasi berdasarkan gugus fungsi yang ada (Sankari, 2010).

Ciri khas senyawa basa Schiff adalah adanya gugus azomethine atau imina (C=N-). Menurut Ummathur (2009), gugus tersebut berada pada rentang frekuensi $1550\text{--}1660\text{ cm}^{-1}$ dengan ciri memiliki pita serapan dengan intensitas yang kuat. Hal tersebut dibuktikan dengan penelitian Sikarwar dkk. (2016) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminofenol. Pita serapan yang diperoleh berada pada bilangan gelombang $1568, 3260\text{--}3407, 1487, \text{ dan } 1280\text{--}1289\text{ cm}^{-1}$ yang berturut-turut menunjukkan adanya gugus -C=N- , -OH , -C-N- , dan -C-O- . Selain itu, Fugu dkk. (2013) juga mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan 2-aminofenol. Pita serapan yang diperoleh diantaranya $1569, 3261\text{--}3406, 1486, \text{ dan } 1286\text{--}1291\text{ cm}^{-1}$ yang berturut-turut menunjukkan adanya gugus -C=N- , -OH , -C-N- , dan -C-O- .

Salah satu karakteristik hasil sintesis basa Schiff adalah spektra senyawa produk tidak memperlihatkan adanya serapan khas vibrasi ulur gugus C=O aldehida dan serapan khas vibrasi ulur N-H . Adapun pita serapan gugus C=O aldehida dari vanilin adalah pada bilangan gelombang sekitar 1700 cm^{-1} . Adapun pita serapan N-H dari *p*-aminofenol adalah pada bilangan gelombang sekitar $3300\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$.

2.7.3 Karakterisasi Menggunakan KG-SM

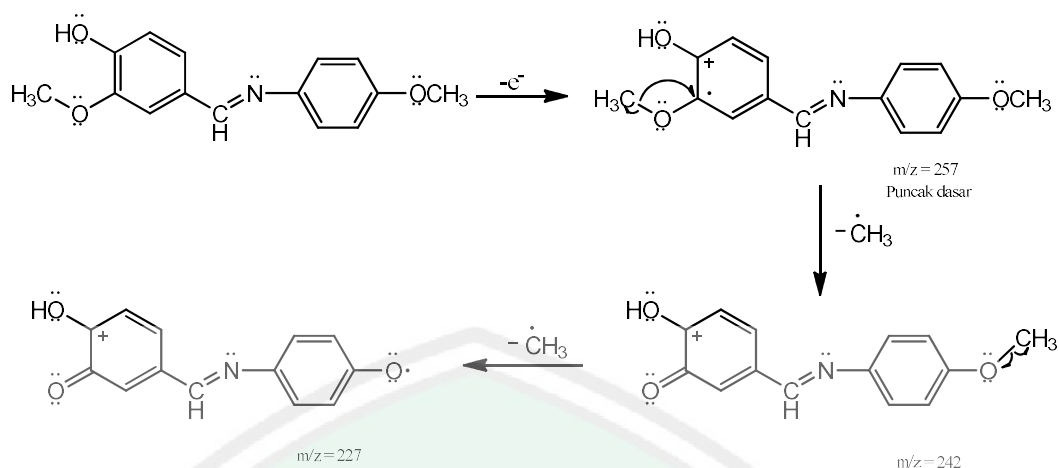
Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM) merupakan suatu instrumen gabungan dari Kromatografi Gas dan Spektrometri Massa (KG-SM). Kromatografi gas merupakan salah satu jenis kromatografi yang digunakan untuk pemisahan dan analisis. Pemisahan senyawa didasarkan pada perbandingan distribusinya terhadap fasa diam dan fasa gerak. Pengukuran kadar suatu senyawa dalam sampel juga

dapat dilakukan melalui kromatografi gas dengan cara membandingkan luas senyawa dengan jumlah luas senyawa sampel seperti dalam Persamaan 2.2

$$\text{Persen (\%) komponen} = \frac{\text{Luas senyawa}}{\text{Jumlah luas senyawa sampel}} \times 100 \% \dots\dots\dots(2.2)$$

Spektrometri massa merupakan suatu instrumen yang digunakan untuk mengetahui massa molekular dan struktur dari senyawa berdasarkan pola fragmentasinya. Senyawa yang dianalisis dengan spektrometri massa akan ditembak dengan elektron berenergi tinggi yang membuat molekul menjadi terionkan. Masing-masing jenis ion memiliki rasio khusus dari massa ke muatan (m/z atau m/e) (Garima dan Jyoti, 2013).

Penelitian sintesis basa Schiff yang menggunakan karakterisasi dengan KG-SM diantaranya adalah penelitian Khasanuddin (2017). Berdasarkan hasil yang diperoleh diketahui bahwa kromatogram hasil pemisahan menunjukkan adanya 2 puncak dengan waktu retensi puncak pertama 2,178 menit dan puncak kedua 23,641 menit. Berdasarkan hasil analisa, puncak pertama diduga menunjukkan senyawa kloroform yang merupakan pelarut senyawa basa Schiff yang dianalisis. Adapun spektrum massa puncak kedua menunjukkan ion molekular dan *base peak* pada nilai m/z 257. Berdasarkan hasil analisa, puncak ini diduga menunjukkan senyawa produk hasil sintesis yakni 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol karena massa molekul senyawa produk sebesar 275 gr/mol. Adapun pola fragmentasinya tersaji pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Pola fragmentasi 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

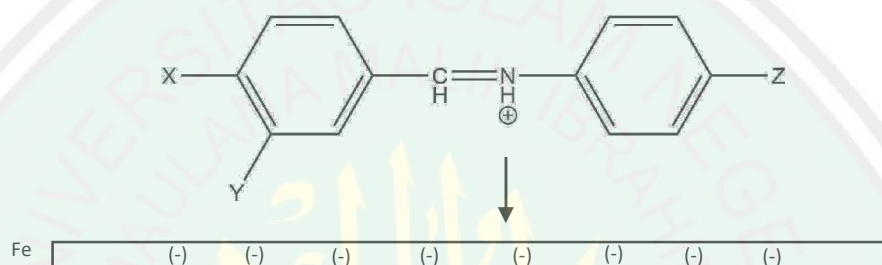
2.8 Inhibitor Korosi

Inhibitor korosi merupakan suatu zat kimia yang apabila ditambahkan ke dalam suatu lingkungan, dapat menurunkan laju korosi yang terjadi pada lingkungan tersebut terhadap suatu logam didalamnya. Pada prakteknya, jumlah yang ditambahkan sedikit, baik secara kontinu maupun periodik menurut suatu selang waktu tertentu (Yanuar, 2016).

Salah satu inhibitor yang banyak digunakan adalah inhibitor organik. Inhibitor organik dicirikan dengan terdapatnya atom oksigen, sulfur, ataupun nitrogen di dalam strukturnya. Efisiensi inhibitor organik berhubungan dengan adanya atom-atom tersebut, senyawa heterosiklik, dan adanya elektron π (Dariva, 2014).

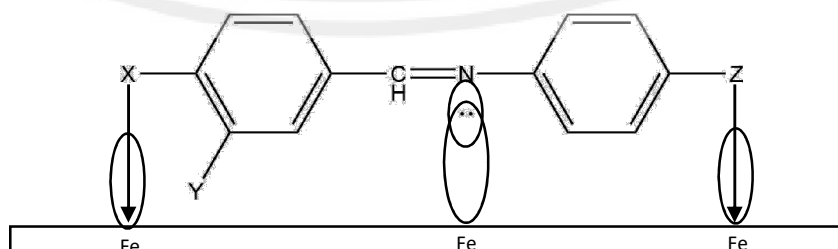
Menurut Singh dan Quraishi (2012), senyawa basa Schiff dapat digunakan sebagai inhibitor korosi. Senyawa ini memiliki karakter dapat terprotonasi dalam larutan asam kuat seperti HCl. Singh dan Quraishi (2012) menjelaskan bahwa permukaan dari suatu logam lunak mengandung muatan positif. Di dalam larutan HCl, maka Cl^- akan diadsorpsi terlebih dahulu ke permukaan logam menjadikan

permukaan logam bermuatan negatif. Setelah itu, molekul inhibitor mengadsorpsi melalui interaksi elektrostatik antara permukaan logam yang bermuatan negatif dan molekul basa Schiff yang bermuatan positif. Dalam tahap ini, reaksi oksidasi dapat dicegah. Senyawa basa Schiff yang terprotonasi dan teradsorpsi dalam sisi katodik logam akan bersaing dengan ion hidrogen. Akibatnya, laju reaksi penyerangan hidrogen terhadap permukaan logam dapat dikurangi. Hal tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.8.

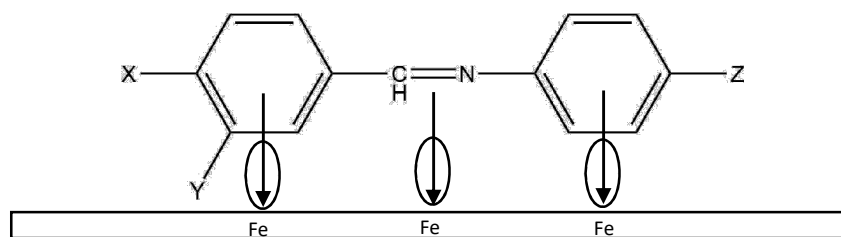


Gambar 2.8 Interaksi elektrostatik basa Schiff dengan permukaan logam

Selain dengan mekanisme di atas, terdapat dua mekanisme interaksi lain. Mekanisme tersebut adalah mekanisme interaksi yang melibatkan pasangan elektron bebas dari atom nitrogen terhadap permukaan logam. Adapun mekanisme selanjutnya adalah mekanisme interaksi elektron phi dari cincin aromatik dan gugus $-HC=N-$ dengan permukaan logam. Adapun dua mekanisme ini tersaji dalam Gambar 2.9 (Chitra, dkk., 2010).



(a)



Gambar 2.9 (a) Interaksi pasangan elektron bebas dari atom nitrogen terhadap permukaan logam

(b) Interaksi elektron phi dari cincin aromatik dan gugus -HC=N- dengan permukaan logam

2.9 Metode Gravimetri

Metode gravimetri atau *weight loss method* merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk menentukan nilai efisiensi suatu inhibitor korosi. Metode ini didasarkan pada penimbangan perubahan massa logam yang telah diberikan inhibitor korosi dan tidak diberikan inhibitor korosi dalam suatu larutan induk dengan jangka waktu tertentu (Chitra, dkk., 2010). Adapun persamaan yang digunakan dalam metode ini tertera dalam Persamaan 2.3.

$$\% EI = \frac{W_o - W_f}{W_o} \times 100\% \dots\dots\dots 2.3$$

Keterangan:

EI = Efisiensi Inhibitor

W_o = Kehilangan berat pada larutan induk media korosi (tanpa menggunakan inhibitor)

W_f = Kehilangan berat pada larutan induk inhibitor (menggunakan inhibitor)

2.10 Green Synthesis Basa Schiff dan Pemanfaatannya dalam Perspektif Islam

Allah SWT sebagai tuhan pencipta segala sumber daya alam telah menugaskan kepada manusia untuk menjadi khalifah. Ditinjau dari aspek etimologis, khalifah berarti pihak yang tepat yang dapat menggantikan posisi pihak yang memberi kepercayaan. Adapun secara terminologis, khalifah berarti pihak

yang diberi tanggung jawab oleh pemberi amanat dalam hal ini Allah SWT (Ailauwandi, 2012). Adanya amanat yang telah diberikan Allah SWT mewajibkan manusia untuk menjaga segala sesuatu yang telah dianugerahkan dan diciptakan Allah di alam semesta ini. Selain itu, manusia juga diwajibkan untuk mengelola, melestarikan, dan tidak merusaknya. Firman Allah SWT yang memperingatkan kepada umat manusia agar tidak merusak apa yang diciptakan Allah di bumi terdapat dalam QS al A`raf ayat 56 sebagai berikut.

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ

Artinya: “Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di muka bumi, sesudah Allah memperbaikinya dan berdo`alah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”

Shihab (2003) menjelaskan makna dari kalimat tidak berbuat kerusakan adalah tidak menyekutukan Allah dan tidak melakukan perbuatan-perbuatan maksiat. Salah satu hal yang berpotensi termasuk ke dalam perbuatan maksiat adalah merusak lingkungan. Dalam sintesis basa Schiff, metode yang paling berpeluang untuk merusak lingkungan adalah metode konvensional. Hal tersebut dikarenakan metode konvensional memiliki banyak kekurangan, seperti reagen yang digunakan sangat beracun, penggunaan asam dan basa kuat, membutuhkan banyak waktu selama proses sintesis, dan permasalahan dalam proses pembuangan limbah (Tiwari, 2011). Adanya peluang tersebut, menuntut digunakannya metode lain yang lebih ramah lingkungan. Dalam hal ini, metode tersebut disebut dengan *green synthesis*.

Senyawa baru yang berhasil disintesis pasti memiliki manfaat. Baik senyawa organik, anorganik, maupun biokimia. Senyawa-senyawa tersebut dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti industri, kesehatan, pertanian, dan lain sebagainya. Pemanfaatan senyawa-senyawa yang berhasil disintesis tersebut sesuai dengan QS Sad ayat 27 sebagai berikut.

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ذَلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka”

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah SWT, dalam menciptakan segala sesuatu yang ada di alam semesta ini tidak ada yang sia-sia. Semuanya pasti memiliki kegunaan. Termasuk senyawa organik yang berhasil disintesis oleh para peneliti. Pemanfaatan senyawa-senyawa hasil sintesis dapat dilakukan karena adanya petunjuk dari Allah SWT. Petunjuk-petunjuk tersebut dapat diperoleh dari pengalaman-pengalaman maupun studi-studi yang dilakukan oleh para peneliti. Adanya bukti bahwa Allah SWT memberikan petunjuk pada segala sesuatu yang diciptakannya termuat dalam QS Taha ayat 50 sebagai berikut.

قَالَ رَبُّنَا الَّذِي أَعْطَى كُلَّ شَيْءٍ خَلْقَهُ ثُمَّ هَدَى

Artinya: “Musa berkata: ‘Tuhan kami ialah (Tuhan) yang telah memberikan kepada tiap-tiap sesuatu bentuk kejadiannya, kemudian memberinya petunjuk’”

Berdasarkan ayat tersebut, diketahui bahwa Allah SWT telah memberikan petunjuk terhadap segala sesuatu yang diciptakannya. Petunjuk tersebut dapat berupa fungsi, yang artinya setiap benda ataupun makhluk memiliki fungsi atau kegunaannya masing-masing. Termasuk diantaranya adalah senyawa organik yang disintesis dalam penelitian ini yang salah satunya berfungsi sebagai inhibitor korosi.



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari-Juli 2019. Adapun penelitian bertempat di Laboratorium Kimia Organik dan Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang dipergunakan dalam penelitian diantaranya adalah seperangkat alat gelas, mortar, alu, botol semprot, bola hisap, spatula, kertas saring, neraca analitik, *melting point apparatus* STUART tipe SMPP11, plat KLT GF₂₅₄, lampu UV 254 nm, spektrofotometer FT-IR Varian tipe FT 1000, dan spektrometer KG-SM Varian CP 3800/Saturn 2200.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian diantaranya vanilin (Merck), *p*-aminofenol (Merck), jeruk nipis komersial, kloroform, NaOH 0,5 M, HCl, aseton, etanol, dan aquades.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi katalis asam alami dari jeruk nipis.

2. Sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminofenol dengan variasi katalis asam jeruk nipis.
3. Monitoring produk hasil sintesis dengan menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).
4. Karakterisasi senyawa basa Schiff hasil sintesis meliputi uji titik leleh, uji kelarutan, dan penggunaan spektrofotometer FTIR, serta KG-SM.
5. Uji aktivitas produk sintesis sebagai inhibitor korosi.
6. Analisa data

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Katalis Asam Alami dari Jeruk Nipis

Jeruk nipis komersil dicuci dan dipotong menjadi beberapa bagian lalu diperas secara manual. Kemudian, air perasan jeruk nipis disaring menggunakan kain saring dan dilanjutkan dengan kertas saring untuk menghilangkan material padat serta untuk memperoleh jus yang bersih (Alikhani, 2018). Setelah itu, dipipet 2 mL dan ditambahkan aquades sampai pH 3.

3.4.2 Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminofenol

Sebanyak 10 mmol (1,5216 gr) senyawa vanilin dimasukkan ke dalam mortar. Selanjutnya ditambahkan 10 mmol (1,0914 gr) *p*-aminofenol dan katalis asam dari jeruk nipis dengan variasi volume 0,25 ; 0,5 ; 0,75 dan 1 mL. Selanjutnya, campuran digerus selama 10 menit pada suhu ruang. Setelah itu, campuran dicuci dengan aquades sampai pH filtrat hasil cucian konstan. Kemudian, campuran diletakkan di atas kertas saring yang telah ditimbang dan dikeringkan dalam desikator sampai didapatkan berat konstan (Khasanuddin, 2017).

3.4.3 Monitoring Produk Hasil Sintesis Menggunakan KLT

Eluen disiapkan dengan mencampur 4,5 mL kloroform dengan 0,5 mL metanol dalam bejana pengembang. Lalu, bejana pengembang yang berisi eluen dijenuhkan selama 1 jam. Plat KLT silika GF₂₅₄ disiapkan dengan ukuran 7 x 10 cm. Kemudian, diberi garis batas 1 cm dari sisi atas dan bawah plat. Aktivasi plat KLT silika GF₂₅₄ dilakukan dengan pengovenan pada suhu 105 °C selama 30 menit. Selanjutnya, senyawa hasil sintesis dan senyawa reaktan masing-masing dilarutkan dalam kloroform dan ditotolkan pada plat KLT dengan jarak 1 cm dari tepi bawah plat menggunakan pipa kapiler. Penotolan dilakukan sebanyak 1 kali totolan. Setelah itu, totolan dibiarkan mengering dan plat KLT dimasukkan ke dalam bejana pengembang yang berisikan eluen yang telah dijenuhkan. Elusi dilakukan sampai eluen mencapai batas akhir pada plat KLT. Selanjutnya, plat KLT diangkat dan dikeringkan lalu disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 254 nm. Spot yang terbentuk dari masing-masing totolan dari variasi volume ditandai dan dibandingkan dengan hasil KLT reaktan (*starting material*) (Khasanuddin, 2017).

