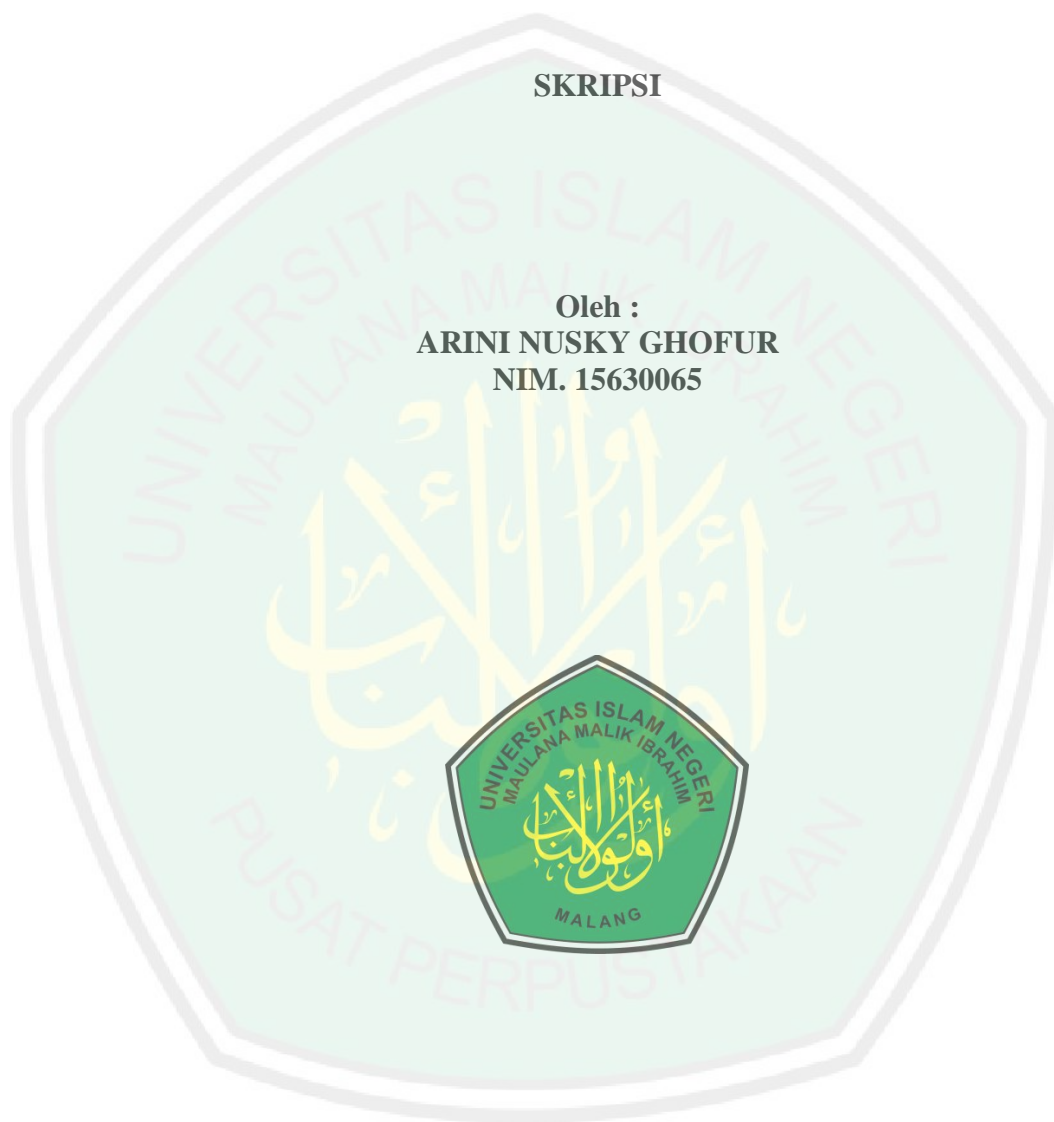


**GREEN SYNTHESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOASETOFENON SERTA APLIKASINYA SEBAGAI INHIBITOR
KOROSI TERHADAP LOGAM BESI DALAM MEDIA LARUTAN NaCl**

SKRIPSI

Oleh :
ARINI NUSKY GHOFUR
NIM. 15630065



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

**GREEN SYNTHESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOASETOFENON SERTA APLIKASINYA SEBAGAI INHIBITOR
KOROSI TERHADAP LOGAM BESI DALAM MEDIA LARUTAN NaCl**

SKRIPSI

Oleh :
ARINI NUSKY GHOFUR
NIM. 15630065

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**

**GREEN SYNTHESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOASETOFENON SERTA APLIKASINYA SEBAGAI INHIBITOR
KOROSI TERHADAP LOGAM BESI DALAM MEDIA LARUTAN NaCl**

SKRIPSI

Oleh :
ARINI NUSKY GHOFUR
NIM. 15630065

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 06 November 2019

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Mochamad Imamudin, Lc, M.A
NIP. 19740602 200901 1 010

Mengetahui,
Ketua Jurusan



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

**GREEN SYNTHESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOASETOFENON SERTA APLIKASINYA SEBAGAI INHIBITOR
KOROSI TERHADAP LOGAM BESI DALAM MEDIA LARUTAN NaCl**

SKRIPSI

Oleh :
ARINI NUSKY GHOFUR
NIM. 15630065

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 06 November 2019

Penguji Utama	: Himmatul Baroroh, M.Si NIP. 19750730 200312 2 001	(.....)
Ketua Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
Sekretaris Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	(.....)
Anggota Penguji	: Mochamad Imamudin, Lc, M.A NIP. 19740602 200901 1 010	(.....)



**Mengetahui,
Ketua Jurusan**

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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama : Arini Nusky Ghofur

NIM : 15630065

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Skripsi : “*Green Synthesis* Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon serta Aplikasinya Sebagai Inhibitor Korosi Terhadap Logam Besi dalam Media Larutan NaCl”

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis benar-benar merupakan hasil karya sendiri, bukan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, 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, 13 November 2019

Yang membuat pernyataan,



Arini Nusky Ghofur
NIM. 15630065

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul '*Green Synthesis* Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon serta Aplikasinya Sebagai Inhibitor Korosi Terhadap Logam Besi dalam Media Larutan NaCl'. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan Strata Satu (S1) di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Selanjutnya penulis mengucapkan terima kasih seiring do'a dan harapan kepada semua pihak yang telah membantu dalam proses penyelesaian laporan hasil penelitian ini. Ucapan terima kasih penulis disampaikan kepada :

1. Ibu Siti Rohimah, BA dan Bapak Abdul Ghofur, S.Pd yang senantiasa memberikan doa, restu serta semangat kepada penulis.
2. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen pembimbing I, Bapak Mochamad Imamudin, Lc, M.A selaku pembimbing II dan Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen konsultan yang telah membimbing, mengarahkan serta memberikan motivasi selama proses penyelesaian skripsi ini.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Seluruh Bapak dan Ibu dosen, serta laboran Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Teman-teman seperjuangan Kimia 2015 dan semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Dengan memohon ridho Allah SWT, semoga Allah SWT melimpahkan rahmat dan balasan kepada semua pihak yang telah membantu proses penyelesaian skripsi ini. Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini terdapat kekurangan. Oleh karena itu, saran dan kritik dari berbagai pihak diharapkan demi terwujudnya karya tulis yang lebih baik. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan penulis.