3.4.4 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis

3.4.4.1 Uji Titik Leleh

Titik leleh senyawa diukur dengan menggunakan *melting point apparatus*. Adapun cara yang dilakukan yaitu padatan dimasukkan dalam pipa kapiler, lalu dimasukkan dalam blok kecil di atas blok termometer pada alat. Kemudian, suhu diatur 20 °C/menit sampai mendekati titik leleh senyawa. Setelah itu, suhu diatur menjadi 1 °C/menit sampai senyawa meleleh sempurna. Penentuan titik leleh dibuat dengan *range* dimana titik bawah terukur sejak sampel pertama kali meleleh dan titik atas terukur ketika sampel meleleh sempurna. Dilakukan duplo pada masing-masing produk.

3.4.4.2 Uji Kelarutan

Senyawa hasil sintesis diuji kelarutannya dalam aquades, kloroform, aseton, etanol, dan larutan NaOH 0,5 M. Cara yang dilakukan yaitu senyawa hasil sintesis ditimbang sebanyak 30 mg lalu dimasukkan dalam tabung reaksi. Setelah itu, ditambahkan aquades sebanyak 2 mL dan diamati kelarutannya. Uji kelarutan dalam kloroform, aseton, etanol, dan larutan NaOH 0,5 M dilakukan dengan prosedur yang sama seperti aquades.

3.4.4.3 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer yang digunakan untuk identifikasi adalah spektrofotometer FTIR Varian tipe FT 1000. Mula-mula dicampurkan senyawa hasil sintesis dengan KBr lalu digerus dalam mortar agate. Selanjutnya, dipress dengan alat press hingga membentuk pelet. Pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dianalisis spektrum IR senyawa hasil sintesis pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

3.4.4.4 Identifikasi Menggunakan KG-SM

Identifikasi produk hasil pembentukan basa Schiff dilakukan menggunakan instrumen spektrometer KG-SM Varian CP 3800/Saturn 2200. Pertama, dibuat larutan senyawa hasil sintesis dengan konsentrasi ± 50.000 ppm dalam pelarut aseton. Kemudian senyawa hasil sintesis yang telah dilarutkan dengan kloroform diinjeksikan dengan menggunakan *syringe* kedalam tempat KG-SM dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: AGILENT J&W VF-5MS (kolom kapiler)
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: QP2010
Oven	: terprogram 100 °C (5 menit)→ 330 °C (53 menit)
Temperatur injektor	: 350 °C
Waktu mulai	: 0 menit
Waktu akhir	: 30 menit
Tekanan gas	: 20,8 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,49 mL/menit (konstan)
Start m/z	: 33 m/z
End m/z	: 250 m/z

3.5 Uji Aktivitas Inhibitor Korosi

3.5.1 Persiapan Sampel

Sampel yang berasal dari besi dipotong dengan ukuran dengan panjang 2 x 1 cm. Setelah itu, permukaannya diampelas menggunakan ampelas besi. Permukaan yang telah diampelas, dicuci dengan aseton dan dikeringkan. Lalu, ditimbang beratnya.

3.5.2 Pembuatan Larutan Induk Media Korosi

Larutan induk media korosi yang digunakan adalah larutan HCl 0,1 M. Larutan tersebut dibuat dengan cara mengencerkan 8,3 mL HCl 37 % dalam labu takar 1000 mL dengan aquades.

3.5.3 Pembuatan Larutan Induk Inhibitor

Larutan induk inhibitor korosi yang digunakan memiliki konsentrasi 10.000 ppm. Larutan tersebut dibuat dengan cara melarutkan 1 gram senyawa basa Schiff hasil sintesis dengan HCl 0,1 M dalam labu takar 100 mL. Setelah itu, larutan tersebut diencerkan menjadi 1000 ppm, 2000 ppm, 3000 ppm, dan 4000 ppm.

3.5.4 Uji Efisiensi Inhibitor

Lempengan besi yang telah diamplas direndam dalam larutan induk inhibitor dan larutan induk media korosi selama 24 jam. Setelah itu, lempeng besi diangkat dari media korosi, dicuci secara hati-hati dengan menggunakan sikat halus dan lembut. Dibiarkan kering selama 5 menit dan ditimbang berat akhirnya.

3.6 Analisa Data

3.6.1 Analisis Data Hasil Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Data hasil identifikasi senyawa produk menggunakan spektrofotometer FTIR adalah spektra dengan intensitas dan bilangan gelombang tertentu. Spektra ini menunjukkan serapan gugus fungsi yang terkandung di dalam senyawa. Senyawa produk memiliki serapan yang khas gugus fungsi C=N pada bilangan gelombang 1500-1600 cm⁻¹.

3.6.2 Analisis Data Hasil Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KG-SM

Identifikasi dengan KG-SM akan menghasilkan data berupa kromatogram dan ion molekuler. Kromatogram menunjukkan jumlah senyawa yang terkandung dalam sampel. Adapun ion molekuler menunjukkan berat molekul dan pola fragmentasinya. Senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol memiliki ion molekuler pada m/z 243.

3.6.3 Analisis Data Efisiensi Inhibitor Korosi

Efisiensi inhibitor korosi ditentukan dengan menggunakan Persamaan 2.3 sebagai berikut:

$$\% EI = \frac{w_o}{w_o} \times 100\% \dots\dots\dots 2.3$$

dengan EI merupakan nilai efisiensi inhibitor, W_o merupakan nilai kehilangan berat atau selisih berat sebelum dan sesudah perendaman pada larutan induk media korosi (tanpa menggunakan inhibitor). Adapun W_f adalah nilai kehilangan berat pada larutan induk inhibitor (menggunakan inhibitor). Nilai efisiensi inhibitor korosi yang dihasilkan akan ditulis dengan menggunakan 4 angka signifikan.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Sintesis 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol Menggunakan Katalis Jeruk Nipis

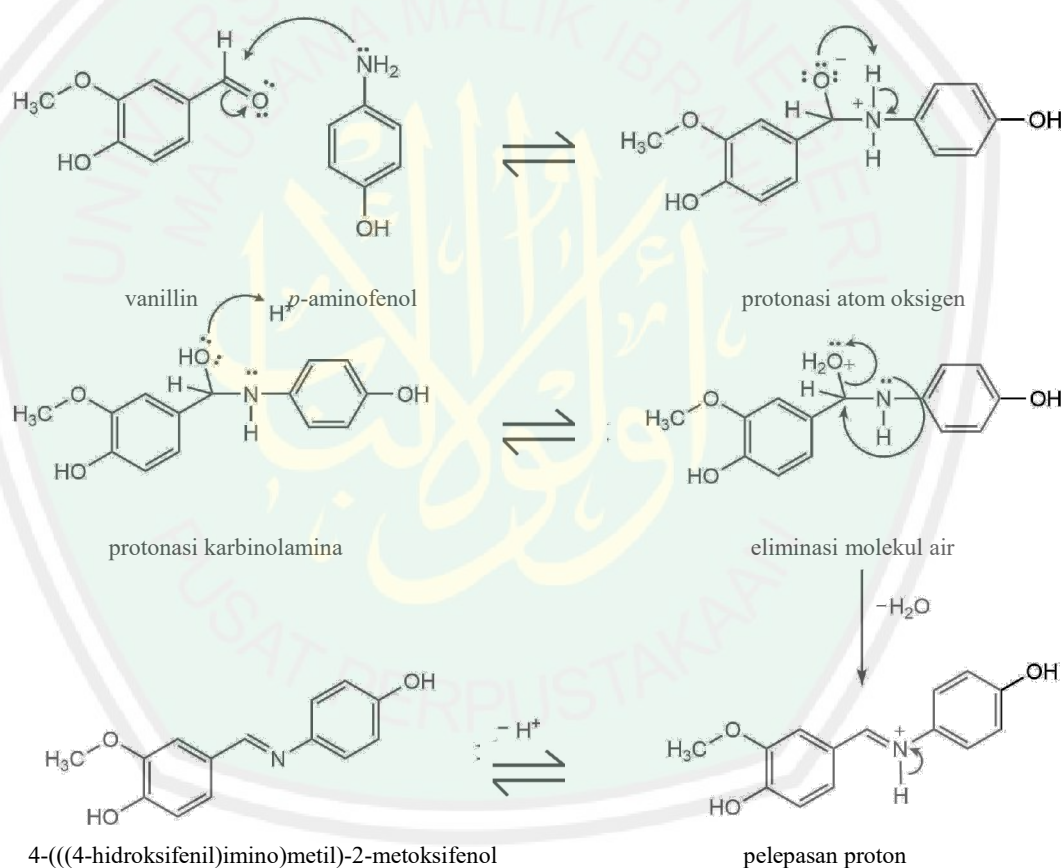
Sintesis senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol dilakukan dengan cara penggerusan pada suhu ruang dengan bantuan katalis jeruk nipis. Pada saat proses penggerusan dilakukan, terjadi perubahan energi mekanik menjadi energi panas. Energi panas yang dihasilkan digunakan untuk meningkatkan energi molekul agar mampu melewati energi aktivasi reaksi sehingga produk dapat terbentuk (Sana, dkk., 2012). Penggunaan variasi katalis jeruk nipis bertujuan untuk mengetahui perbedaan pengaruh antar variasi terhadap karakterisasi produk yang dihasilkan.

Reaksi antara vanilin dan *p*-aminofenol melibatkan reaksi serah terima elektron. Vanilin bertindak sebagai penerima pasangan elektron (elektrofil), sedangkan *p*-aminofenol bertindak sebagai pemberi pasangan elektron (nukleofil). Atom karbon pada gugus aldehida vanilin bersifat elektropositif sehingga mengakibatkan gugus aldehida vanilin lebih reaktif dan mudah diserang oleh suatu nukleofil. Adapun dugaan reaksi yang terjadi pada saat proses sintesis tersaji pada Gambar 4.1.

Pencucian senyawa produk hasil sintesis bertujuan untuk menghilangkan sisa reaktan dan katalis asam yang terdapat pada produk. Filtrat hasil pencucian berwarna kekuningan. Hal tersebut mengindikasikan bahwa terdapat senyawa baru yang larut dalam pencucian tersebut, karena vanilin dan *p*-aminofenol cenderung tidak berwarna jika terlarut dalam aquades. Selain itu, tingkat kelarutan vanilin dan

p-aminofenol dalam aquades hanya sebesar 10 mg/mL dan 1,6 mg/mL. Proses pencucian dikontrol dengan menggunakan kertas pH. Pencucian dihentikan jika pH filtrat konstan. Dalam penelitian ini, filtrat konstan pada nilai pH = 5.

Pengikatan sisa molekul air yang ada dalam produk sintesis dilakukan dalam desikator. Parameter produk sintesis yang telah terbebas dari molekul air, ditandai dengan hasil penimbangan yang konstan. Semua senyawa produk yang telah memiliki berat konstan diamati secara fisik meliputi bentuk, warna, dan titik leleh. Adapun hasil pengamatan tersaji dalam Tabel 4.1.



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi pada proses sintesis

Berdasarkan Tabel 4.1 dan Gambar 4.2 diketahui bahwa senyawa produk yang dihasilkan dari proses sintesis memiliki bentuk berupa padatan berwarna kuning. Warna produk yang dihasilkan berbeda dengan warna reaktannya. Vanilin

berbentuk padatan dengan warna putih, sedangkan *p*-aminofenol berwarna kecoklatan. Terdapatnya perbedaan warna antara produk dan reaktan tersebut, menunjukkan adanya senyawa baru yang dihasilkan. Hal ini sesuai dengan penelitian Kuswandi, dkk., (2016) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminofenol dengan metode refluks. Penelitian tersebut juga menghasilkan senyawa basa Schiff yang berwarna kuning.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik senyawa produk

Senyawa	Parameter Pengamatan			
	Bentuk	Warna	Titik Leleh (°C)	Massa Produk (g)
P _{0,25}	Padatan	Kuning	192-194	1,9859
P _{0,50}	Padatan	Oranye	189-192	2,1868
P _{0,75}	Padatan	Kuning	191-194	2,3439
P _{1,00}	Padatan	Kuning	188-190	2,4801
Vanilin	Padatan	Putih	78-80	1,5216
<i>p</i> -Aminofenol	Padatan	Kecoklatan	186-187	1,0913

Keterangan:

P_{0,25} : produk variasi katalis jeruk nipis 0,25 mL

P_{0,50} : produk variasi katalis jeruk nipis 0,50 mL

P_{0,75} : produk variasi katalis jeruk nipis 0,75 mL

P_{1,00} : produk variasi katalis jeruk nipis 0,10 mL



Gambar 4.2 Bentuk dan Warna Produk Sintesis

Hasil uji titik leleh menunjukkan bahwa senyawa produk memiliki titik leleh dengan rentang 189-194 °C. Titik leleh pada senyawa produk memiliki perbedaan dengan reaktan yang digunakan. Vanilin memiliki titik lebur 80 °C dan

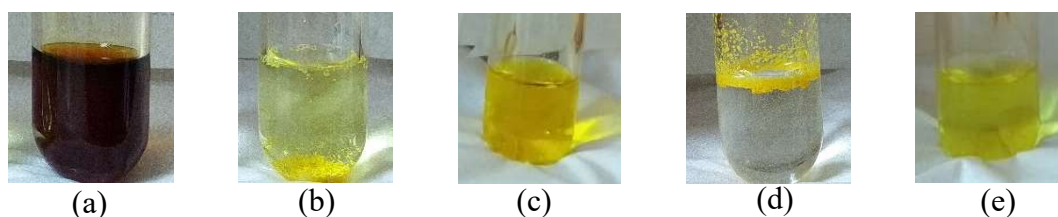
p-aminofenol sebesar 187 °C. Penelitian Kuswandi, dkk., (2016), menghasilkan produk dengan titik leleh sebesar 190-193 °C. Nilai tersebut, mendekati dengan hasil penelitian ini. Secara umum, dari pengamatan warna dan titik leleh yang dilakukan, dapat diasumsikan bahwa terdapat senyawa baru yang telah terbentuk.

Persentase rendemen yang dihasilkan dalam penelitian ini menunjukkan adanya peningkatan seiring dengan jumlah katalis yang ditambahkan. Pada proses penggerusan, katalis yang berfasa cair membuat reaktan yang berfasa padat semakin mudah bercampur, sehingga interaksi antara kedua molekul reaktan menjadi lebih maksimal. Berdasarkan hal tersebut, diduga air perasan jeruk nipis tidak hanya bertindak sebagai katalis tetapi juga berperan sebagai media pencampur reaktan.

Selain pengamatan secara fisik, dilakukan juga uji kelarutan terhadap senyawa produk. Hasil uji kelarutan dapat dilihat pada Gambar 4.3 dan Tabel 4.2.

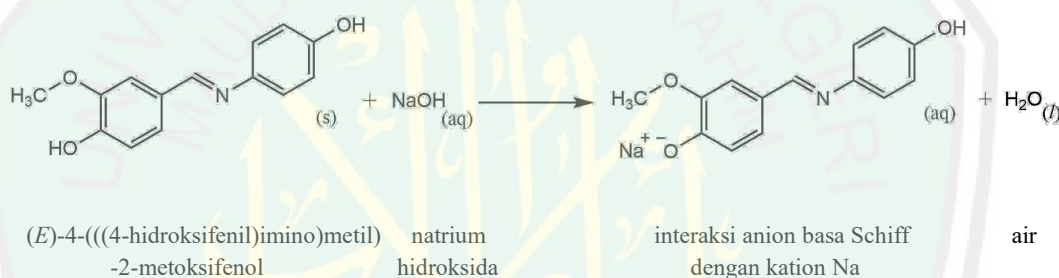
Tabel 4.2 Hasil uji kelarutan

No	Pelarut	Warna yang Terbentuk	Tingkat kelarutan
1.	NaOH 0,5 M	Cokelat tua	Larut sempurna
2.	Aquades	Kuning jernih	Larut sebagian
3.	Etanol	Kuning gelap	Larut sebagian (endapan lebih sedikit dibanding aquades)
4.	Kloroform	Bening	Tidak larut
5.	Aseton	Kuning jernih	Larut sempurna



Gambar 4.3 Hasil uji kelarutan dalam (a) NaOH 0,5 M (b) Aquades (c) Etanol (d) Kloroform (e) Aseton

Kelarutan senyawa produk dalam larutan NaOH berkaitan dengan reaksi asam basa antara molekul produk dengan NaOH. Pada senyawa produk terdapat gugus fenolat dalam strukturnya yang berkarakter asam. Proses pelepasan ion hidrogen dari gugus fenolat akan lebih mudah dengan adanya ion ^-OH yang berasal dari NaOH. Anion basa Schiff (hasil pelepasan ion hidrogen) yang terbentuk, kemudian akan berikatan dengan Na^+ membentuk garam natrium. Adanya pembentukan garam ini menjadikan senyawa tersebut larut sempurna dalam air karena adanya interaksi elektrostatis. Adapun reaksi asam basa yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.4.

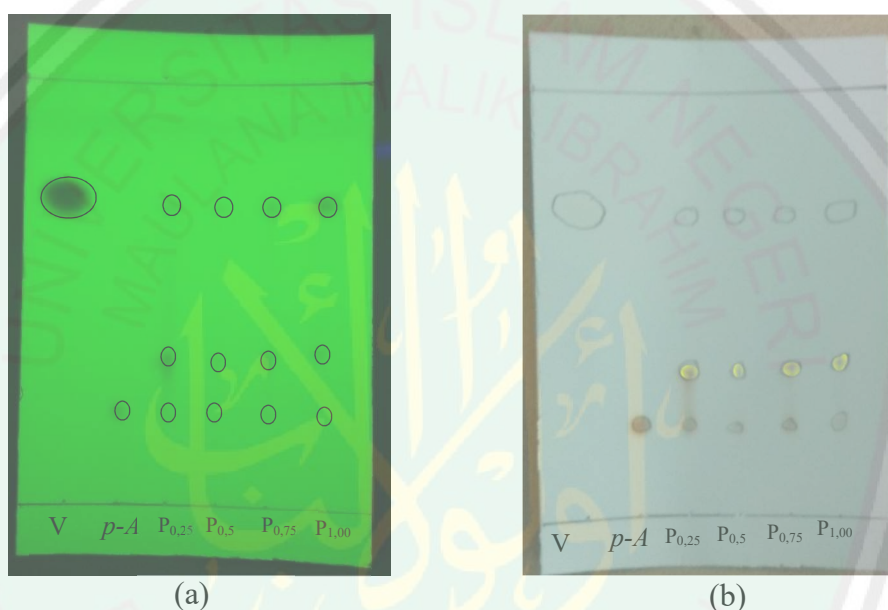


Gambar 4.4 Reaksi asam basa terlarutnya senyawa produk dalam NaOH

Senyawa produk mampu larut dengan sempurna dalam aseton diduga karena memiliki sifat kepolaran yang sama. Hal ini berlaku sesuai dengan kaidah *like dissolved like*. Aseton tergolong ke dalam pelarut semipolar cenderung non polar dengan nilai kepolaran 0,355. Adapun etanol dan aquades hanya mampu melarutkan senyawa produk secara sebagian karena tergolong pelarut polar dengan nilai kepolaran 0,654 dan 1,000 (Reichardt, 2003). Kloroform tidak dapat melarutkan senyawa produk karena berbeda tingkat kepolaran.

4.2. Monitoring Produk Sintesis dengan Menggunakan KLT

Monitoring produk sintesis menggunakan KLT dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kemungkinan terbentuknya senyawa baru berdasarkan noda dan perbedaan nilai R_f yang dihasilkan. Fasa diam yang digunakan dalam penelitian ini adalah plat KLT GF₂₅₄ yang bersifat polar, sedangkan fasa geraknya berupa campuran kloroform : metanol (9:1) yang bersifat semi polar cenderung non polar. Hasil monitoring KLT terhadap produk sintesis tersaji dalam Gambar 4.5.



Gambar 4.5 (a) Hasil monitoring KLT dengan penyinaran lampu UV 254 nm
(b) Hasil monitoring KLT tanpa penyinaran lampu UV 254 nm

Gambar 4.5 dan Tabel 4.3 menunjukkan bahwa hasil pengamatan produk sintesis menggunakan KLT diperoleh pemisahan menjadi tiga noda. Dari ketiga noda tersebut, noda kedua diduga merupakan noda dari senyawa baru. Hal tersebut didasarkan pada nilai R_f yang berbeda dari reaktan dan juga warna noda tanpa lampu UV. Adapun noda pertama dan ketiga diduga merupakan noda dari vanilin dan *p*-aminofenol ditinjau dari keidentikan nilai R_f dan warna noda yang terbentuk. Berdasarkan nilai R_f yang dihasilkan maka tingkat kepolaran dari masing-masing

senyawa adalah *p*-aminofenol > senyawa baru > vanilin. Adanya noda dan *R_f* yang identik dengan vanilin dan *p*-aminofenol menunjukkan bahwa masih terdapat sisa reaktan pada senyawa hasil sintesis.

Tabel 4.3 Pengamatan hasil KLT reaktan dan senyawa hasil sintesis

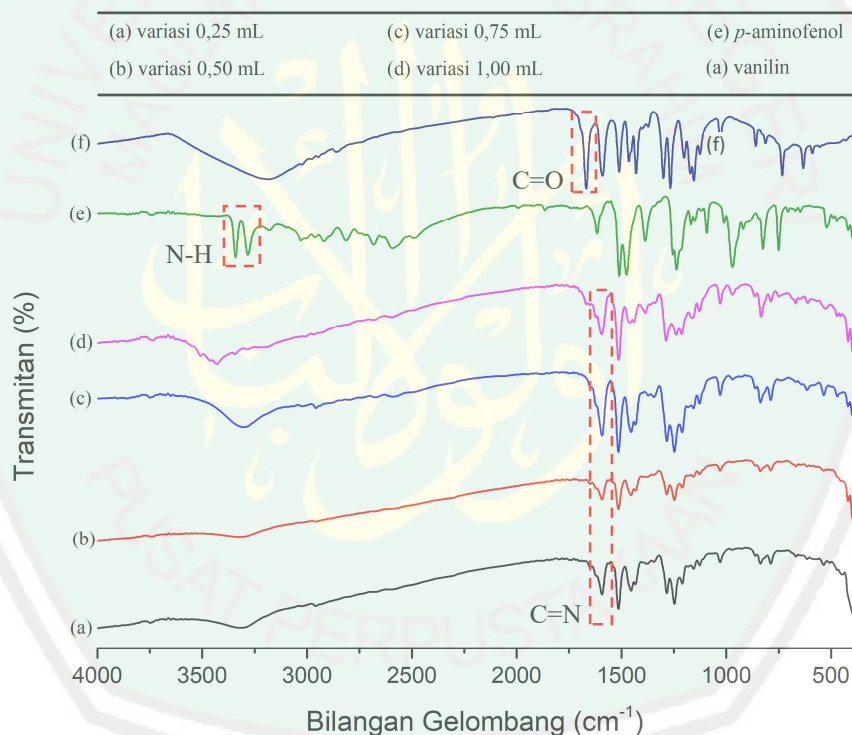
No	Senyawa	Warna Noda Tanpa Lampu UV	Warna Noda dengan Lampu UV 254 nm	Nilai <i>R_f</i>
1.	Vanilin	Putih	Hitam	0,72
2.	<i>p</i> -Aminofenol	Kecoklatan	Hitam	0,21
3.	P. _{0,25}	Putih	Hitam	0,71
		Kuning	Hitam	0,34
		Kecoklatan	Hitam	0,21
4.	P. _{0,50}	Putih	Hitam	0,71
		Kuning	Hitam	0,34
		Kecoklatan	Hitam	0,20
5.	P. _{0,75}	Putih	Hitam	0,71
		Kuning	Hitam	0,34
		Kecoklatan	Hitam	0,21
6.	P. _{1,00}	Putih	Hitam	0,71
		Kuning	Hitam	0,35
		Kecoklatan	Hitam	0,21

4.3. Karakterisasi Produk Sintesis dengan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa produk maupun reaktan. Adapun spektra hasil karakterisasi menggunakan FTIR dapat dilihat pada Gambar 4.6. Adapun gugus-gugus fungsi dari senyawa produk yang terdeteksi disajikan dalam Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
	P. 0,25	P. 0,50	P. 0,75	P. 0,10
-C=N-	1592	1592	1592	1594
C-O-C	1283	1284	1283	1286
-OH <i>stretch</i>	3313	3325	3301	3430
C _{sp3} -H <i>stretch</i> alifatik	2958	2958	2957	2951
C _{sp2} -H <i>stretch</i>	3091	3091	3091	3091
C _{sp2} -O <i>stretch</i>	1250	1250	1250	1250
C-O	1209	1209	1210	1212
C=C aromatik	1514	1514	1514	1513
-CH ₃	1454	1454	1453	1458



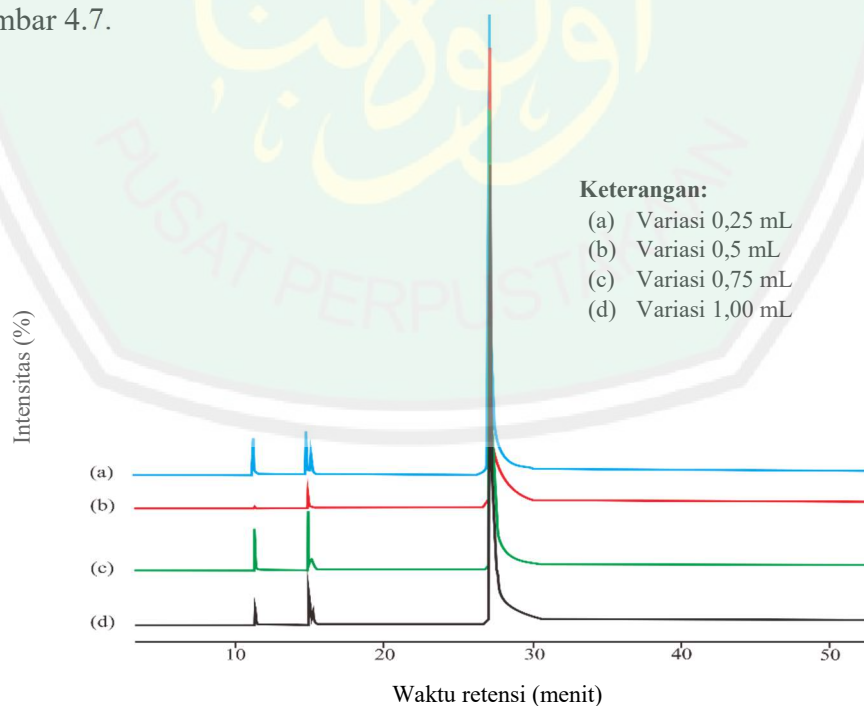
Gambar 4.6 Spektra hasil karakterisasi senyawa produk dan reaktan menggunakan FT-IR

Berdasarkan Gambar 4.6 dan Tabel 4.4, maka dapat diduga jika senyawa target telah terbentuk. Hal ini didasari dengan tidak terlihatnya serapan khas vibrasi ulur gugus C=O aldehida dari vanilin dengan intensitas yang kuat yang terjadi di

bilangan gelombang $1665,841\text{ cm}^{-1}$ pada senyawa produk. Selain itu, serapan khas vibrasi ulur N–H dengan intensitas yang kuat dari *p*-aminofenol yang terjadi pada 3284 cm^{-1} dan 3341 cm^{-1} juga tidak terlihat. Selanjutnya, dugaan ini semakin dikuatkan dengan terlihatnya serapan khas gugus C=N (imina/basa Schiff) senyawa produk yang terjadi pada bilangan gelombang $1592\text{--}1594\text{ cm}^{-1}$. Berdasarkan penjelasan mengenai gugus-gugus fungsi tersebut, maka semakin memperkuat dugaan terbentuknya senyawa target pada empat variasi produk sintesis.

4.4. Karakterisasi Produk Sintesis dengan KG-SM

Karakterisasi menggunakan KG-SM dilakukan dengan tujuan untuk memperkuat dugaan bahwa senyawa target telah terbentuk berdasarkan waktu retensi dan pola fragmentasi yang dihasilkan. Selain itu, karakterisasi dengan KG-SM juga digunakan untuk menentukan kadar produk berdasarkan luas area. Kromatogram hasil karakterisasi terhadap masing-masing produk tersaji dalam Gambar 4.7.



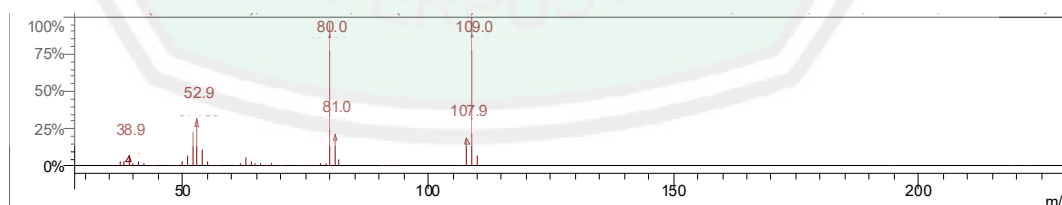
Gambar 4.7 Kromatogram senyawa produk

Kromatogram yang terdapat pada Gambar 4.7, rata-rata menunjukkan adanya 4 puncak. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat 4 senyawa yang berhasil dipisahkan dari sampel yang dianalisis. Persentase luas area dan waktu retensi pada tiap-tiap puncak kromatogram masing-masing produk terdapat pada Tabel 4.5.

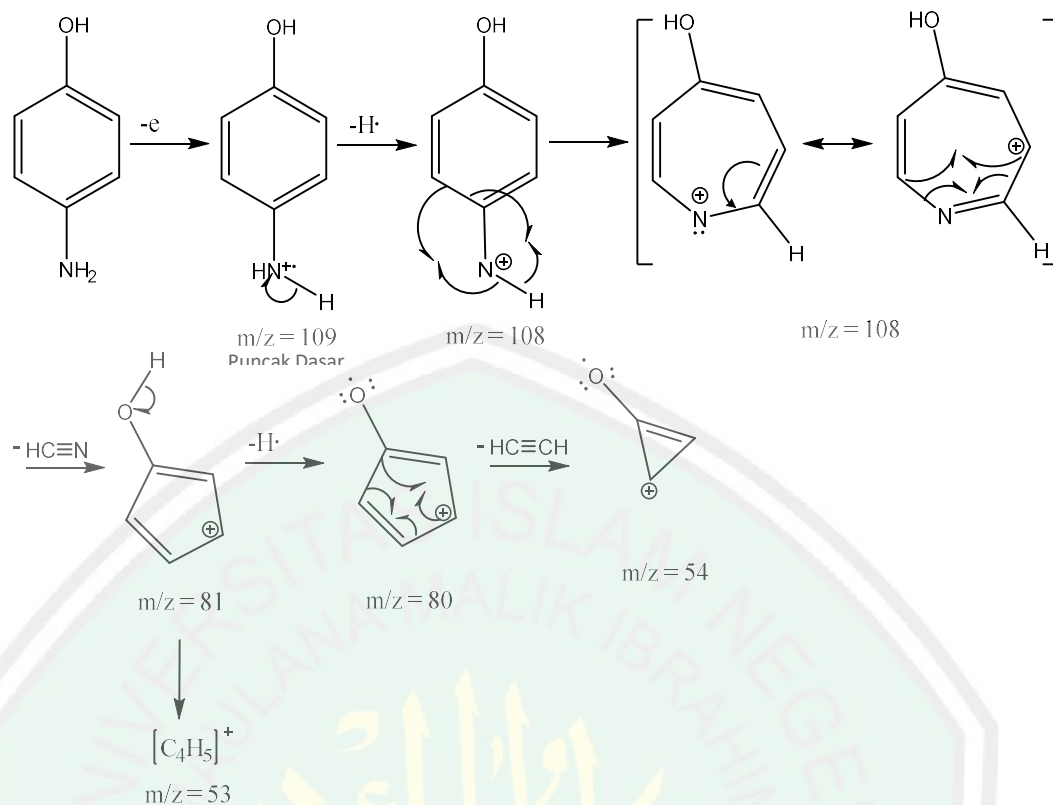
Tabel 4.5 Persentase luas area tiap puncak kromatogram

Urutan	Luas Area (%)				Waktu Retensi (menit)			
Puncak	P _{0,25}	P _{0,50}	P _{0,75}	P _{1,00}	P _{0,25}	P _{0,50}	P _{0,75}	P _{1,00}
Puncak 1	3,66	0,02	2,30	1,06	11,436	11,335	11,382	11,363
Puncak 2	1,43	0,71	2,60	2,08	14,995	14,975	14,985	14,987
Puncak 3	3,25	-	0,71	1,04	15,269	-	15,248	15,260
Puncak 4	89,03	98,36	94,39	95,82	27,307	27,235	27,246	27,247

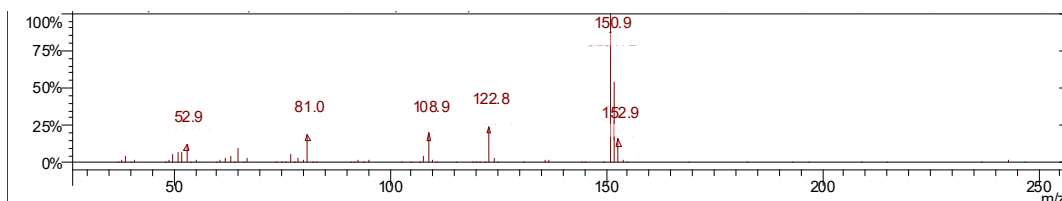
Hasil karakterisasi spektrum massa pada puncak pertama dapat dilihat pada Gambar 4.8. *Base peak* sekaligus ion molekular yang dihasilkan terjadi pada m/z 109. Nilai tersebut sesuai dengan massa relatif dari molekul *p*-aminofenol. Senyawa tersebut merupakan reaktan yang digunakan dalam sintesis. Kemunculannya pada kromatogram menunjukkan bahwa senyawa tersebut merupakan sisa reaksi dalam pembuatan senyawa target. Dugaan pola fragmentasi yang terjadi ditampilkan pada Gambar 4.9.



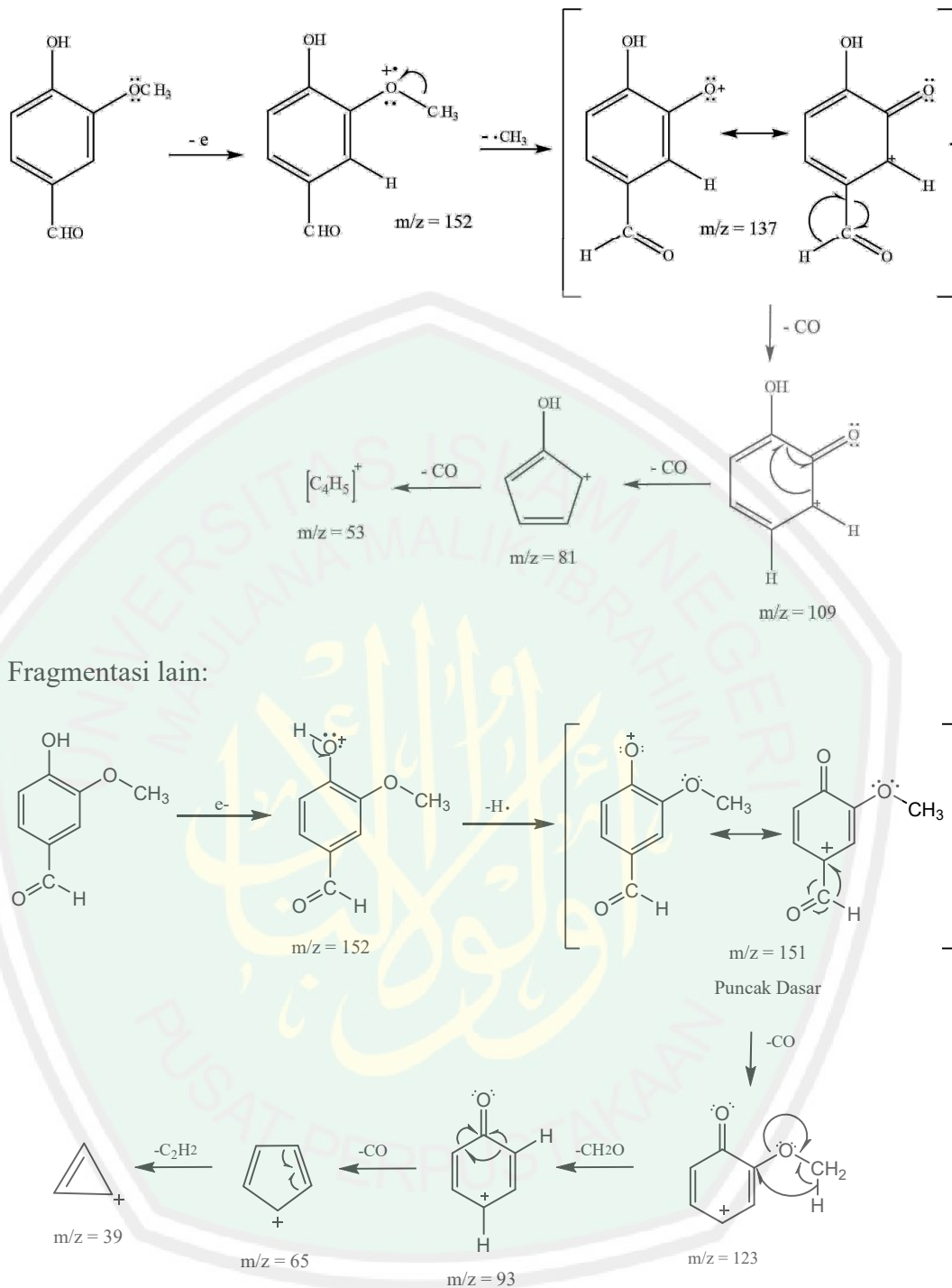
Gambar 4.8 Spektra massa puncak pertama

Gambar 4.9 Pola fragmentasi *p*-aminofenol

Spektrum massa puncak yang kedua dapat dilihat pada Gambar 4.10. Nilai ini sesuai dengan massa relatif dari vanilin yakni 152 gr/mol. *Base peak* yang dihasilkan terjadi pada m/z 151. Senyawa ini juga merupakan reaktan yang digunakan dalam proses sintesis. Oleh karena itu, kadar vanilin yang terbaca dalam kromatogram rata-rata hanya 1,705%. Waktu retensi yang dihasilkan lebih besar dari *p*-aminofenol karena vanilin memiliki titik didih yang lebih besar. Adapun dugaan pola fragmentasi yang terjadi ditampilkan pada Gambar 4.11.