Malang, 13 November 2019

Penulis



HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, Alhamdulillah, Alhamdulillah. Dengan izin Allah, skripsi ini dapat selesai dan semoga semuanya diberkahi oleh Allah SWT. Skripsi ini saya persembahkan kepada :

1. Ibu dan Ayah (Siti Rohimah dan Abdul Ghofur), yang selalu memberikan doa, support dan kasih sayang tiada tara.
2. Dek Kenzi dan Mas Iim, yang selalu mensupport selama pengerjaan skripsi ini.
3. Teman-teman Kimia B 2015 (Rahayu, Ila Sajja, Nawang dll) yang selalu memberikan semangat dan senyuman, sehingga skripsi ini dapat selesai.
4. Teman-teman sepenelitian (Evitri, Surur, Nada, Burhan, Ridlo, Ruroh, dll) yang selalu berusaha kompak selama berada di Lab. Organik tercinta ☺

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
المستخلص	xv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	5
1.5 Batasan Masalah	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Vanilin	7
2.2 <i>p</i> -Aminoasetofenon	8
2.3 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Penggerusan	9
2.4 Katalis Asam Alami dari Ekstrak Belimbing Wuluh	10
2.5 <i>Green Synthesis</i> Senyawa Basa Schiff Menggunakan Katalis Alami	11
2.6 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis	12
2.6.1 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR	12
2.6.2 Identifikasi Menggunakan KG-SM	14
2.7 Korosi	14
2.7.1 Inhibitor Korosi.....	16
2.7.2 Metode Gravimetri (<i>Weight Loss Measurement</i>).....	17
BAB III METODOLOGI	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan	19
3.2.1 Alat	19
3.2.2 Bahan	19
3.3 Tahapan Penelitian	19
3.4 Cara Kerja	20
3.4.1 Preparasi Katalis Asam Alami dari Ekstrak Belimbing Wuluh	20
3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan <i>p</i> -Aminoasetofenon Menggunakan Katalis Ekstrak Belimbing	

Wuluh dengan Metode Penggerusan	20
3.4.3 Monitoring Produk Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	21
3.4.4 Uji Titik Lebur Senyawa Produk Sintesis	22
3.4.5 Uji Kelarutan Senyawa Produk Sintesis	22
3.4.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR	22
3.4.7 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM	23
3.4.8 Uji Efisiensi Inhibitor	23
3.4.8.1 Pembuatan Spesimen Uji	23
3.4.8.2 Pembuatan Larutan Inhibitor	23
3.4.8.3 Pengujian Efisiensi Inhibitor	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Senyawa 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)-fenil)etanon dengan Menggunakan Katalis Ekstrak Belimbing Wuluh	25
4.2 Uji Kelarutan Senyawa Produk Sintesis	27
4.3 Monitoring Produk Sintesis Basa Schiff dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	29
4.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR	31
4.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM	33
4.6 Uji Efisiensi Inhibitor Korosi	40
4.7 Perspektif Islam terhadap Sintesis Basa Schiff dan Aplikasinya sebagai Inhibitor Korosi pada Logam Besi	42
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	47
5.2 Saran	47
DAFTAR PUSTAKA	48
LAMPIRAN	54

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur senyawa vanilin	7
Gambar 2.2	Struktur senyawa <i>p</i> -aminoasetofenon	8
Gambar 2.3	Reaksi umum sintesis senyawa basa Schiff	10
Gambar 2.4	Buah belimbing wuluh	11
Gambar 2.5	Dugaan reaksi sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan <i>p</i> -aminoasetofenon	11
Gambar 2.6	Spektra FTIR senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksi-fenil)imino)metil)fenol	13
Gambar 2.7	Mekanisme kerja inhibitor korosi organik pada permukaan logam	17
Gambar 4.1	Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari vanilin dan <i>p</i> -aminoasetofenon menggunakan katalis asam ekstrak belimbing wuluh	26
Gambar 4.2	Filtrat pencucian produk sintesis variasi volume katalis ekstrak belimbing wuluh (a) 1; (b) 0,5 dan (c) 0,25 mL	27
Gambar 4.3	Hasil uji kelarutan produk basa Schiff dalam (a) akuades, (b) klororform dan (c) NaOH 2 M	28
Gambar 4.4	Reaksi pada uji sifat kimia produk sintesis dalam NaOH	29
Gambar 4.5	Hasil monitoring produk sintesis dengan KLT (a) melalui Penyinaran UV 254 nm dan (b) tanpa penyinaran UV 254 nm	30
Gambar 4.6	Hasil spektra FTIR senyawa basa Schiff dan reaktan	31
Gambar 4.7	Kromatogram produk sintesis variasi 0,25 mL	35
Gambar 4.8	Spektra massa puncak 1 dalam kromatogram	36
Gambar 4.9	Pola fragmentasi senyawa vanilin	36
Gambar 4.10	Pola fragmentasi lain senyawa vanilin	37
Gambar 4.11	Spektra massa puncak 2 dalam kromatogram	37
Gambar 4.12	Pola fragmentasi senyawa <i>p</i> -aminoasetofenon	38
Gambar 4.13	Spektra massa puncak 3	39
Gambar 4.14	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon	39
Gambar 4.15	Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon	40

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Hasil pengamatan sifat fisik produk sintesis basa Schiff	26
Tabel 4.2	Hasil perhitungan nilai <i>R_f</i> pada monitoring produk sintesis dengan KLT	29
Tabel 4.3	Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk sintesis	32
Tabel 4.4	Hasil identifikasi kemurnian produk pada setiap variasi volume katalis	34
Tabel 4.5	Data waktu retensi setiap puncak kromatogram produk sintesis variasi volume katalis ekstrak belimbing wuluh 0,25 mL	34
Tabel 4.6	Nilai efisiensi inhibitor reaktan dan basa Schiff dalam media NaCl 3,5%	41
Tabel L3.1	Data luas area produk sintesis variasi 0 mL	61
Tabel L3.2	Data luas area produk sintesis variasi 0,25 mL	61
Tabel L3.3	Data luas area produk sintesis variasi 0,50 mL	62
Tabel L3.4	Data luas area produk sintesis variasi 1 mL	62
Tabel L3.5	Hasil sintesis produk basa Schiff	63
Tabel L3.6	Hasil pengamatan titik lebur produk sintesis	64
Tabel L3.7	Massa logam besi sebagai standart	66
Tabel L3.8	Nilai efisiensi inhibitor dari <i>p</i> -aminoasetofenon dalam media korosi NaCl 3,5%	67
Tabel L3.9	Nilai efisiensi inhibitor dari vanilin dalam media korosi NaCl 3,5%	67
Tabel L3.10	Penentuan nilai efisiensi inhibitor dari senyawa basa Schiff dalam media korosi NaCl 3,5%	68