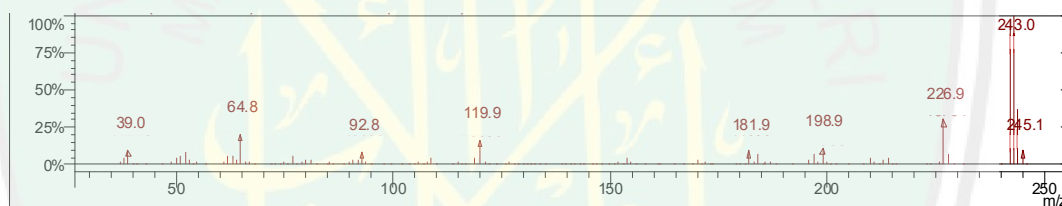
Gambar 4.10 Spektra massa puncak kedua



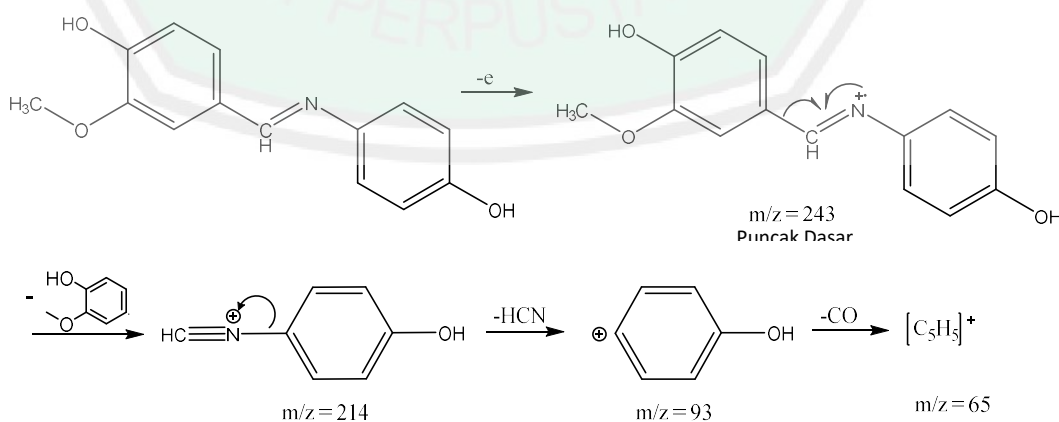
Gambar 4.11 Pola fragmentasi vanilin

Spektra massa puncak ketiga, diduga sebagai pengotor yang ada dalam reaktan *p*-aminofenol. Hal tersebut dibuktikan dengan hasil karakterisasi KG terhadap *p*-aminofenol yang termuat dalam lampiran L.4.1.6. Adapun spektra

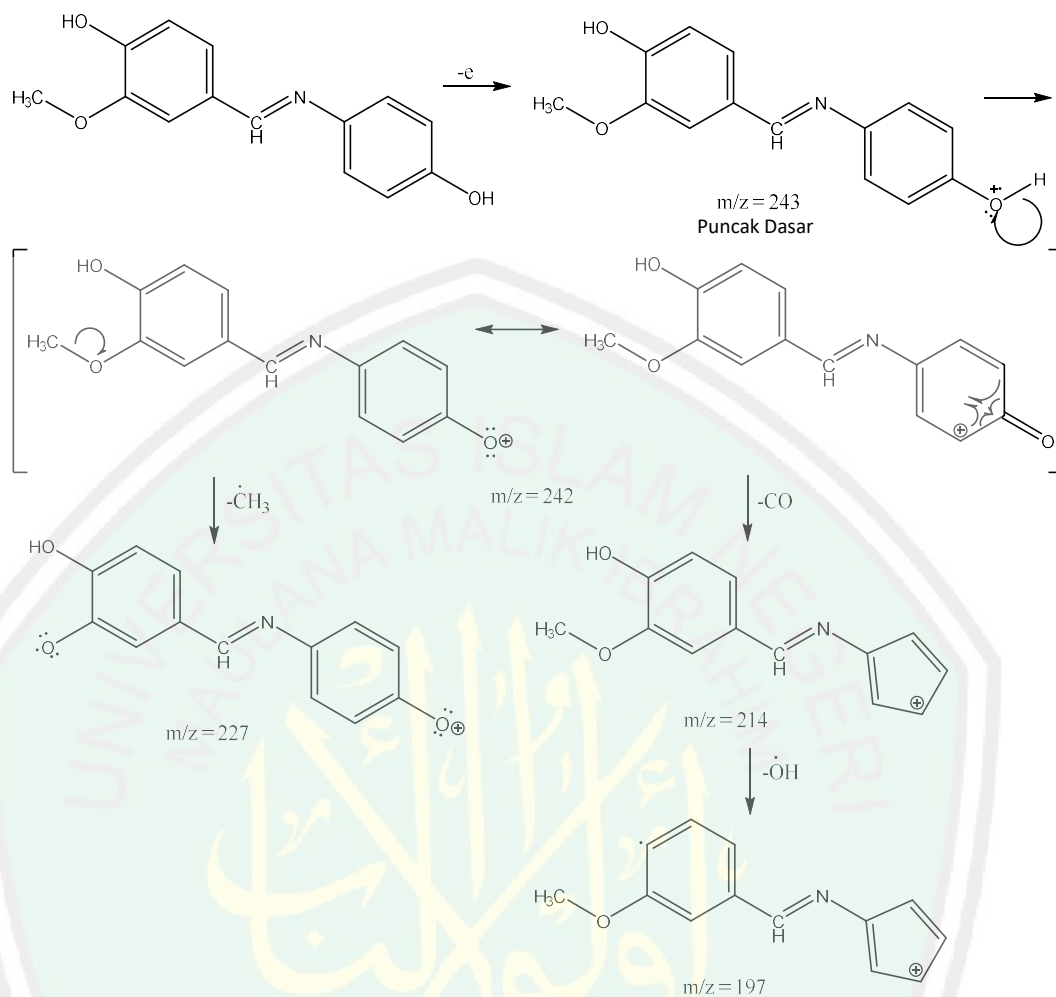
massa puncak keempat memiliki ion molekuler 243 m/z. Spektra tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.12. Ion molekuler yang dihasilkan dari karakterisasi memiliki nilai yang sama dengan massa relatif dari senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol. Adapun waktu retensi yang dihasilkan paling besar diantara hasil pemisahan senyawa-senyawa lain. Hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa ini memiliki titik didih yang paling tinggi. Selain itu, kadar senyawa ini juga paling besar diantara yang lain. Tercatat senyawa ini memiliki kadar rata-rata sebesar 94,40%. *Base peak* yang dihasilkan terjadi pada 243 m/z. Dugaan pola fragmentasi dari senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol terdapat pada Gambar 4.13.



Gambar 4.12 Spektra massa puncak keempat



Fragmentasi lain:



Gambar 4.13 Pola fragmentasi 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol

Berdasarkan hasil karakterisasi dengan KG-SM menunjukkan adanya senyawa baru yang terbentuk. Senyawa tersebut adalah 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol. Dugaan ini dikuatkan dengan hasil elusidasi struktur berdasarkan fragmentasi ion hasil pemisahan KG-SM.

4.5. Pengaplikasian Produk Sintesis sebagai Inhibitor Korosi

Pengaplikasian produk hasil sintesis sebagai inhibitor korosi dilakukan dengan *weight loss method*. Plat besi yang digunakan berasal dari pisau *cutter* Joyko L-150. Hasil pengujian dengan XRF memperlihatkan bahwa plat tersebut mengandung beberapa logam dengan berbagai kadar. Adapun jenis logam dan kadarnya tercantum dalam Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Jenis dan kadar logam dalam plat besi *cutter* joyko L-150

Senyawa	P	Ca	Cr	Mn	Fe	Rb	La
Kadar (%)	0,2	0,14	0,63	0,53	97,86	0,64	0,04

Larutan asam yang digunakan adalah campuran HCl dengan DMSO. DMSO digunakan untuk melarutkan senyawa basa Schiff dalam larutan HCl. Hal tersebut dikarenakan senyawa basa Schiff tidak dapat larut dalam HCl akibat perbedaan sifat kepolaran. Hasil penimbangan saat plat besi direndam dalam larutan asam dapat dilihat pada Tabel 4.7. Adapun hasil pengujian inhibitor korosi untuk reaktan dan produk basa Schiff, tercantum dalam Tabel 4.8.a, b, dan c.

Tabel 4.7 Hasil penimbangan saat plat besi direndam dalam larutan asam

Kontrol	Ulangan	M1 (g)	M2 (g)	W (g)	Wo (g)
Larutan HCl	I	0,6552	0,5911	0,0641	0,0624
+ DMSO	II	0,6540	0,5934	0,0606	

Tabel 4.8.a Hasil pengujian vanilin sebagai inhibitor korosi

Konsentrasi	Ulangan	M1 (g)	M2 (g)	W (g)	Wf (g)	EI (%)
1000 ppm	I	0,6652	0,6385	0,0267	0,0267	57,26
	II	0,6654	0,6388	0,0266		
2000 ppm	I	0,6618	0,6310	0,0308	0,0307	50,84
	II	0,6611	0,6306	0,0305		
3000 ppm	I	0,6636	0,6233	0,0403	0,0395	36,65
	II	0,6621	0,6234	0,0387		
4000 ppm	I	0,6594	0,6193	0,0401	0,0407	34,72
	II	0,6631	0,6218	0,0413		

Tabel 4.8.b Hasil pengujian *p*-aminofenol sebagai inhibitor korosi

Konsentrasi	Ulangan	M1 (g)	M2 (g)	W (g)	Wf (g)	EI (%)
1000 ppm	I	0,6461	0,6198	0,0263	0,0271	56,54
	II	0,6459	0,6187	0,0272		
2000 ppm	I	0,6463	0,6103	0,0360	0,0365	41,54
	II	0,6477	0,6108	0,0370		
3000 ppm	I	0,6467	0,6067	0,0400	0,0398	36,17
	II	0,6460	0,6064	0,0396		
4000 ppm	I	0,6473	0,5972	0,0501	0,0503	19,40
	II	0,6466	0,5962	0,0504		

Tabel 4.8.c Hasil pengujian senyawa produk sebagai inhibitor korosi

Konsentrasi	Ulangan	M1 (g)	M2 (g)	W (g)	Wf (g)	EI (%)
1000 ppm	I	0,6472	0,6342	0,0130	0,0133	78,67
	II	0,6475	0,6339	0,0136		
2000 ppm	I	0,6515	0,6264	0,0251	0,0259	58,54
	II	0,6490	0,6224	0,0266		
3000 ppm	I	0,6461	0,6077	0,0384	0,0389	37,61
	II	0,6480	0,6086	0,0394		
4000 ppm	I	0,6447	0,6037	0,0410	0,0444	28,79
	II	0,6436	0,5958	0,0478		

Keterangan:

M1 : massa logam besi sebelum direndam

M2 : massa logam besi setelah direndam

W : massa logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor

Wf : rata-rata massa logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor

EI : Efisiensi inhibisi

Berdasarkan Tabel 4.8.c dapat diketahui bahwa senyawa produk dapat digunakan sebagai inhibitor korosi. Secara umum, nilai efisiensi inhibitor yang didapatkan lebih tinggi dibandingkan dengan reaktan, terutama pada konsentrasi 1000 ppm. Hal tersebut dapat terjadi karena senyawa basa Schiff memiliki pasangan elektron bebas dan elektron π yang lebih banyak dibandingkan dengan reaktan. Adanya sistem konjugasi yang cukup panjang dalam senyawa produk juga mendukung efektifitas inhibitor korosi. Chitra (2010) menjelaskan bahwa inhibitor

korosi dapat dicegah dengan memanfaatkan interaksi antara pasangan elektron bebas dan elektron π suatu senyawa terhadap permukaan logam.

Pasangan elektron bebas dari senyawa produk bersumber dari atom O dan N yang terdapat dalam strukturnya, sedangkan elektron π bersumber dari ikatan π C=C dalam cincin benzena dan C=N. Adapun pasangan elektron bebas vanilin hanya bersumber dari O, sedangkan elektron π -nya bersumber dari ikatan π C=C dalam cincin benzena dan C=O. Untuk *p*-aminofenol, pasangan elektron bebasnya dihasilkan dari atom N dan O, sedangkan elektron π -nya hanya dihasilkan dari ikatan π C=C.

Hasil yang didapatkan dari pengujian, memperlihatkan bahwa nilai efisiensi inhibitor reaktan maupun produk akan semakin menurun seiring dengan bertambahnya konsentrasi. Hal ini diduga karena adanya gugus hidroksil yang terdapat dalam reaktan maupun produk. Khumar, dkk., (2012) menyatakan bahwa gugus hidroksil bersifat asam. Oleh karena itu, semakin tinggi konsentrasi reaktan maupun produk, maka suasana larutan akan semakin asam dan menyebabkan turunnya nilai efisiensi inhibitor. Dalam penelitian ini, didapatkan nilai efisiensi inhibitor yang paling optimum berada pada konsentrasi 1000 ppm dengan nilai sebesar 78,67%.

4.6. Sintesis 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol dan Pengaplikasiannya dalam Perspektif Islam

Keberhasilan sintesis senyawa 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol dalam penelitian ini tidak lepas dari campur tangan Allah SWT. Allah SWT telah mengatur segala bentuk penciptaan yang ada di dunia ini, termasuk

dalam segi ukuran atau kadarnya. Hal ini dijelaskan dalam QS. Al Furqon ayat 2 sebagai berikut.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُن لَّهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ
وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ۝

Artinya: “yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya” (Q.S Al Furqon (25): 2).

Menurut Shihab (2003), kata *qaddar* dalam segi bahasa berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang. *Qaddar* juga diartikan sebagai ketentuan dan sistem yang ditetapkan terhadap segala sesuatu. Berdasarkan hal tersebut, maka dapat dikatakan bahwa segala sesuatu yang diciptakan Allah SWT telah diatur rapi dengan ukuran-ukuran tertentu.

Adanya pengaturan tersebut, membuktikan keagungan Allah dimana semua bentuk penciptaannya baik benda hidup maupun benda mati telah ditetapkan ukuran komponennya. Hal ini juga berlaku di dunia kimia, dimana hampir semua aspek yang menyangkut kimia sebagian besar menggunakan ukuran-ukuran tertentu. Salah satunya adalah dalam aspek reaksi kimia. Reaksi-reaksi kimia selalu mempertimbangkan jumlah mol reaktan yang digunakan, jumlah katalis, suhu dan lamanya waktu reaksi, serta banyaknya energi yang diserap maupun dilepaskan dalam suatu reaksi.

Sintesis basa Schiff juga mempertimbangkan masalah ukuran. Diantaranya adalah ukuran perbandingan mol reaktan yang harus digunakan, jumlah katalis yang

optimum, serta lama waktu reaksi dan energi yang dibutuhkan agar terbentuk senyawa basa Schiff. Adanya ketidaksesuaian dengan ukuran-ukuran yang telah ditetapkan dalam sintesis basa Schiff, menjadikan produk yang terbentuk kurang optimal atau bahkan tidak dapat menghasilkan produk basa Schiff. Contohnya adalah penggunaan katalis asam dari jus jeruk nipis dalam sintesis basa Schiff. Jika jumlah katalis asam yang digunakan dalam mengkatalis 10 mmol vanillin dan 10 mmol *p*-aminofenol pada reaksi tidak mencapai titik optimum, maka produk yang dihasilkan menjadi tidak maksimal. Oleh karena itu, tujuan penelitian ini adalah untuk mencari jumlah katalis yang optimum dalam sintesis basa Schiff.

Produk sintesis basa Schiff yang dihasilkan, selanjutnya diaplikasikan sebagai inhibitor korosi. Hal ini dilatarbelakangi karena korosi termasuk salah satu masalah yang sering dijumpai dalam penggunaan logam. Secara tersirat, solusi dalam menangani masalah korosi telah dijelaskan oleh Allah SWT, tepatnya dalam Surat Al Kahfi ayat 96-97 sebagai berikut.

آتُونِي زُبَرَ الْحَدِيدِ ۖ حَتَّىٰ إِذَا سَاوَىٰ بَيْنَ الصَّدَفَيْنِ قَالَ انفُخُوا ۖ حَتَّىٰ إِذَا جَعَلَهُ نَارًا
قَالَ آتُونِي أُفْرِغْ عَلَيْهِ قِطْرًا ۖ فَمَا اسْطَاعُوا أَن يَظْهَرُوهُ وَمَا اسْتَطَاعُوا لَهُ نَقْبًا ۖ

Artinya: berilah aku potongan-potongan besi. Hingga apabila besi itu telah sama rata dengan kedua (puncak) gunung itu, berkatalah Zulqarnain, "Tiuplah (api itu). Hingga apabila besi itu sudah menjadi (merah seperti) api, dia pun berkata, "Berilah aku tembaga (yang mendidih) agar kutuangkan ke atas besi panas itu. Maka, mereka tidak bisa mendakinya dan mereka tidak bisa (pula) melubanginya.

Menurut Tafsir Ibnu Katsir (2003), dijelaskan bahwa *Az-zubur* bentuk jamak dari *zabrah*, artinya potongan besi. Demikianlah menurut apa yang dikatakan oleh Ibnu Abbas, Mujahid, dan Qatadah, potongan besi itu akan dijadikan sebagai

batanya. Dijelaskan pula di ayat tersebut bahwa mereka tidak mampu melubangi dan tidak dapat berbuat sesuatu pun terhadap dinding itu. Dengan kata lain, dinding yang berasal dari campuran besi dengan tembaga tersebut begitu kuat dan tidak mudah berkarat. Adapun Shihab (2003), menjelaskan maksud ayat ke-96 dan 97 dari surat Al Kahfi tersebut adalah dalam proses pembuatan dinding besinya, Dzulkarnain menambahkan tembaga ke dalam campuran besinya agar dinding itu kuat sehingga Ya'juj Ma'juj tidak mampu melubanginya karena sangat kuat dan tidak mudah berkarat.

Berdasar pada ayat tersebut, maka diketahui bahwa penanganan korosi dapat dilakukan secara preventif dengan cara penambahan senyawa lain seperti dalam surat Al Kahfi ayat 97. Senyawa tersebut disebut dengan *qithraa*. Beberapa mufassir memaknai kata tersebut dengan makna tembaga baik tembaga yang dilebur maupun tidak. Namun, beberapa mufassir lain ada yang memaknai kata tersebut dengan makna timah, kuningan, ataupun tir.

Secara kimiawi, tembaga memang dapat digunakan sebagai anti korosi melalui suatu reaksi redoks. Hal tersebut dikarenakan potensial reduksi yang dimiliki oleh tembaga ($E^{\circ}\text{Cu}^{2+}|\text{Cu} = +0.34\text{V}$) lebih tinggi dibandingkan dengan yang dimiliki oleh besi ($E^{\circ}\text{Fe}^{2+}|\text{Fe} = -0.44\text{V}$). Oleh karena itu, tembaga dapat mengoksidasi besi sehingga proses pengkorosian besi oleh lingkungannya dapat dicegah. Dari penjelasan tersebut, dapat diketahui bahwa senyawa yang ditambahkan pada besi agar besi menjadi kuat dan tahan korosi adalah senyawa yang mampu mencegah proses oksidasi besi oleh lingkungannya. Dengan demikian, *qithraa* dapat disandarkan kepada segala senyawa yang dapat mengalami

reaksi redoks dengan besi dan dari reaksi tersebut proses oksidasi besi oleh lingkungannya dapat terhambat.

Jika berdasar pada argumen tersebut, maka basa Schiff berpotensi menjadi *qithraa*, karena basa Schiff mengandung atom nitrogen yang memiliki pasangan elektron bebas serta di dalam strukturnya mengandung elektron π . Selain itu, basa Schiff juga mampu terprotonasi di dalam larutan asam dimana larutan asam merupakan salah satu hal yang dapat menyebabkan korosi. Dengan kandungan dan kemampuan tersebut, basa Schiff mampu mencegah proses reaksi oksidasi besi oleh lingkungannya dengan mekanisme adsorpsi dan interaksi elektrostatik terhadap logam besi.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol hasil sintesis memiliki karakter berupa padatan berwarna kuning dengan titik leleh 189-194 °C. Senyawa tersebut larut sempurna dalam NaOH dan aseton. Sedikit larut dalam aquades dan etanol, serta tidak larut dalam kloroform. Karakterisasi dengan spektrofotometer FTIR menghasilkan spektra gugus khas imina (C=N) pada bilangan gelombang 1592-1594 cm^{-1} . Karakterisasi menggunakan KG-SM menghasilkan empat puncak senyawa.
2. Volume katalis asam alami dari jus jeruk nipis yang menunjukkan rendemen tertinggi terdapat pada volume 1 mL dengan massa produk sebesar 2,4801 gram.
3. Nilai efektifitas inhibitor korosi senyawa basa Schiff 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol memiliki hasil yang optimum pada konsentrasi 1000 ppm dengan nilai sebesar 78,67%.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan karakterisasi tambahan terhadap produk sintesis, seperti karakterisasi dengan $^1\text{H-NMR}$ atau $^{13}\text{C-NMR}$.
2. Perlu dilakukan uji inhibitor menggunakan metode lain, selain *weight loss method* seperti metode elektrokimia.
3. Perlu dilakukan uji inhibitor terhadap jenis logam selain besi.

DAFTAR PUSTAKA

- Adawiyah, R. 2017. Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan p-Anisidin Menggunakan Metode Penggerusan [Skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Alikhani, A., Foroughifar, N., dan Pasdar H. 2018. Lemon Juice as a Natural Catalyse for Synthesis of Shiff's base: A Green Chemistry Approach. *IJAERS*. 5 (2): 61-65.
- Ashraf, M.A., Mahmood, K., dan Wajid, A. 2011. Synthesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases. *International Conference on Chemistry and Chemical Process*. 10: 1-8.
- Aslam, M., dkk. 2012. Structure-Activity Relationship Study: Synthesis, Characterization and Biological Investigation of Schiff Bases Derived from 2-Aminophenol and 4-Haloacetophenones. *International Journal of Current Pharmaceutical Research*. 4 (4): 42-46.
- Astawan, M. 2008. *Khasiat Warna-warni Makanan*. Jakarta : PT Gramedia Pustaka Utama.
- Ay, E. 2016. Synthesis and Characterization of Schiff Base 1-Amino-4-methylpiperazine Derivatives. *CBU Journal of Science*. 12 (3): 375-392.
- Azizah, Y., Hanapi, A., dan Adi, T.K. 2015. Synthesis of 3-(4-Hydroxy-3-Metoxypheyl)-1-Phenyl-2-Propen-1-On and its Antioxidant Activity Assay Using DPPH. *Alchemy Journal*. 4 (1): 67-72.
- Baskara, K.A., Basito, dan Handayani, H.T. 2010. "Kinetika Penurunan Kadar Vanilin Selama Penyimpanan Panjang Panili Kering Pada Berbagai Kemasan Plastik". *AGROINTEK*. 4 (2): 146-150.
- Bunta, S.M., Weni, J.A.M., dan Lukman, A.L.R. 2013. Pengaruh Penambahan Variasi Konsentrasi Asam Sitrat Terhadap Kualitas Sintesis Sabun Transparan. Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Negeri Gorontalo.
- Chitra, S., Parameswari, K., Sivakami, C., dan Selvaraj, A. 2010. Sulpha Schiff Bases as Corroton Inhibitors For Mild Steel in 1 M Sulfuric Acid. *Chemical Engineering Bulletin*. 14: 1-6.
- Dachriyanus. (2004). *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: Andalas University Press.

- Dadang. 2007. *Korosi Tingkatkan Biaya Perawatan*. <https://www.its.ac.id/news/2007/06/21/korosi-tingkatkan-biaya-perawatan/> diakses pada tanggal 04 November 2018.
- Dariva C.G. and Galio A.F. 2014. Corrosion Inhibitors – Principles, Mechanisms and Applications Developments in Corrosion protection. *Journal Intech*: 365-379.
- Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*, Jakarta: Erlangga.
- Fugu, M.B., Ndahi, N.P., Paul, B.B., dan Mustapha, A.N. 2013. Synthesis, Characterization, and Antimicrobial Studies of Some Vanillin Schiff Base Metal (II) Complexes. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*. 5(4): 22-28.
- Gandjar, I.G., dan Rohman, A. 2012. *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Garima, Y., dan Mani Jyoti V. 2015. Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Research*. 4(2).
- Handayani, S., Arianingrum, R. and Haryadi, W. 2011. Vanilin Structure Modification of Isolated Vanilla Fruit (*Vanilla planifolia* Andrews) to Form Vanillinacetone. *Proceedings at 14th Chemical Congress*: 252-257.
- Hasanah, U. 2017. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Toluidin Menggunakan Metode Penggerusan. [Skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Himaja, M., Poppy, D., dan Asif, K. 2011. Green Technique-Solvent Free Synthesis and It's Advantages. Review. *IJRAP*. 2 (4): 1079-1086.
- Indriyani, Y., Mulqie, L., dan Hazar, S. 2015. Uji Aktivitas Antibakteri Air Perasan Buah Jeruk Lemon (*Citruslimon (L.) Osbeck*) dan Madu Hutan Terhadap *Propionibacterium Acne*. *Prosiding Penelitian Spesia Unisba*: 354-361.
- Jamil, D.M., dkk. 2018. Experimental and Theoretical Studies of Schiff Bases as Corrosion Inhibitors. *Chemistry Central Journal*. 12 (7): 1-9.
- Jatmiko, E.S. dan Sofjan, K.F. 2008. Rancang Bangun Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk Penentuan Kualitas Susu Sapi. *Berkala Fisika*. 11 (1): 23-28.

- Khan Mujeeb. (2008). *Structural Transformations Related to Organic Solid State Reactions: Correlations Studies of NMR and X-Ray Analysis Dissertation*. Pharmazie und Geowissenschaften der Johannes Gutenberg-Universität Mainz.
- Khasanuddin, A. 2017. Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Jus Jeruk Nipis. [Skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Kumar, R., Sherma, P.K., dan Meshra, P.S. 2012. A Review on the Vanillin Derivates Showing Various Biological Activities. *International Journal of Pharm Tech Research*. 4 (1): 266-279.
- Kuswandi, M., Pratiwi, R., dan Santoso, B. 2016. Sintesis Senyawa Baru Antara *p*-Aminofenol dengan Vanilin (4-Hidroksi-3-Metoksibenzaldehid) Melalui Reaksi Adisi-Eliminasi. *Prosiding Seminar Nasional Kimia UNJANI-HKI*: 156-161.
- Lewis, R.J. 2007. *Hawley's Condensed Chemical Dictionary 15th Edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Madhavi, K., dan Kavya, T. 2017. Synthesis of Novel 5-Aminosalicylic Acid Schiff Bases by Grinding Method: Evaluation for In Vitro Antioxidant and Antibacterial Activities. *International Research Journal of Pharmacy*. 8 (12): 99-103.
- Mitchel, dkk. 2003. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Oikeh, E.I., Omoregie, E.S., Oviasogie, F.E., dan Oriakhi K. 2016. Phytochemical, Antimicrobial, and Antioxidant Activities of Different Citrus Juice Concentrates. *Journal Food Science & Nutrition*. 4: 103-109.
- O'Neil, M.J. 2013. *The Merck Index - An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals*. Cambridge. UK: Royal Society of Chemistry.
- Pal, P., Khannobis, S., dan Sarkar, T. 2013.. First Application of Fruit Juice of *Citrus limon* for Facile and Green Synthesis of Bis and Tris (Indolyl) Methanes in Water. *Chemistry Journal*. 3 (1): 7-12.
- Patil, S., Jadhav, S.D., dan Patil, U.P. 2012. Natural Acid Catalyzed Synthesis of Schiff Base under Solvent-free Condition: As a Green Approach, *Archives of Applied Science Research*. 4 (2): 1074-1078.
- Priyadi, S., Darmaji, P., Santoso, U., dan Hastuti, P. 2013. Khelasi Plumbum (Pb) dan Cadmium (Cd) Menggunakan Asam Sitrat pada Biji Kedelai. *AGRITECH*. 33 (4): 407-414.

- Qasim, M. 2011. Synthesis and Characterization of New Schiff Bases and Evaluation as Corrosion Inhibitors. *Journal of Basrah Researches (Sciences)*. 37 (4): 116-130.
- Rubiyanto, D. 2017. *Metode Kromatografi Prinsip Dasar, Praktikum & Pendekatan Pembelajaran Kromatografi*. Yogyakarta: CV. Budi Utama.
- Sana, S., Reddy, K.R., Rajanna, K.C., Venkateswarlu, M., dan Ali, M.M. 2012. Mortar-Pestle and Microwave Assisted Regioselective Nitration of Aromatic Compounds in Presence of Certain Group V dan VI Metal Salt under Solvent Free Conditions. *Journal of Organic Chemistry*, 2: 233-247
- Sankari, G., Kriahnamoorthy, E., Jayakumaran, S., Gunasekaran, S., Priya, V.V., Subramaniam, S. dan Mohan, S.K. 2010. Analysis of Serum Immunoglobulins Using Fourier Transform Infrared Spectral Measurements. *Biol. Med.* 2 (3): 42-48.
- Sarma, S., Bhowmik, A., Sarma, M.J., Banu, S., Phukan P., dan Das, D.K. 2018. Condensation Product Of 2-Hydroxy-1-Naphthaldehyde and 2-Aminophenol: Selective Fluorescent Sensor For Al^{3+} Ion and Fabrication Of Paper Strip Sensor For Al^{3+} Ion. *Inorganica Chimica Acta*. 469: 202–208.
- Sikarwar, P., Tomar, S., dan Singh, A.P. 2016. Synthesis, Characterization and Antimicrobial Activity of Transition Metal (II) Complexes of Schiff Bases Derived from 2-Aminophenol and Vanillin. *International Journal of Recent Trends in Engineering & Research (IJRTER)*. 2 (2): 221-229
- Singh, A.K., dan Quraishi, M.A. 2012. Study of Some Bidentate Schiff Bases of Isatin as Corrosion Inhibitors for Mild Steel in Hydrochloric Acid Solution. *Int. J. Electrochem. Sci.* 7: 3222-3241.
- Ummathur, M. B., Sayudevi, P., Krishnankutty. 2009. Schiff Bases of 3-[2-(1,3-benzothiazol-2-yl)hydrazinylidene] pentane-2,4-dione with Aliphatic Diamines and Their Metal Complexes. *The Journal of the Chemical Society*. 97: 31-39.
- Umoren, S.A., Eduok, U.M., Solomon, M.M., dan Udoh, A.P. 2011. Corrosion Inhibition by Leaves and Stem Extracts of *Sida Acuta* for Mild Steel in 1 M H_2SO_4 Solutions Investigated by Chemical and Spectroscopic Techniques. *Arabian Journal of Chemistry*: 1-16.
- Verma, C.B., dan Quraishi, M.A. 2014. Schiff's Bases of Glutamic Acid and Aldehydes as Green Corrosion Inhibitor for Mild Steel: Weight-Loss, Electrochemical and Surface Analysis. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*. 3 (7): 14601-14613.

- Yadav, G. dan Mani, J.V. 2013. Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Research (IJSR)* ISSN: 2319-7064.
- Yanuar, A.P., Pratikno, H., dan Titah, H.S. 2016. Pengaruh Penambahan Inhibitor Alami terhadap Laju Korosi pada Material Pipa dalam Larutan Air Laut Buatan. *JURNAL TEKNIK ITS*. 5 (2): 297-302.
- Zoubi, W.A., Hamdani, A.A.S., Ahmed, S.D., dan Ko, Y.G. 2017. Synthesis, Characterization, and Biological Activity of Schiff Bases Metal Complexes. *Journal of Physical Organic Chemistry*: 1-13.



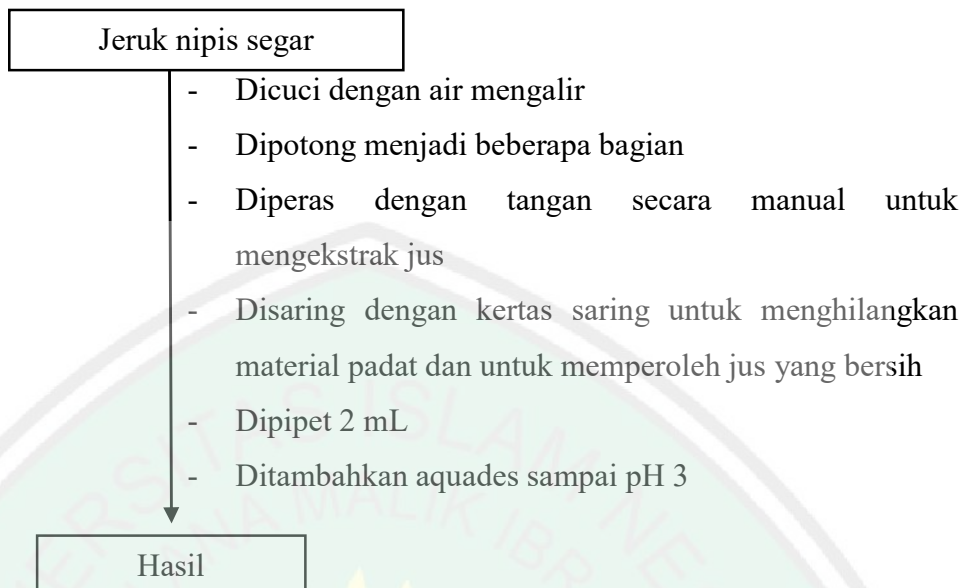
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