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Percobaan.....	54
Lampiran 2. Diagram Alir.....	55
Lampiran 3. Perhitungan.....	60
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi.....	69
Lampiran 5. Dokumentasi.....	109



ABSTRAK

Ghofur, Arini Nusky. 2019. **Green Synthesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon serta Aplikasinya sebagai Inhibitor Korosi terhadap Logam Besi dalam Media Larutan NaCl**. Laporan Hasil Penelitian. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M. Sc; Pembimbing II: Mochamad Imamudin, Lc, M.A; Konsultan: Rachmawati Ningsih, M. Si

Kata kunci: Basa Schiff, katalis asam alami ekstrak belimbing wuluh, vanilin, *p*-aminoasetofenon, inhibitor korosi

Basa Schiff merupakan produk reaksi kondensasi antara senyawa karbonil (aldehida atau keton) dengan suatu gugus amina primer. Dalam penelitian ini, senyawa basa Schiff 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon dapat disintesis dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon menggunakan katalis asam alami ekstrak belimbing wuluh dengan metode penggerusan. Hal tersebut dilakukan untuk menggantikan katalis kimia yang bersifat bahaya dan dapat menimbulkan pencemaran lingkungan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui volume katalis ekstrak belimbing wuluh pada reaksi vanilin dan *p*-aminoasetofenon yang menghasilkan kemurnian tertinggi, karakteristik serta efisiensi inhibitor korosi pada produk sintesis.

Perbandingan mol reaktan yang digunakan yaitu 1:1 dengan variasi volume katalis 0; 0,25; 0,5 dan 1 mL. Proses penggerusan dilakukan selama 20 menit pada setiap varian. Produk sintesis ditentukan kemurnian, warna, wujud, titik leleh dan kelarutannya dalam pelarut akuades, kloroform serta NaOH 2 M. Produk sintesis diidentifikasi dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) silika GF₂₅₄ dan dikarakterisasi menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM) serta *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Selanjutnya, produk senyawa basa Schiff diaplikasikan sebagai inhibitor korosi pada logam besi dalam media NaCl 3,5%.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi volume katalis 0,25 mL menghasilkan kemurnian tertinggi yaitu 89,21%. Produk sintesis yang dihasilkan berupa padatan, berwarna coklat kekuningan dan mempunyai titik leleh berkisar antara 158-166°C. Produk sintesis dapat larut dalam kloroform dan tidak larut secara sempurna dalam akuades serta menghasilkan larutan kuning dalam NaOH 2 M. Identifikasi produk sintesis menghasilkan nilai *R_f* senyawa basa Schiff adalah 0,81. Spektra FTIR menunjukkan adanya serapan khas gugus imina (-C=N-) di daerah bilangan gelombang 1584-1583 cm⁻¹. Karakterisasi produk sintesis menggunakan KG-SM menghasilkan puncak pada waktu retensi 28,300 menit dengan *m/z* ion molekuler 269 yang sesuai dengan berat molekul senyawa target yaitu 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon. Nilai efisiensi inhibisi senyawa tersebut berkisar antara 48,28-84,48%.

ABSTRACT

Ghofur, Arini Nusky. 2019. **Green Synthesis of Schiff Base Compound from Vanillin and *p*-Aminoacetophenone as Corrosion Inhibitor for Iron Metal in NaCl Aqueous Media**. Research Report. Department of Chemistry, Faculty of Sains and Technology, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, M. Sc; Supervisor II: Mochamad Imamudin, Lc, M.A; Consultant: Rachmawati Ningsih, M. Si

Keyword: Schiff Base, natural acid catalyst of *Averrhoa bilimbi* L. extract, vanillin, *p*-aminoacetophenone, corrosion inhibitor

Schiff base is condensation product of carbonil compound (aldehyde or ketone) with a primary amine. In this research, Schiff base of 1-(4-((4-hydroxy-3-methoxybenzylidene)amino)phenyl)ethanone can be synthesized from vanillin and *p*-aminoacetophenone using natural acid catalyst of *Averrhoa bilimbi* L. extract with grinding method. It can change hazardous chemical catalyst that make enviromental pollution. The aim of research are to know the best purity from the variation of catalyst volume of *Averrhoa bilimbi* L. extract on reaction vanillin and *p*-aminoacetophenone, characteristic and corrosion inhibitor efficiency of synthesis product.

Vanillin and *p*-aminoacetophenone in a ratio 1:1 with a variation of catalyst volume of 0; 0,25; 0,5 and 1 mL. The grinding process on this synthesized for 20 minutes in each variation. The product synthesis were determined yield, color, form, melting point and it solubility on aquades, chloroform, and NaOH 2 M. The product were identified by Thin Layer Chromatography (TLC) silicate of GF₂₅₄, and characterized by Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS), and Fourier Transform Infra Red (FTIR). After that, the product was applied as corrosion inhibitor on iron metal in NaCl 3,5% media.

The result of research show that the catalyst volume 0,25 mL give the highest pure, it is 89,21%. The product is solid, brown yellow color and it has melting point between 158-166°C. The product can soluble in chloroform and it does not soluble completely in aquades as well as produce yellow solution in NaOH 2 M. The product identification of Schiff base *R_f* value is 0,81. FTIR spectra show a typical absorption of imine group (-C=N-) in 1584-1583 cm⁻¹. The synthesis product characterization using GC-MS is a peak in retention time 28,300 minutes with molecular ion *m/z* 269 which is suitable molecular mass of target compound, it is 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon. The inhibition efficiency of these compound were 48,28 to 84,48%.