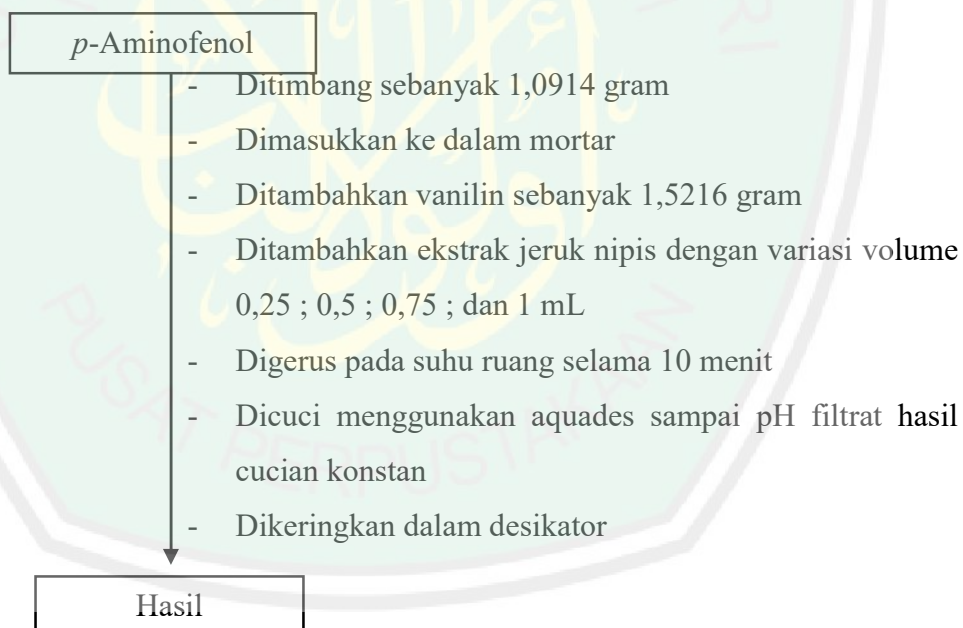


Lampiran 2. Diagram Alir

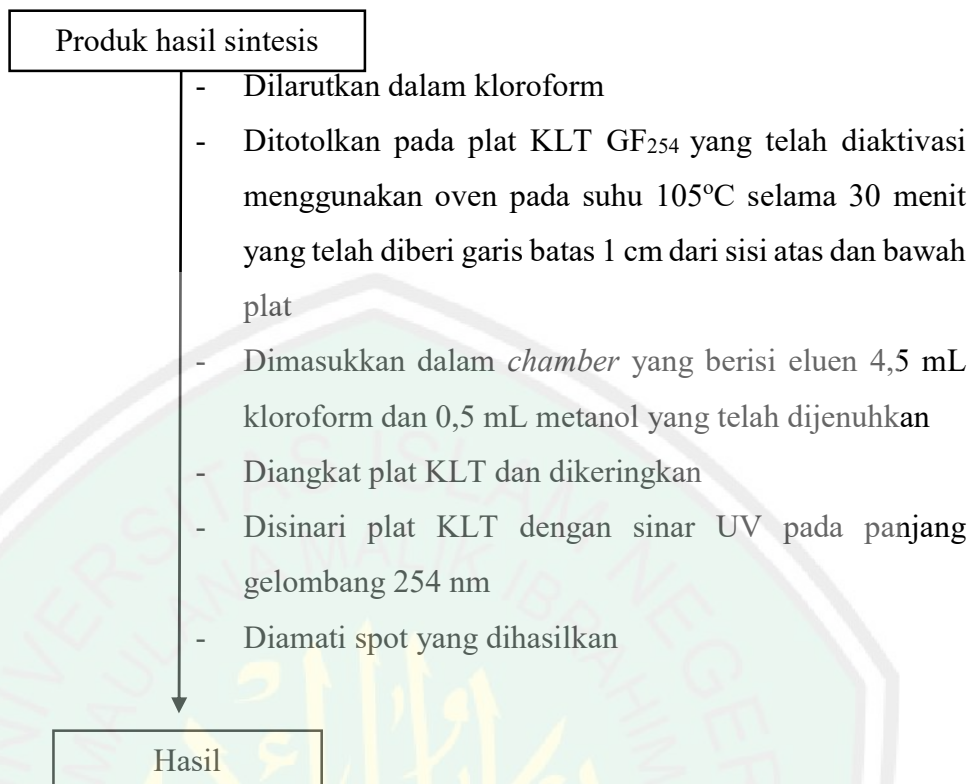
L.2.1 Preparasi katalis asam alami dari buah lemon



L.2.2 Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminofenol

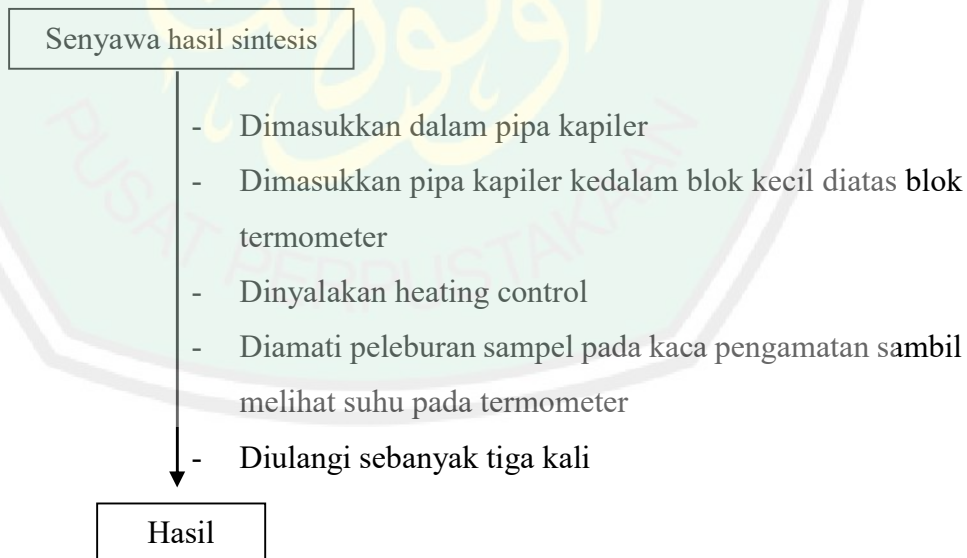


L.2.3 Monitoring Produk Hasil Sintesis Menggunakan KLT

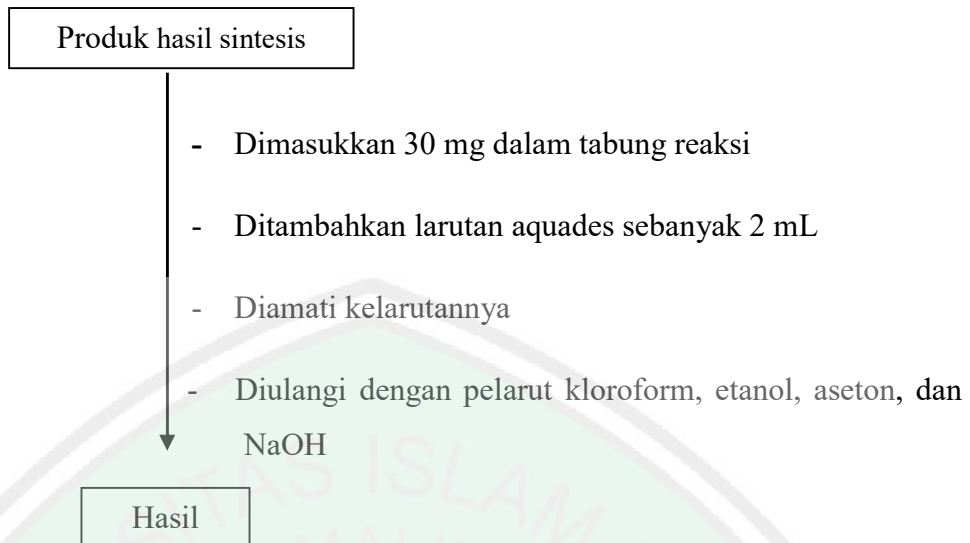


L.2.4 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis

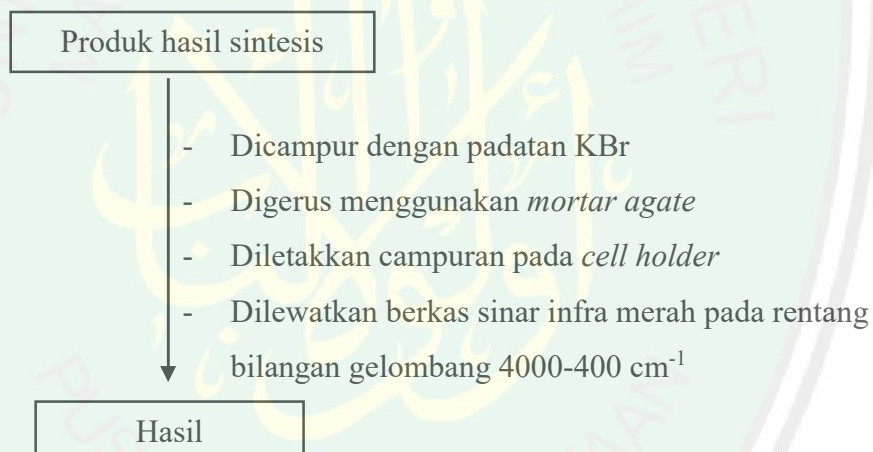
L.2.4.1 Uji Titik Leleh Senyawa Hasil Sintesis



L.2.4.2 Uji Kelarutan Senyawa Hasil Sintesis



L.2.4.3 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR



L.2.4.4 Identifikasi Menggunakan KG-SM

Produk hasil sintesis

- Dilarutkan dengan kloroform
- Diinjeksikan menggunakan *syringe* ke dalam tempat KG-SM Varian CP 3800/Saturn 2200 dengan kondisi operasional:

Jenis kolom	: AGILENT J&W VF-5MS
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: QP2010
Oven	: terprogram 100°C (5 menit) → 290 °C (25 menit)
Temperatur injektor	: 310 °C
Tekanan gas	: 20 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,49 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium

- Diamati hasil kromatogram dan spektra yang diperoleh

Hasil

Lampiran 3. Perhitungan

L.3.1 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin 10 mmol (1)

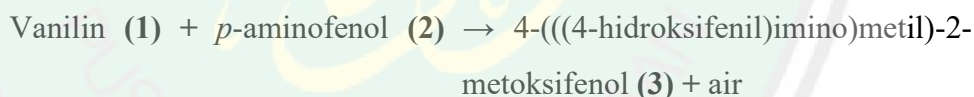
$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (1)} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{BM senyawa (1)} &= 152,16 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (1)} &= 0,001 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (1)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,001 \text{ mol} \times 152,16 \text{ g/mol} \\
 &= 1,5216 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

L.3.2 Perhitungan Pengambilan Massa *p*-Aminofenol 10 mmol (2)

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (2)} &= \text{C}_6\text{H}_7\text{NO} \\
 \text{BM senyawa (2)} &= 109,13 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (2)} &= 0,001 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,001 \text{ mol} \times 109,13 \text{ g/mol} \\
 &= 1,0913 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

L.3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 4-(((4-hidroksifenil)imino)metil)-2-metoksifenol (3)

Reaksi =



Reaksi	senyawa (1)	+	senyawa (2)	→	senyawa (3)
Mula-mula	0,01 mol		0,01 mol		-
Bereaksi	0,01 mol		0,01 mol		0,01 mol
Setimbang	-		-		0,01 mol

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (3)} &= \text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{NO}_3 \\
 \text{BM senyawa (3)} &= 243,27 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (3)} &= 0,01 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (3)} &= \text{mol} \times \text{BM}
 \end{aligned}$$

$$= 0,01 \text{ mol} \times 243,27 \text{ g/mol}$$

$$= 2,4327 \text{ g}$$

L.3.4 Pembuatan Larutan NaOH 0,5 M

Rumus molekul senyawa	= NaOH
BM senyawa	= 40 g/mol
Volume larutan	= 100 mL
Konsentrasi larutan	= 0,5 M
Mol senyawa	= Konsentrasi x Volume
	= 0,5 M x 0,1 L
	= 0,05 mol
Massa senyawa	= mol x BM
	= 0,05 mol x 40 g/mol
	= 2 gram

L.3.5 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M

Konsentrasi HCl mula-mula	= 37%
Massa jenis HCl	= 1190 g/L
Volume HCl yang akan dibuat	= 1 Liter
Massa molekul HCl	= 36,5 gram/mol
Konsentrasi HCl mula-mula (M)	= $\frac{\text{Massa jenis} \times \text{Konsentrasi HCl Mula-mula}}{\text{Massa molekul}}$
	= $\frac{1190 \frac{\text{g}}{\text{L}} \times 37\%}{36,5 \text{ g/mol}}$
	= 12,06 M
Pengenceran	= $C_1 V_1 = C_2 V_2$
V_1	= $\frac{0,1 \text{ M} \times 1 \text{ L}}{12,06 \text{ M}}$
	= 0,0083 L = 8,3 mL

L.3.6 Pembuatan Larutan Induk Inhibitor 10000 ppm

Volume larutan yang dibutuhkan = 100 mL

Massa basa Schiff yang ditambahkan = Konsentrasi (ppm) x volume

$$= 10000 \text{ ppm} \times 0,1 \text{ L}$$

$$= 1000 \text{ mg} = 1 \text{ gram}$$

L.3.7 Pengenceran Larutan Induk Inhibitor 10000 ppm menjadi 1000, 2000, 3000, dan 4000 ppm

Pengenceran = $C_1 V_1 = C_2 V_2$

Contoh :

$$V_1 = \frac{0,1 \text{ M} \times 1 \text{ L}}{12,06 \text{ M}} = 0,0083 \text{ L} = 8,3 \text{ mL}$$

Tabel L.2.1 Hasil perhitungan pengenceran larutan induk inhibitor

No	C ₁ (ppm)	C ₂ (ppm)	V ₁ (mL)	V ₂ (mL)
1	10000	1000	5	50
2	10000	2000	10	50
3	10000	3000	15	50
4	10000	4000	20	50

L.3.8 Perhitungan Rendemen

Massa yang didapat

1. Volume 1 mL = 2,4801 g

$$\begin{aligned} \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{2,4801 \text{ g}}{2,6130 \text{ g}} \times 100 \% = 94,91 \% \end{aligned}$$

2. Volume 0,75 mL = 2,3439 g

$$\begin{aligned} \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \end{aligned}$$

$$= \frac{2,3439 \text{ g}}{2,6145 \text{ g}} \times 100 \% = 89,65 \%$$

3. Volume 0,5 mL = 2,1868 g

$$\begin{aligned} \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{2,1868 \text{ g}}{2,6143 \text{ g}} \times 100 \% = 83,65 \% \end{aligned}$$

4. Volume 0,25 mL = 1,9859 g

$$\begin{aligned} \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,9859 \text{ g}}{2,6135 \text{ g}} \times 100 \% = 75,98 \% \end{aligned}$$

L.3.9 Pengamatan titik leleh produk

Ulangan	Titik Leleh (°C)			
	P _{0,25}	P _{0,50}	P _{0,75}	P _{1,00}
1	188-191	191-194	189-192	192-194
2	188-191	191-193	189-192	192-194
3	187-189	191-194	190-192	192-194
Rata-rata	187,6-189,6	191-193,6	189,3-192	192-194

L.3.10 Perhitungan R_f Hasil KLT

$$\text{Rf Vanilin} = \frac{5,8 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,72 \text{ cm}$$

$$\text{Rf } p\text{-Anisidin} = \frac{1,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,21 \text{ cm}$$

$$\begin{aligned} \text{Rf Produk I (0,25 mL)} &= \frac{1,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,21 \text{ cm} \\ &= \frac{2,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,34 \text{ cm} \\ &= \frac{5,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,71 \text{ cm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 R_f \text{ Produk II (0,50 mL)} &= \frac{1,6 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,20 \text{ cm} \\
 &= \frac{2,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,34 \text{ cm} \\
 &= \frac{5,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,71 \text{ cm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 R_f \text{ Produk III (0,75 mL)} &= \frac{1,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,21 \text{ cm} \\
 &= \frac{2,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,34 \text{ cm} \\
 &= \frac{5,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,71 \text{ cm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 R_f \text{ Produk IV (1 mL)} &= \frac{1,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,21 \text{ cm} \\
 &= \frac{2,8 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,35 \text{ cm} \\
 &= \frac{5,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,71 \text{ cm}
 \end{aligned}$$

L.3.1.11 Perhitungan Nilai Efisiensi Inhibitor

$$\text{Rumus: } \% EI = \frac{W_o - W_f}{W_o} \times 100\%$$

$$\text{Contoh: } \% EI = \frac{0,0624 - 0,0133}{0,0624} \times 100\% = 78,67\%$$

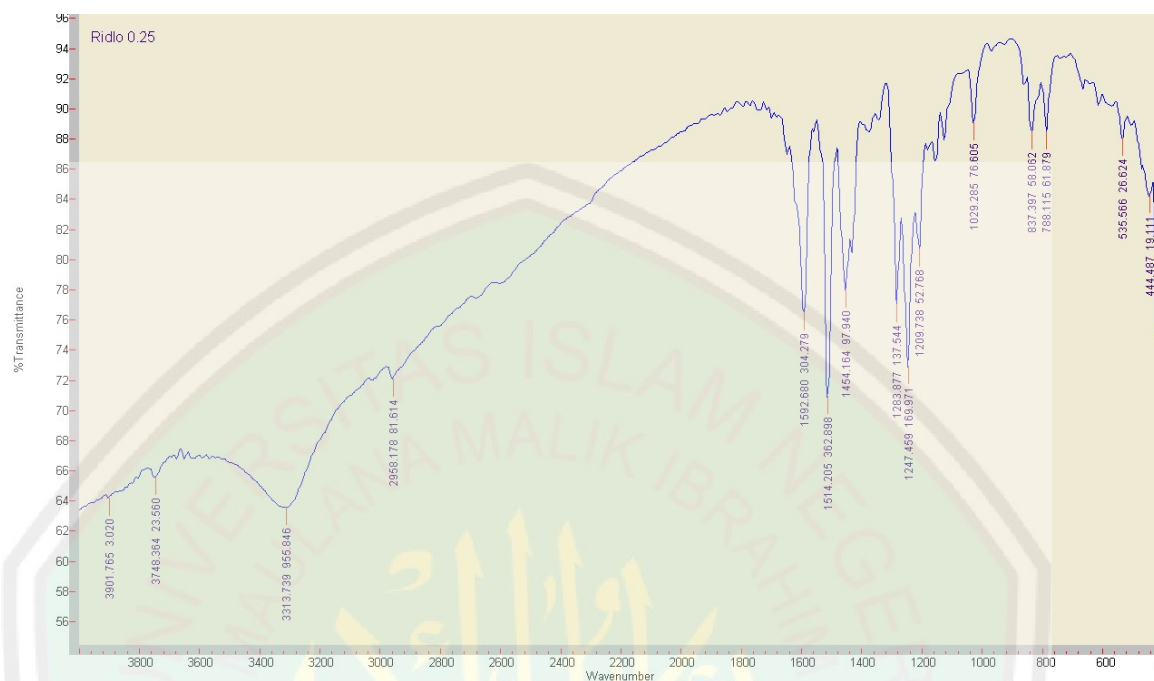
Tabel 3.1 Hasil nilai efisiensi inhibitor