المستخلص

غفور، أربي نوسكي. ٢٠١٩. *Green Synthesis* مستحضر شيف من الفانيلين مركب كيميائي و ب-أمينواسيتوفون مع تطبيقاته كمثبطات تاكل علي معدن الحديد في وسيطة المحلول كلوريد الصوديوم. تقرير نتيجة البحث. قسم الكيمياء، كلية العلوم و التكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف ١: أحمد حنفي، الماجستير؛ المشرف ٢: محمد إمام الدين، الماجستير. المستشار: رمواتي نينجسيه، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: مستحضر شيف، محفز الحمض الطبيعي المستخلص الفاكهة النجمة، الفانيلين، ب-أمينواسيتوفون، مثبطات تاكل

مستحضر شيف هو الانتاج التفاعل التكتيف بين المستحضر الكربونيل مجموعة أمينة رئيسية. في هذا البحث، مستحضر شيف ١-(٤-٤-هدروكسي-٣-البنزليدين ميثوكسي)أمينو(فينيل)- إيتانول تولفها من الفانيلين و ب-أمينواسيتوفون باستخدام محفز حمض طبيعي من مستخرج ستارفوه ولوه بالمنهج النظفية. طبق ذلك لتبديل الحفاز الكيميائي الضارة واستفز إلي التلوث البيئية. استهدف هذا البحث إلي معرفة مقدار الحفاز مستخلص نبات ستارفوه ولوه عن تفاعل الفانيلين ب-أمينواسيتوفونالذي يستنتج المحصول الرفيع، الخصوصية و فعالية المثبطات التاكل عن الانتاج التركيبي. مقارنة المول المتفاعل المستخدمة هي ١:١ بتنوع المقدار الحفاز ٠:٢٥:٠:٠,٥ و ١ ملي لترا. تقام عمليات التركيبية بمدة ٢٠ دقيقة في كل متغيرات. عين انتاج التركيبي الحصول، اللون، الوجود، نقطة الانصهار و النحلال في محلل أكواديس، كلوروفورم و محلول هيدروكسيد الصوديوم. حلل انتاج التركيبي اللوني الرقيقة و خصص باللوني الغاز المطياف الكتلة أيضا *Fourier Transform Infra Red*. يلبها طبق انتاج المستحضر الشيف كمثبطات التاكل عند معدن الحديد في الوسيطة كلوريد الصوديوم ٣,٥%.

استنتج نتيجة البحث أن تنوع المقدار الحفاز ٠,٢٥ ملي لترا يحصل أعلي نقاء يعني ٨٩,٢١%. الانتاجات التركيبية المحسولة هي المادة الصلبة، سمرة الصفراء اللون و يستحق نقطة الانصهار حوالي ١٥٨-١٦٦ سلسيوس. تنحل انتاج التركيبي في اللوني ولا تنحل في أكواديس تماما وينتجج الانصهار الأصفر في محلول هيدروكسيد الصوديوم. حصل نتيجة تحليل الانتاج التركيبي *Rf* مستحضر شيف هي ٠,٨١. أشار تحويل فورية للطيف بالأشعة تحت الحمراء علي وجود الامتصاص

الخاص لمجموعة إميّنا (-C=N-) في ولاية الأمواج الأرقام ١٥٨٣-١٥٨٤ سينتيميترا. خصوصية الانتاج التركيبي باستخدام اللوني الغاز المطيف الكتلة أن الذروة عند وقت الاستبقاء ٢٨,٣٠٠ دقيقة مع m/z أيون الجزئي ٢٦٩ المناسبة بوزن المركب الجزئي المستهدف ١-(٤)-((٤-هدروكسي-٣- البنزليدين ميثوكسي)أمينو)فينيل)إيتانول.



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Korosi merupakan permasalahan yang cukup merugikan kehidupan manusia, baik secara materi maupun teknis (Mahardika, dkk., 2016). Sebagaimana penelitian yang menyatakan bahwa, setiap tahun 4 negara macan Asia (Singapura, Hongkong, Korea Selatan, Taiwan dan Macau) mengeluarkan biaya sebesar US\$ 58,6 triliun untuk mengatasi permasalahan akibat adanya korosi di bidang pertanian, industri serta perbaikan yang diperlukan (NACE, 2016), sedangkan di Indonesia belum ada data secara akurat mengenai kerugian negara akibat peristiwa tersebut (Indocor, 2017). Dari segi teknis, kerusakan bangunan dapat mengancam keselamatan manusia (Mahardika, dkk., 2016). Kondisi ini tidak dapat dicegah, melainkan hanya dapat dikontrol laju reaksinya melalui pengecatan pada permukaan logam, membuat paduan logam dan penambahan inhibitor korosi (Bahri, 2007), seperti senyawa basa Schiff (Abbas, dkk., 2015; Mo, dkk., 2017).

Senyawa basa Schiff merupakan produk yang pertama kali ditemukan oleh ilmuwan kimia dari Jerman bernama Hugo Schiff pada tahun 1864. Senyawa ini terbentuk dari reaksi antara gugus amina primer dengan karbonil dari aldehida atau keton (Brodowska dan Chruscinska, 2014). Salah satu senyawa aldehida yang banyak ditemukan di alam adalah vanilin. Adanya gugus aldehida pada vanilin menyebabkan senyawa tersebut dapat bereaksi kondensasi dengan senyawa amina primer seperti anilina (Al Hakimi, dkk., 2017; Purwono, dkk., 2013), *p*-toluidin (Hasanah, dkk., 2017), *p*-anisidin (Adawiyah, 2017; Khasanudin, 2018) dan lain-lain, sehingga menghasilkan senyawa basa Schiff.

Sintesis senyawa basa Schiff dapat dilakukan melalui metode refluks atau konvensional yang umumnya menggunakan pelarut dan katalis kimia. Seperti halnya sintesis senyawa basa Schiff dengan menggunakan pelarut etanol melalui proses refluks selama 4 jam yang menghasilkan rendemen mencapai 99% (Singh, dkk., 2018). Adapun penggunaan etanol bersama katalis asam asetat dapat menghasilkan rendemen cukup tinggi yaitu mencapai 76,96% dengan proses refluks selama 1-2 jam (Shukla, dkk., 2017) dan 71% yang direfluks 2,5 jam (Adjeroud, dkk., 2016). Selain itu, sintesis senyawa basa Schiff juga dilakukan menggunakan pelarut metanol dan katalis asam klorida melalui refluks selama 3 jam yang menghasilkan rendemen 92% (Sarma, dkk., 2017). Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut, kelemahan dari metode konvensional yaitu membutuhkan waktu yang lama dan dapat menyebabkan pencemaran lingkungan akibat penggunaan katalis dan pelarut kimia. Firman Allah dalam Al Qur'an surah Ar Ruum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: *telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, Allah menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)* (Q.S Ar Ruum (30): 41).

Surat Ar Ruum ayat 41 menjelaskan bahwa, kerusakan di muka bumi yaitu daratan dan lautan dapat mengakibatkan ketidakseimbangan lingkungan. Kerusakan tersebut dilakukan oleh manusia yang menyebabkan Allah menurunkan siksaan kepadanya agar mereka dapat menyadari atas segala kesalahan yang telah

dilakukan dan bertaubat (Shihab, 2002). Berdasarkan tafsir ayat tersebut, penggunaan katalis dan pelarut kimia dalam sintesis senyawa basa Schiff dapat menyebabkan pencemaran lingkungan, sehingga perlu dilakukan penelitian dengan metode yang dapat meminimalisir hal ini yaitu *green synthesis*.

Metode *green synthesis* adalah metode sintesis senyawa basa Schiff yang bersifat lebih efektif. Salah satu metode tersebut yang dilakukan oleh peneliti yaitu penggunaan katalis alami untuk menggantikan katalis kimia (Patil, dkk., 2012). Seperti penelitian sintesis senyawa basa Schiff dengan bantuan katalis asam alami jeruk nipis melalui teknik penggerusan selama 10 menit yang menghasilkan rendemen sebesar 95,35 (Hanapi, 2017); 84,4 (Maila, 2016) dan 94,67% Khasanudin (2018). Penelitian lainnya, sintesis senyawa basa Schiff dilakukan dengan menggunakan katalis air jeruk lemon melalui penggerusan selama 15-180 menit yang menghasilkan rendemen cukup tinggi yaitu 72-100% (Patil, dkk., 2012). Yadav dan Mani (2013) juga berhasil melakukan sintesis senyawa basa Schiff menggunakan katalis jus anggur melalui metode *stir* selama 5-10 menit dengan rendemen 73,54-93,6%. Kelebihan metode *green synthesis* melalui penggunaan katalis alami yaitu relatif mudah, murah, dapat meminimalisir limbah dan menghasilkan rendemen yang tinggi dengan waktu lebih cepat.

Penggunaan katalis alami dalam sintesis senyawa basa Schiff merupakan salah satu alternatif sebagai pengganti katalis kimia yang berbahaya. Katalis alami dapat berupa jus buah yang bersifat asam, di mana katalis ini tidak bersifat toksik, relatif murah dan mudah didapatkan (Pal, dkk., 2013). Jus lemon (Patil, dkk., 2012), nanas (Pal, dkk., 2013), anggur (Yadav dan Mani, 2013) dan buah asam (Pandey, dkk., 2015) merupakan cairan asam yang telah digunakan sebagai katalis dalam

sintesis senyawa basa Schiff. Selain buah-buahan tersebut, belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi* L.) adalah buah yang mengandung banyak air dan bersifat asam karena mengandung beberapa asam organik yaitu asam oksalat (825,12 ppm), asam sitrat (46,76 ppm), asam laktat (19,44 ppm), asam malat (41,82 ppm) dan asam askorbat (112,68 ppm) (Muzaifa, 2018). Sebagaimana penelitian yang telah dilakukan, ekstrak belimbing wuluh diharapkan dapat digunakan sebagai katalis alami dalam sintesis senyawa basa Schiff.

Beberapa penelitian tentang peranan senyawa basa Schiff sebagai inhibitor korosi, salah satunya dilakukan oleh Mo dkk. (2017) yang mengaplikasikannya pada logam tembaga dalam media NaCl dengan efisiensi inhibitor mencapai 93,29%. Abbas dkk. (2015) juga mensintesis senyawa basa Schiff yang digunakan sebagai inhibitor korosi pada baja dalam larutan NaCl 3,5% dengan efisiensi 91,1%. Selain itu, senyawa basa Schiff yang disintesis oleh Wang dkk. (2014) mampu menghasilkan nilai efisiensi inhibitor 98,2% pada logam tembaga dalam larutan NaCl 0,5 M.

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa basa Schiff dari senyawa vanilin dan *p*-aminoasetofenon menggunakan katalis asam alami ekstrak belimbing wuluh. Metode yang digunakan yaitu penggerusan dengan variasi volume ekstrak belimbing wuluh 1; 0,5; 0,25 dan 0 mL. Karakterisasi pada senyawa produk dilakukan menggunakan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM) untuk mengetahui struktur produk basa Schiff. Produk basa Schiff selanjutnya diaplikasikan sebagai inhibitor korosi pada logam besi di dalam media larutan NaCl.

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa volume katalis ekstrak belimbing wuluh pada reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon yang menghasilkan kemurnian tertinggi?
2. Bagaimana karakteristik produk reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon dengan katalis ekstrak belimbing wuluh?
3. Berapa efisiensi senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon sebagai inhibitor korosi pada logam besi dalam media larutan NaCl ?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui volume katalis ekstrak belimbing wuluh pada reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon yang menghasilkan kemurnian tertinggi.
2. Untuk mengetahui karakteristik produk reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon volume katalis ekstrak belimbing wuluh.
3. Untuk mengetahui efisiensi senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon sebagai inhibitor korosi pada logam besi dalam media larutan NaCl.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah tentang metode *green synthesis* dengan katalis alami pada sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon serta aplikasinya sebagai inhibitor korosi.

1.5 Batasan Masalah

- a. Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon dilakukan dalam kondisi tanpa pelarut.
- b. Metode *green synthesis* yang digunakan adalah metode penggerusan selama 20 menit melalui penambahan katalis alami dari ekstrak belimbing wuluh dengan variasi volume 1; 0,5; 0,25 dan 0 mL.
- c. Karakterisasi senyawa produk terbatas pada pengamatan wujud, warna, titik lebur dan identifikasi menggunakan FTIR serta KG-SM.
- d. Aplikasi senyawa basa Schiff sebagai inhibitor korosi pada logam besi dilakukan dalam media larutan NaCl 3,5 %.

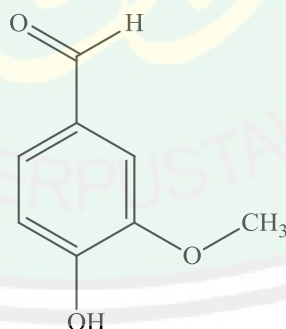


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Vanilin

Vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida merupakan senyawa organik dengan rumus molekul $C_8H_8O_3$ yang terdapat di dalam biji vanila. Selain dapat diekstrak dari biji vanila, vanilin juga dapat disintesis dari senyawa lain seperti eugenol, 4-hidroksibenzaldehida, tirosin, guaiacol, glukosa, asam vanilat dan *o*-benzilvanilat (Kumar, dkk., 2012). Vanilin banyak dimanfaatkan sebagai bahan pewangi dalam makanan, minuman dan industri farmasi (Mo, dkk., 2017). Vanilin merupakan padatan yang berwarna putih atau putih kekuningan dengan berat molekul sebesar 152,15 g/mol, titik leleh sebesar $80^{\circ}C$ dan titik didih sebesar $285^{\circ}C$. Senyawa ini dapat larut dalam air pada suhu $25^{\circ}C$ sebesar 11 g/1000 mL (Sciencelab, 2005). Senyawa tersebut memiliki nilai pKa sebesar 7,781 (Kumar, dkk., 2012). Struktur senyawa vanilin ditampilkan pada Gambar 2.1.