Konsentrasi	Ulangan	M1 (gr)	M2 (gr)	W (gr)	Wf (gr)	EI (%)
1000 ppm	I	0,6472	0,6342	0,0130	0,0133	78,67
	II	0,6475	0,6339	0,0136		
2000 ppm	I	0,6515	0,6264	0,0251	0,0259	58,54
	II	0,6490	0,6224	0,0266		
3000 ppm	I	0,6461	0,6077	0,0384	0,0389	37,61
	II	0,6480	0,6086	0,0394		
4000 ppm	I	0,6447	0,6037	0,0410	0,0444	28,79
	II	0,6436	0,5958	0,0478		

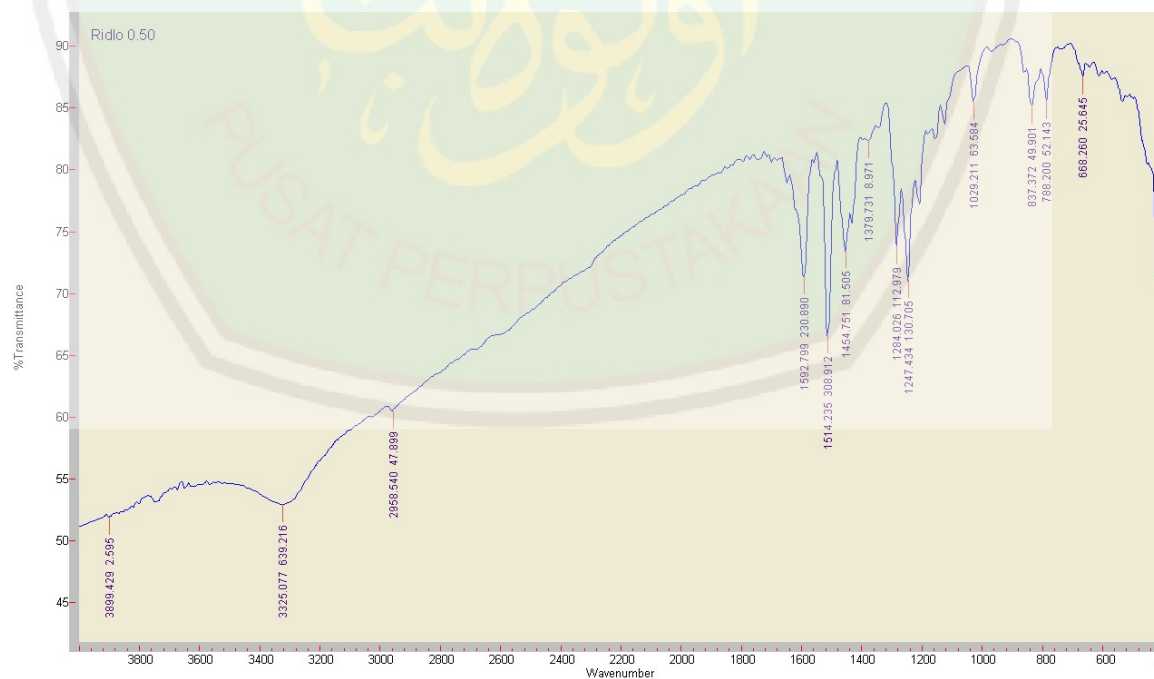
Lampiran 4. Hasil Karakteriasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan FT-IR

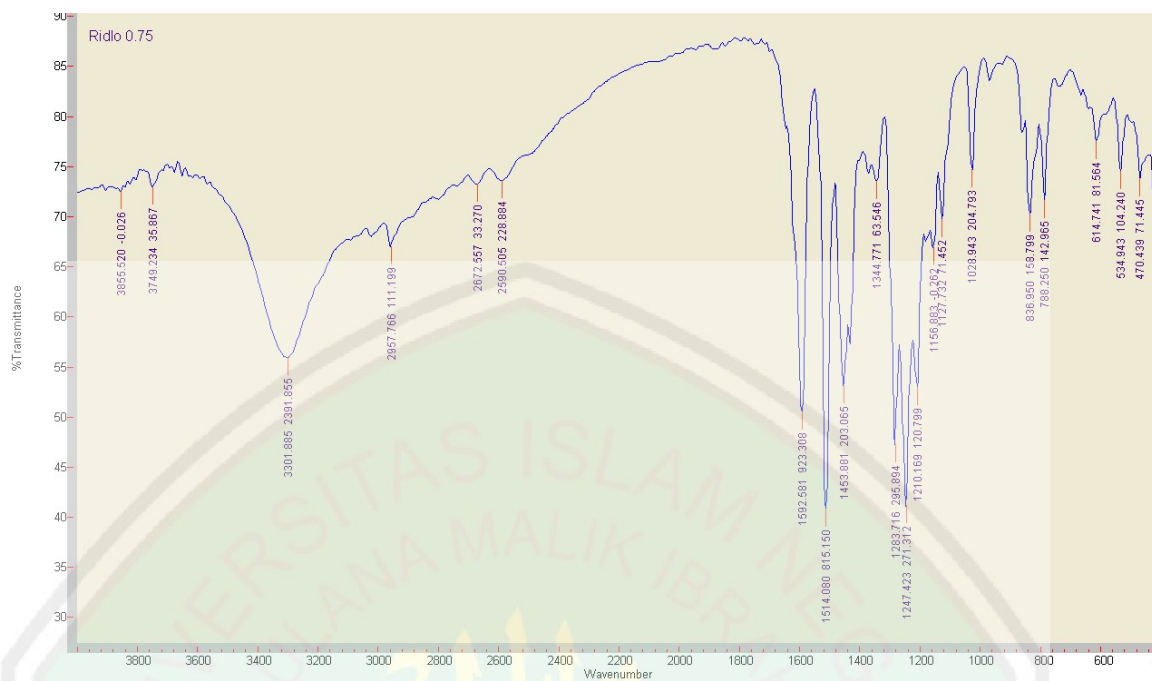
L.4.1.1 Hasil Karakterisasi Produk I (0,25 mL)



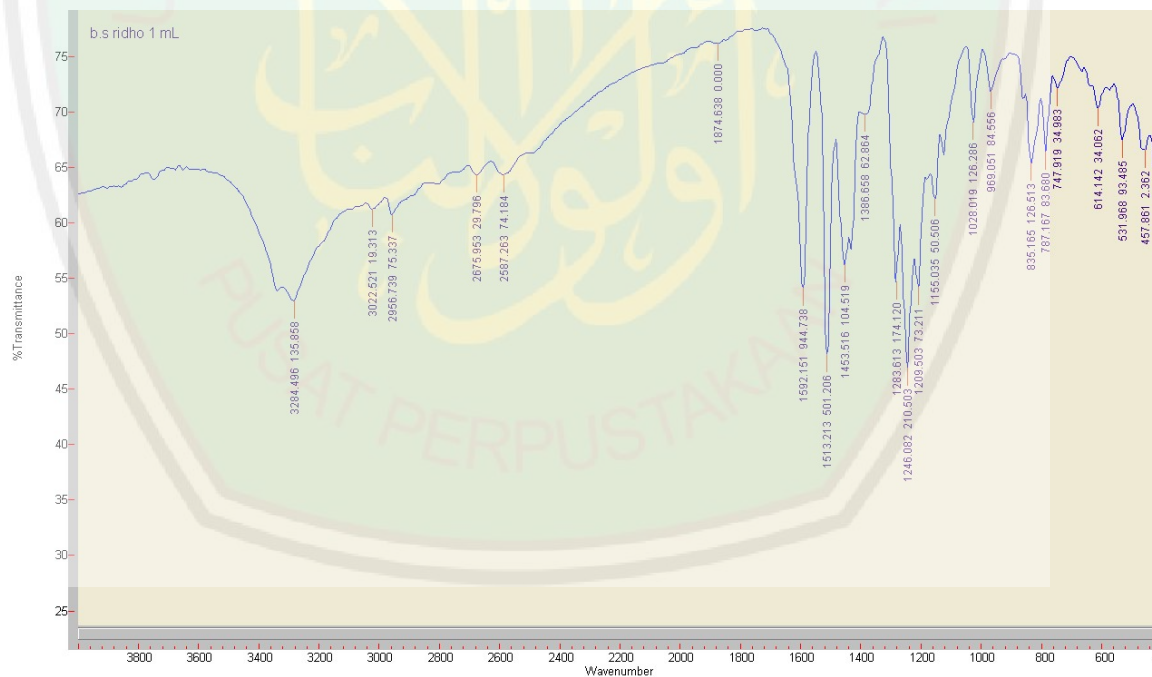
L.4.1.2 Hasil Karakterisasi Produk I (0,50 mL)



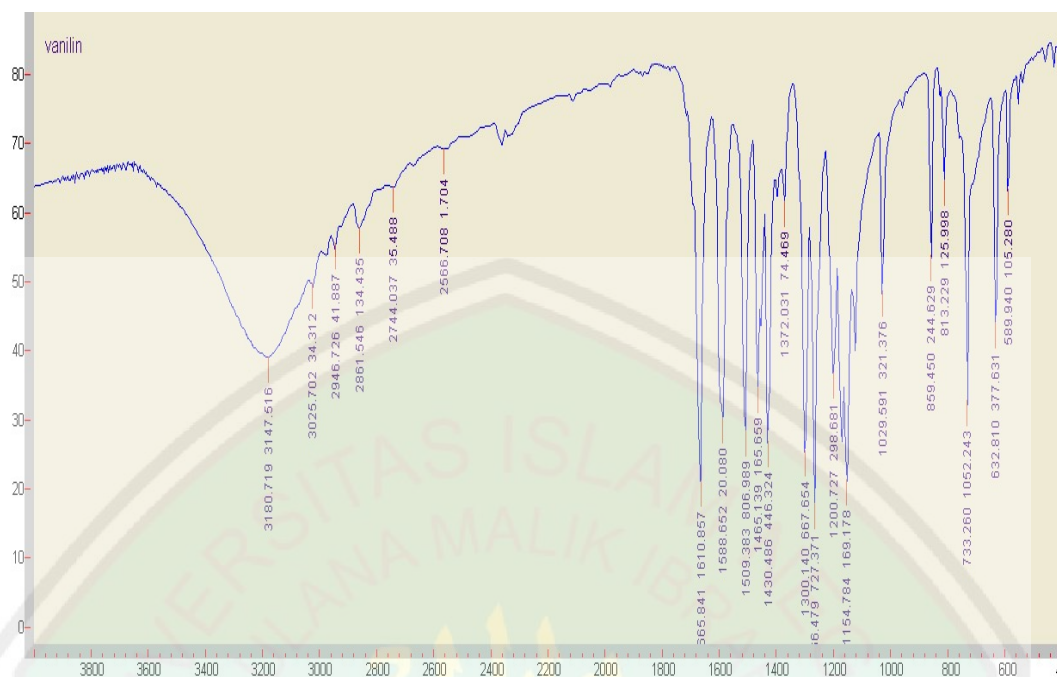
L.4.1.3 Hasil Karakterisasi Produk I (0,75 mL)



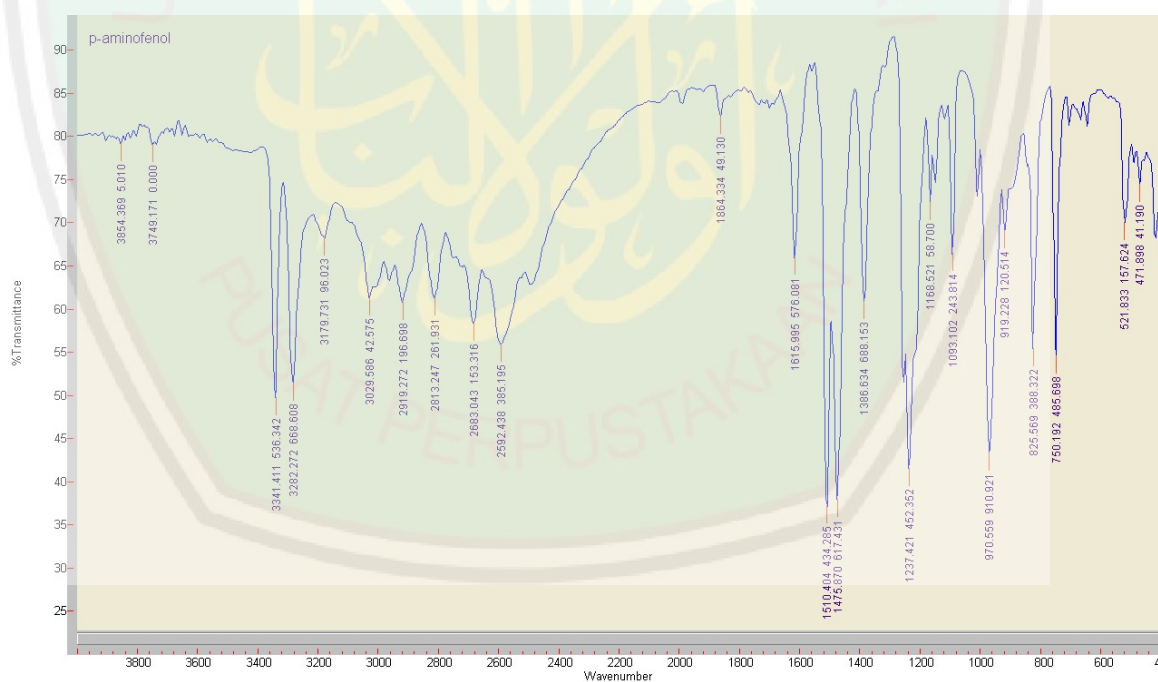
L.4.1.4 Hasil Karakterisasi Produk I (1 mL)



L.4.1.5 Hasil Karakterisasi Vanilin

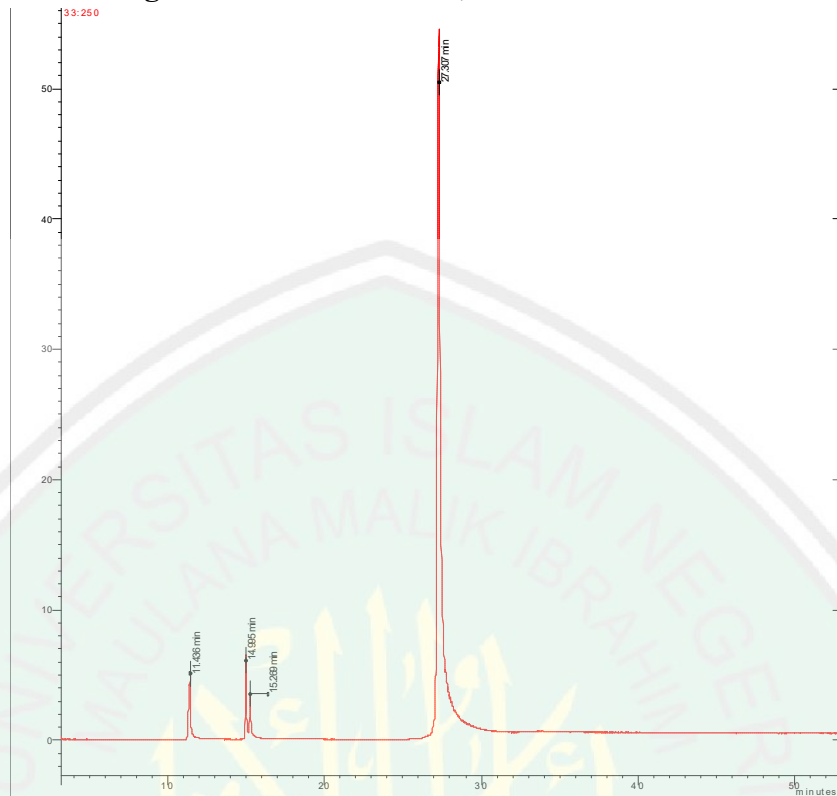


L.4.1.6 Hasil Karakterisasi *p*-Aminofenol

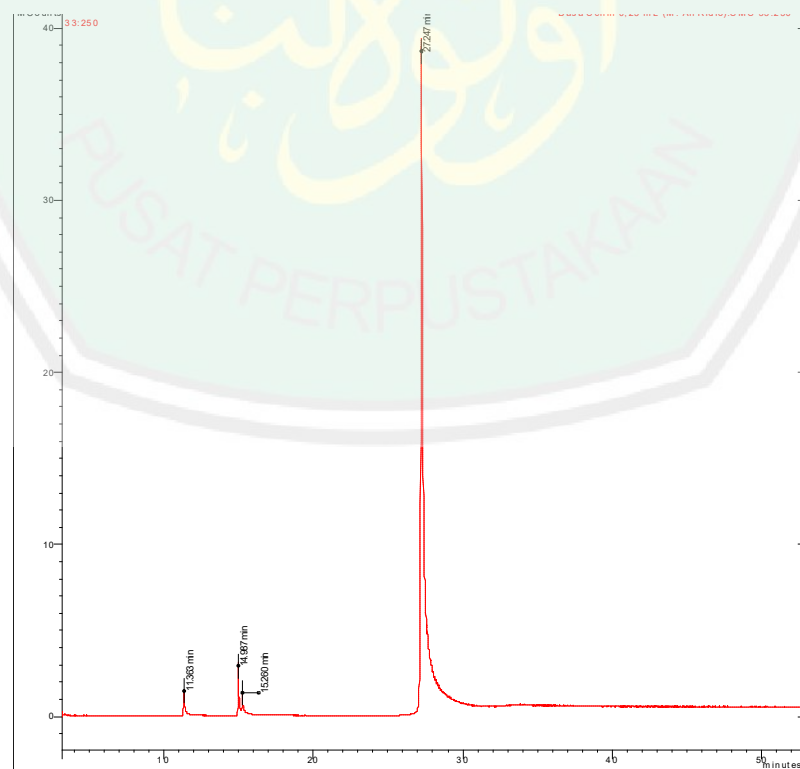


L.4.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan KG-SM

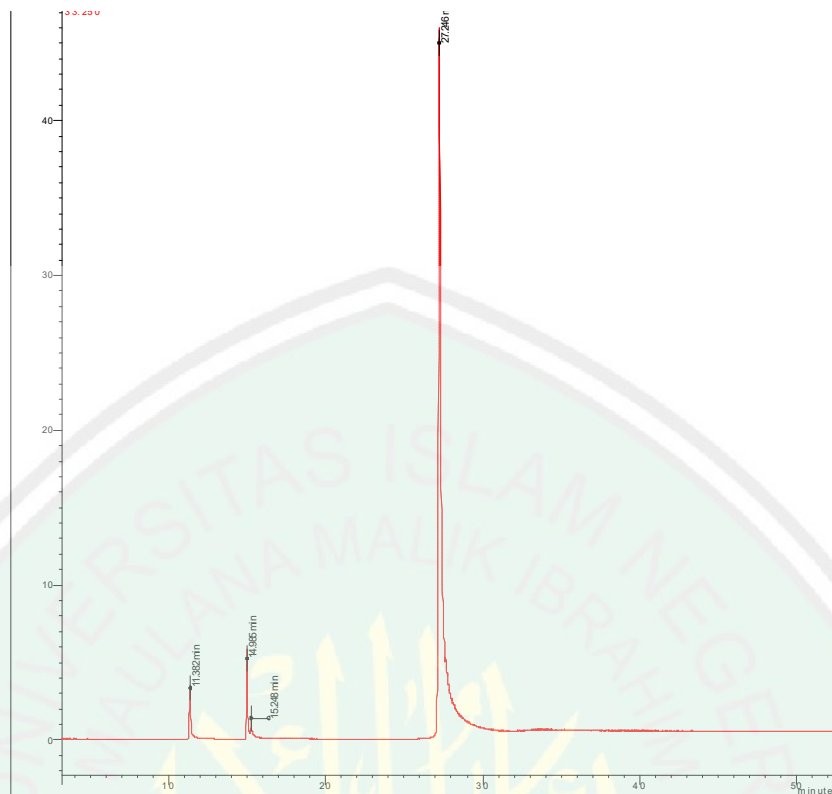
L.4.1.1 Kromatogram Produk Variasi 0,25 mL