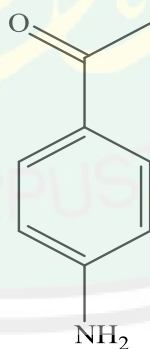


Gambar 2.1 Struktur senyawa vanilin (Hasanah, dkk., 2017)

Berdasarkan pada Gambar 2.1, vanilin adalah senyawa fenol yang memiliki gugus fungsi metoksi ($-OCH_3$) pada posisi orto dan aldehida ($-COH$) pada posisi para (Azizah, dkk., 2015). Senyawa ini memiliki cincin aromatik yang

merupakan gugus hidrofobik dan sisi hidrofilik pada 3 substituen berbeda pada cincin tersebut yaitu gugus hidroksi, aldehida dan eter. Ketiga gugus ini dapat membentuk gaya intermolekul dan intramolekul. Di antara ketiga gugus fungsi pada vanilin, gugus aldehida memiliki kereaktifan paling tinggi daripada gugus lainnya (Kumar, dkk., 2012). Hal ini disebabkan oleh tingkat keelektronegatifan atom oksigen lebih tinggi daripada karbon, sehingga elektron phi pada gugus karbonil akan tertarik menuju oksigen yang menyebabkan ikatannya terpolarisasi dan menghasilkan parsial positif pada karbon serta negatif pada oksigen. Akibat adanya polarisasi tersebut, maka kerapatan elektron pada karbon akan lebih rendah daripada oksigen, sehingga mudah diserang oleh nukleofilik (Hart, dkk., 2003). Gugus karbonil pada senyawa vanilin dapat bereaksi dengan amina primer yang berperan sebagai nukleofilik untuk membentuk gugus C=N melalui reaksi adisi-eliminasi (Kumar, dkk., 2017).

2.2 *p*-Aminoasetofenon



Gambar 2.2 Struktur senyawa *p*-aminoasetofenon (Pubchem, 2018)

p-Aminoasetofenon adalah senyawa aromatik dengan rumus molekul C₈H₉NO yang memiliki bentuk padatan berwarna kuning. Menurut *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC), senyawa turunan amina ini

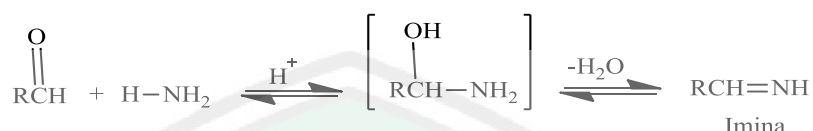
bernama 1-(4-aminofenil)etanon. *p*-Aminoasetofenon memiliki berat molekul sebesar 135,166 g/mol, titik didih pada 294°C dan titik leleh pada 106°C. Struktur *p*-aminoasetofenon ditampilkan pada Gambar 2.2. Senyawa ini mempunyai aroma sedap yang khas dan dapat sangat larut dalam pelarut asam klorida. Selain itu, *p*-aminoasetofenon juga dapat larut dalam air, eter dan etanol (Pubchem, 2018).

2.3 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Penggerusan

Basa Schiff adalah produk yang dihasilkan dari reaksi kondensasi antara senyawa amina primer dengan aldehida atau keton. Senyawa ini memiliki karakteristik berupa gugus imina (-HC=N-) dengan rumus umum RHC=N-R_1 , di mana R dan R₁ adalah alkil atau aril (Ashraf, dkk., 2011). Basa Schiff yang lebih stabil dapat terbentuk melalui reaksi antara senyawa aldehida aromatik dengan amina primer yang bertindak sebagai nukleofil terhadap karbonil dalam reaksi adisi-eliminasi (Fessenden dan Fessenden, 1982). Kumar dkk. (2017) menjelaskan bahwa senyawa basa Schiff yang lebih stabil disebabkan oleh adanya sistem konjugasi yang panjang. Keadaan tersebut dapat menggeser kesetimbangan ke arah produk, sehingga akan menghasilkan % rendemen yang lebih tinggi. Reaksi umum sintesis senyawa basa Schiff ditampilkan pada Gambar 2.3.

Metode penggerusan merupakan salah satu teknik sintesis senyawa basa Schiff yang sesuai dengan prinsip *green synthesis* (Kailas H, dkk., 2016). Metode ini memiliki beberapa keunggulan yaitu ramah lingkungan, menghasilkan % rendemen yang tinggi, mudah, tidak berbahaya dan bersifat efisien (Zangade, dkk., 2011). Tigineh dkk. (2014) telah mensintesis senyawa basa Schiff dari 3-etoksisalisilaldehida dengan berbagai senyawa amina primer menggunakan metode penggerusan tanpa pelarut. Penelitian ini menghasilkan rendemen yang cukup

tinggi yaitu melebihi 99%. Selain itu, sintesis senyawa basa Schiff dari *p*-toluidin dan vanilin juga dilakukan melalui metode penggerusan dan menghasilkan rendemen sebesar 95,80% (Bendale, dkk., 2011).



Gambar 2.3 Reaksi umum sintesis senyawa basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982)

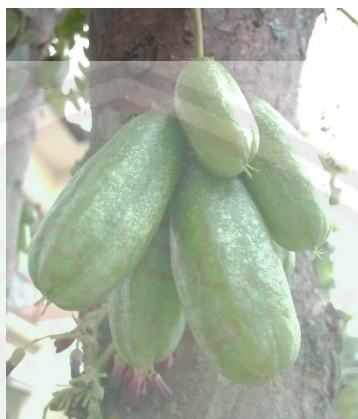
2.4 Katalis Asam Alami dari Ekstrak Belimbing Wuluh

Belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi* L.) merupakan salah satu spesies tanaman buah berasal dari benua Amerika yang mempunyai iklim tropis. Di Indonesia, tanaman ini mudah ditemukan di halaman rumah atau di hutan liar karena tidak memerlukan perawatan khusus. Buah Belimbing wuluh ditampilkan pada Gambar 2.4. Berdasarkan gambar tersebut, belimbing wuluh berwarna hijau atau hijau kekuningan ketika sudah mulai menua (Purwaningsih, 2007). Selain itu, belimbing wuluh tergolong dalam buah yang memiliki rasa asam. Menurut Kurniawaty dan Lestari (2016), klasifikasi buah belimbing wuluh dapat dijelaskan sebagai berikut :

Kingdom	: Plantae
Divisi	: Spermatophyta
Sub divisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledonae
Bangsa	: Geraniales
Suku	: Oxalidaceae
Genus	: Averrhoa
Spesies	: <i>Averrhoa bilimbi</i> L.

Buah belimbing wuluh mengandung beberapa golongan senyawa kimia yaitu oksalat, fenol, flavonoid dan pektin (Maryam, dkk., 2015). Muzaifa (2018)

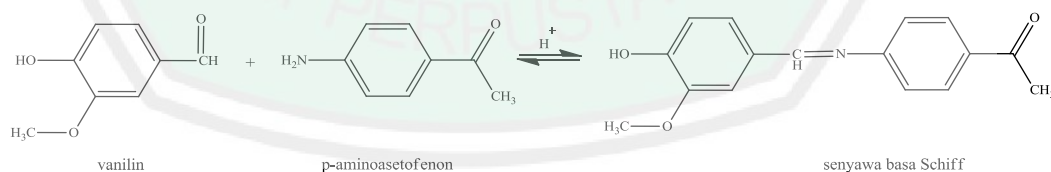
menjelaskan bahwa, buah tersebut mengandung beberapa asam organik antara lain asam oksalat (825,12 mg/L), asam sitrat (46,76 mg/L), asam laktat (19,44 mg/L), asam malat (41,82 mg/L) dan asam askorbat (112,68 mg/L).



Gambar 2.4 Buah belimbing wuluh

2.5 Green Synthesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Katalis Alami

Senyawa basa Schiff merupakan produk reaksi antara gugus amina primer dengan karbonil dari aldehida atau keton. Sintesis senyawa basa Schiff dapat dilakukan dengan metode *green synthesis* yaitu dengan menggunakan katalis asam alami (Yadav dan Mani, 2013). Reaksi dugaan dalam sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dengan *p*-aminoasetofenon ditampilkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Dugaan reaksi sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon

Mekanisme reaksi sintesis senyawa basa Schiff didasarkan pada 2 tahapan yaitu adisi dan eliminasi. Reaksi adisi adalah tahap awal dalam mekanisme tersebut dengan ditandai adanya amina primer sebagai nukleofil yang menyerang karbonil

pada gugus fungsi aldehida. Tahap kedua yaitu reaksi eliminasi melalui protonasi gugus hidroksi yang kemudian terlepas sebagai H₂O. Protonasi yang terjadi pada tahap tersebut dapat mengubah gugus pergi –OH yang buruk menjadi gugus pergi H₂O yang baik (Fessenden dan Fessenden, 1982).

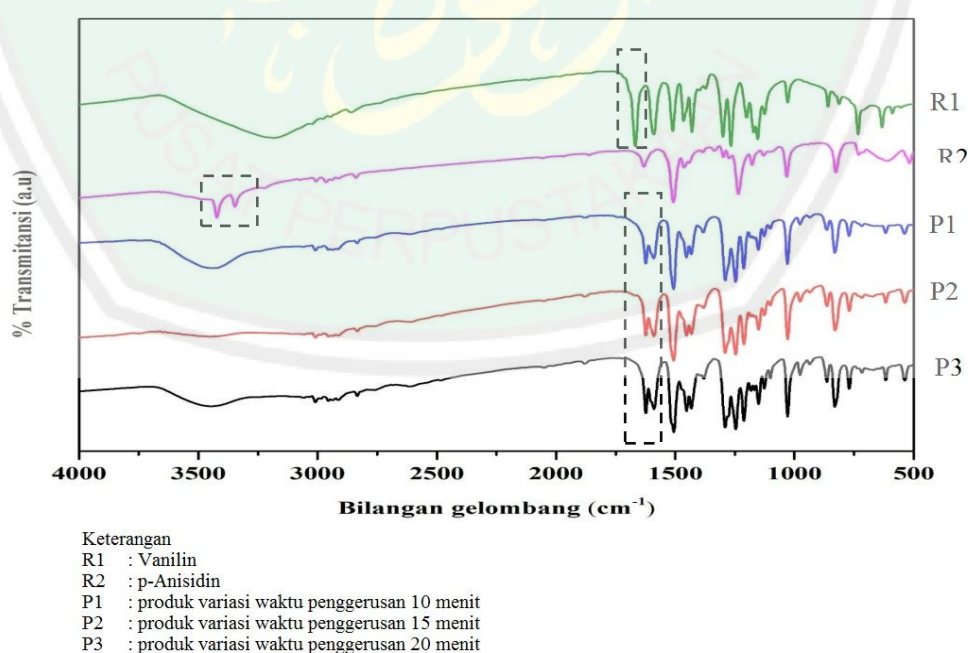
Penambahan katalis asam berperan untuk mempercepat reaksi eliminasi pada tahapan kedua sintesis basa Schiff. Dalam keadaan ini dipengaruhi oleh kondisi pH. Pada reaksi sintesis basa Schiff membutuhkan kondisi pH yang optimum yaitu pH 3-4, di mana dalam keadaan tersebut reaksi eliminasi dapat berjalan dengan cepat (Fessenden dan Fessenden, 1982). Beberapa penelitian yang telah mensintesis senyawa basa Schiff menggunakan katalis asam alami salah satunya adalah Bakht (2015) yang mensintesis senyawa basa Schiff dari asam *o*-amino benzoat dan 4-hidroksi-3-metoksi benzaldehida. Penelitian ini menggunakan katalis jus lemon dan menghasilkan rendemen sebesar 83,71%. Selain itu, Yadav dan Mani (2013) juga melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari senyawa turunan benzaldehida dan anilina menggunakan katalis jus mangga yang menghasilkan rendemen cukup tinggi yaitu 71,14-91,11%.

2.6 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff Hasil Sintesis

2.6.1 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer FTIR merupakan instrumen untuk menentukan gugus fungsi-gugus fungsi dalam sampel berdasarkan pada interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang menyebabkan vibrasi molekul, di mana setiap gugus fungsi tersebut akan menyerap bilangan gelombang yang berbeda-beda (Khopkar, 2014). Adawiyah (2017) telah mengidentifikasi produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin melalui metode penggerusan dengan variasi

waktu 10, 15 dan 20 menit menggunakan spektrofotometer FTIR. Hasil Spektrogram FTIR ditampilkan pada Gambar 2.6. Hasil penelitian tersebut menunjukkan adanya serapan yang khas dari gugus imina ($-C=N-$) dalam produk sintesis basa Schiff pada bilangan gelombang 1590 cm^{-1} . Adapun reaktannya yaitu *p*-Anisidin memiliki serapan gugus N-H pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} dan vanilin memiliki serapan gugus C=O pada bilangan gelombang sekitar 1700 cm^{-1} . Serapan gugus karbonil pada vanilin terjadi pada bilangan gelombang yang mendekati gugus imina dari senyawa basa Schiff. Namun, pita serapan pada karbonil membentuk satu puncak dengan intensitas kuat dan tajam, sedangkan gugus imina memiliki 2 puncak pada pita serapannya yang khas. Berdasarkan data spektra FTIR tersebut, dapat diketahui bahwa adanya serapan gugus imina dan tidak terlihatnya serapan karbonil maupun amina primer pada produk sintesis. Hal tersebut menunjukkan terbentuknya senyawa target basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.