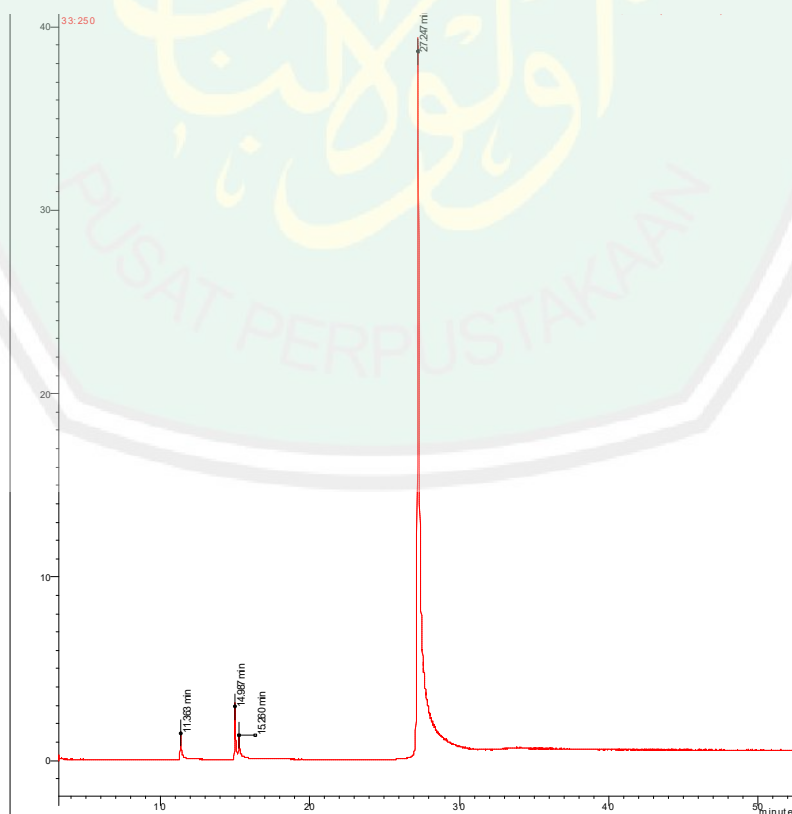
L.4.1.2 Kromatogram Produk Variasi 0,5 mL



L.4.1.3 Kromatogram Produk Variasi 0,75 mL

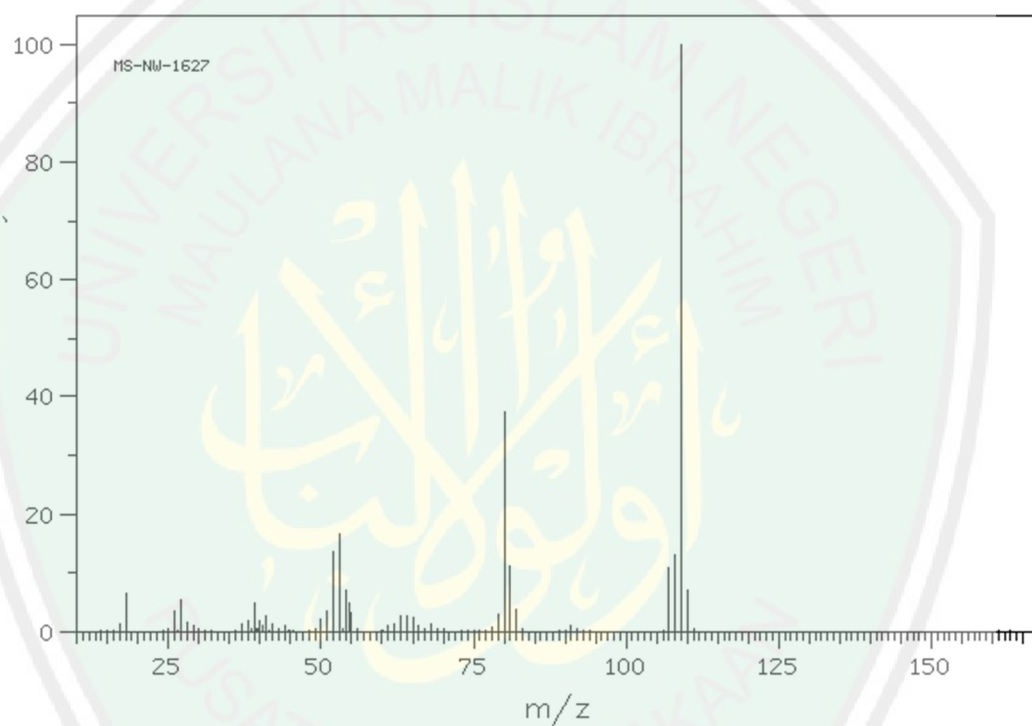
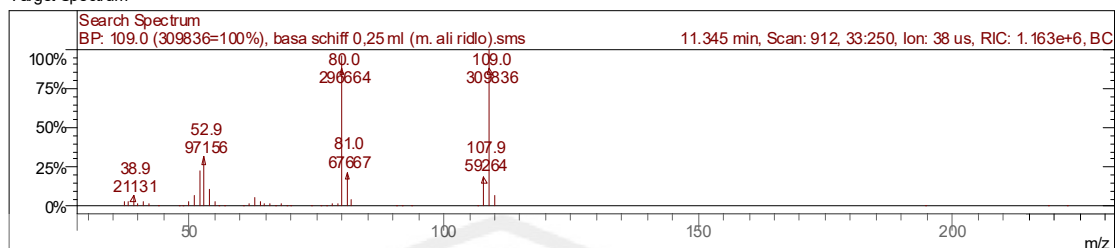


L.4.1.4 Kromatogram Produk Variasi 1,00 mL

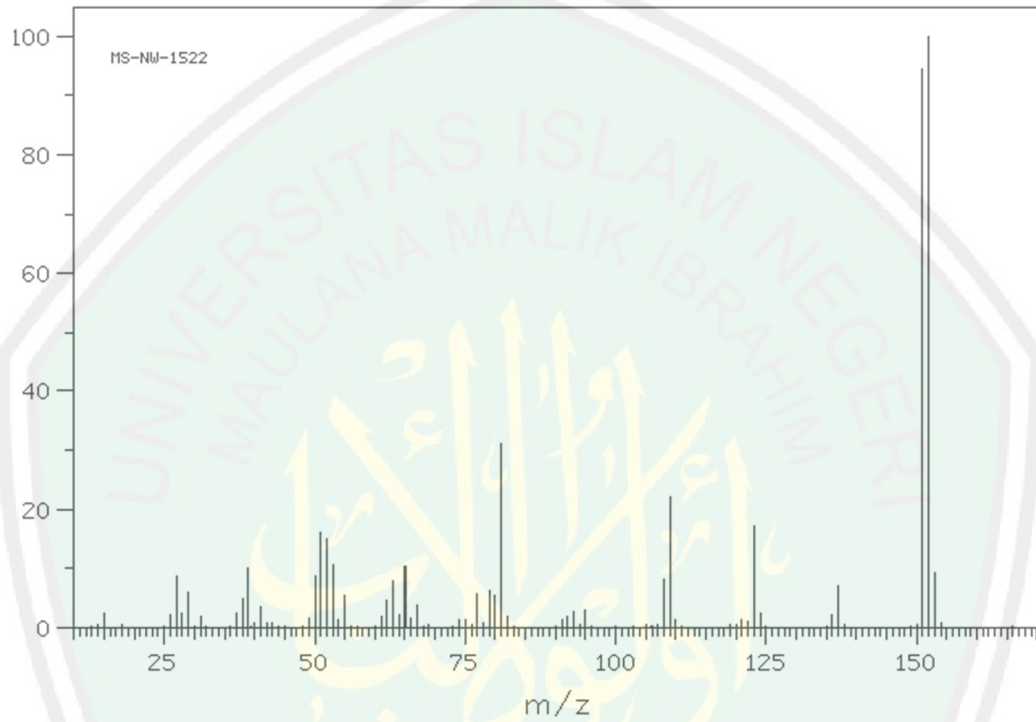
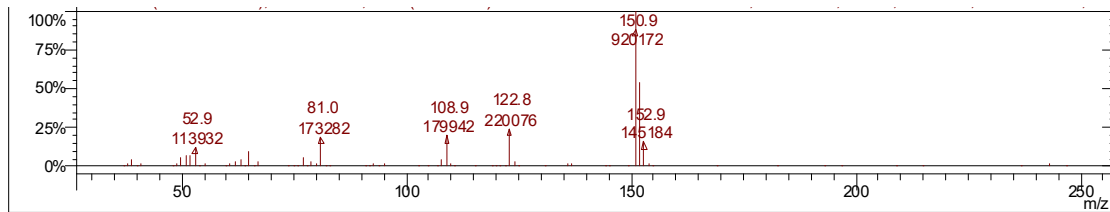


L.4.1.5 Hasil Spektra Massa Puncak 1

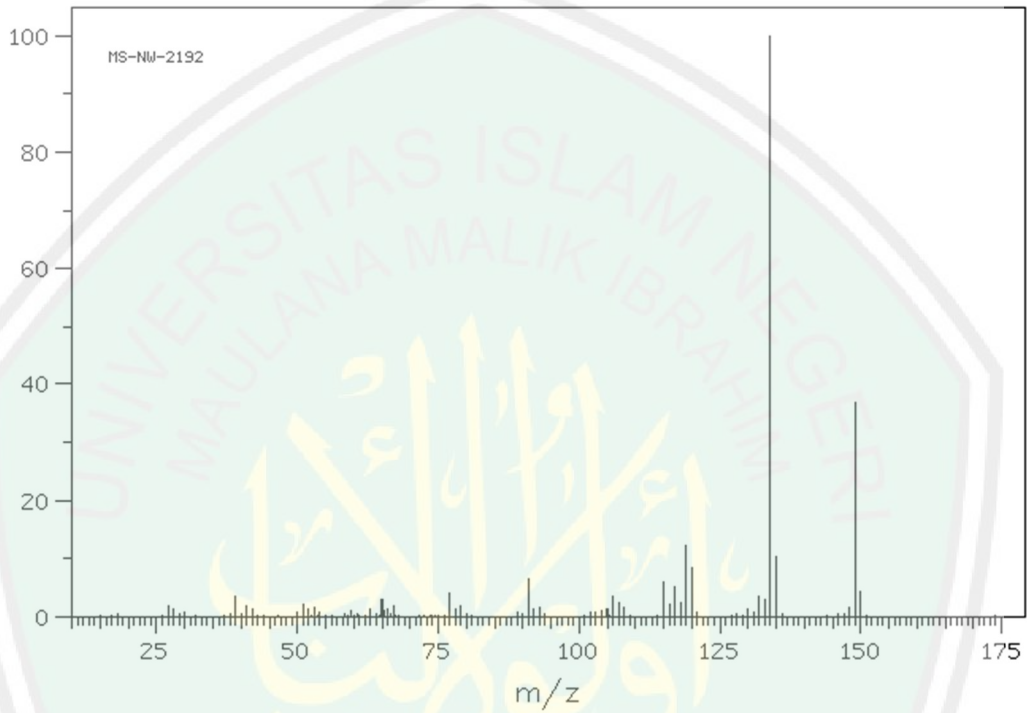
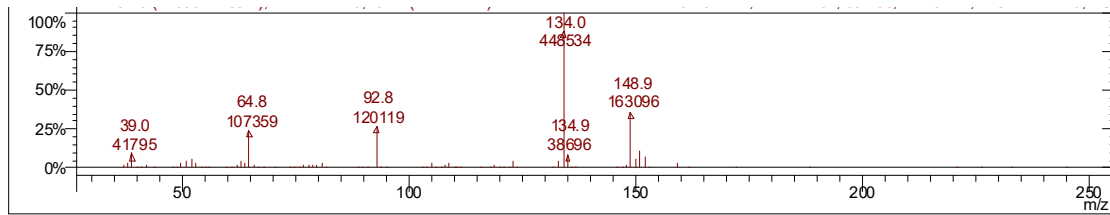
Target Spectrum



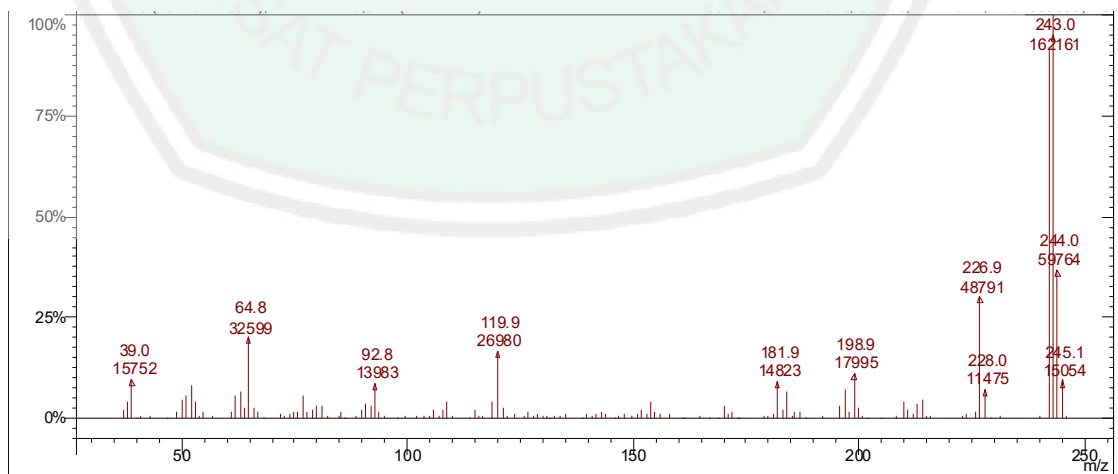
L.4.1.6 Hasil Spektra Massa Puncak 2



L.4.1.7 Hasil Spektra Massa Puncak 3



L.4.1.8 Hasil Spektra Massa Puncak 4



Lampiran 5. Dokumentasi

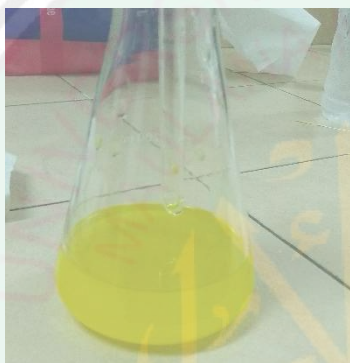
L.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff



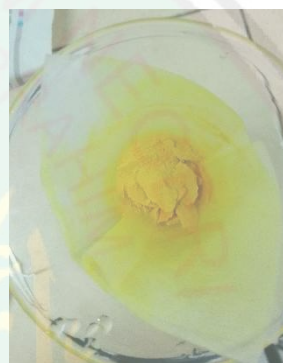
Jeruk Nipis yang Dijadikan Katalis



Hasil Penggerusan



Filtrat Hasil Pencucian

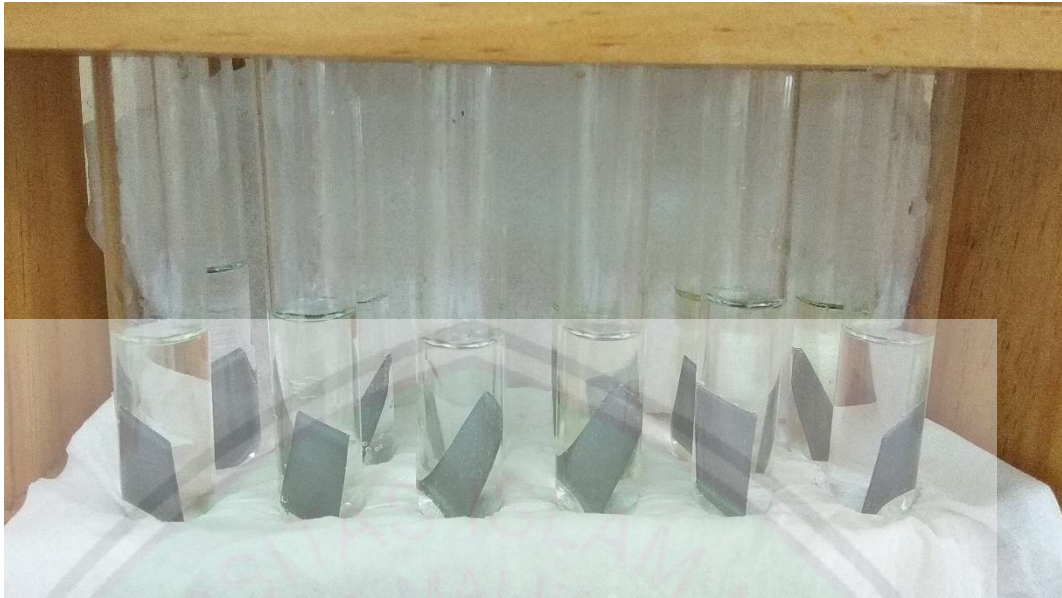


Padatan Sintesis Setelah Dilakukan Pencucian

L.5.2 Uji Inhibitor Korosi



Uji Efisiensi Inhibitor Vanilin



Uji Efisiensi Inhibitor *p*-Aminofenol



Uji Efisiensi Inhibitor Basa Schiff