Gambar 2.6 Spektrogram FTIR senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol (Adawiyah, 2017)

2.6.2 Identifikasi Menggunakan KG-SM

Instrumen KG-SM merupakan gabungan dari 2 instrumen yang berbeda yaitu kromatografi gas dan spektrofotometer massa. Instrumen KG-SM berfungsi untuk mengidentifikasi sampel organik dengan memisahkan komponen-komponen dalam analit sekaligus menentukan struktur komponen tersebut melalui spektrum massanya (Gandjar dan Abdul, 2010). Jumlah puncak kromatogram dari kromatografi gas menunjukkan banyaknya senyawa di dalam sampel dan perbedaan waktu retensi yang terjadi mengindikasikan adanya perbedaan titik didih senyawa. Adapun spektrofotometer massa akan memberikan informasi massa molekular dari pola fragmentasi yang terbentuk berdasarkan spektra massanya. Kestabilan suatu fragmen dipengaruhi oleh kemampuan untuk beresonansi. Semakin stabil fragmen tersebut, maka kelimpahan relatifnya semakin tinggi (Khopkar, 2014). Sebagaimana penelitian Maila (2016) yang telah mengidentifikasi produk sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin menggunakan KG-SM dengan tipe detektor QP-2010. Berdasarkan hasil identifikasinya, terdapat puncak produk sintesis basa Schiff pada m/z 241,0 dengan kelimpahan relatif 100%. Nilai m/z tersebut merupakan nilai ion molekular senyawa target 2-metoksi-4-((*p*-tolilimino)metil)fenol.

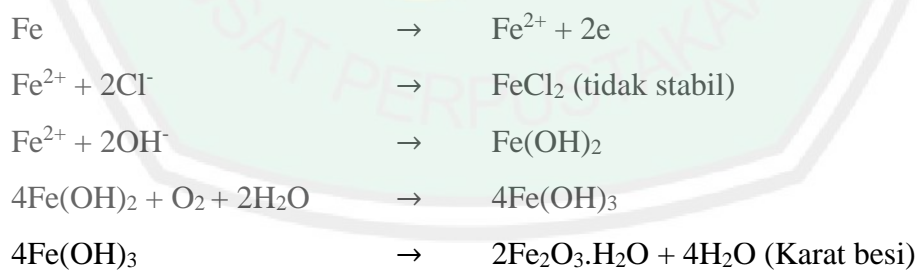
2.7 Korosi

Korosi adalah proses penurunan kualitas logam akibat adanya reaksi elektrokimia pada material tersebut yang dipengaruhi oleh lingkungan bersifat korosif (Rachmawati, dkk., 2017). Pada dasarnya korosi merupakan hasil dari reaksi logam berubah menjadi ion setelah permukaannya mengalami kontak langsung dengan media pengkorosif, seperti lingkungan berair dan oksigen (Basuki,

dkk., 2012). Lingkungan berair dan udara merupakan media pengkorosif karena dalam keadaan jenuh akan cenderung mengandung berbagai senyawa bersifat elektrolit (Fontana, 1986) yang akan menempel pada permukaan logam, sehingga laju korosi berlangsung lebih cepat (Sumarji, 2012). Menurut Indrayani (2016), lingkungan berair menyebabkan logam bersifat tidak stabil dan secara spontan akan mengalami oksidasi. Reaksi oksidasi mengakibatkan adanya pengkaratan pada material atau logam.

Korosi terjadi karena adanya reaksi elektrokimia yang melibatkan perpindahan elektron dari anoda menuju katoda. Logam sebagai anoda mengalami oksidasi yang menghasilkan elektron dan oksigen di udara sebagai katoda akan mengalami reduksi yang menangkap aliran elektron (Rusianto, 2009). Proses korosi pada logam besi akan menghasilkan zat padat (karat) yang berwarna cokelat kemerahan dengan rumus kimia $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (Hassan, dkk., 2015). Menurut Revie (2011) dan Roberge (2000), reaksi pembentukan karat besi dalam larutan elektrolit ditampilkan pada persamaan reaksi berikut:

Reaksi pada anoda :



Reaksi pada katoda :

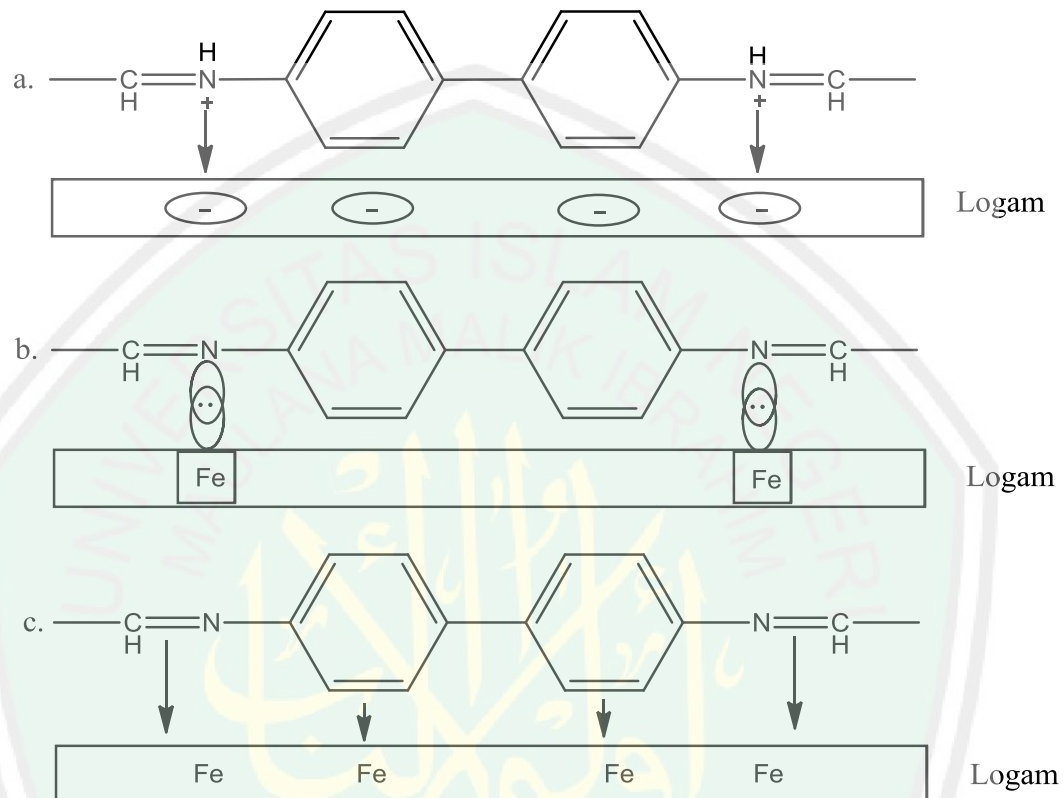


2.7.1 Inhibitor Korosi

Korosi atau pengkaratan pada suatu permukaan logam dapat dicegah dengan beberapa metode. Salah satu metode untuk menghambat laju korosi pada logam yaitu dengan menggunakan senyawa inhibitor korosi (Abbas, dkk., 2015). Inhibitor korosi merupakan senyawa kimia yang dapat menurunkan laju korosi pada suatu permukaan logam. Berdasarkan cara memperolehnya, inhibitor korosi dapat dibedakan menjadi 2 jenis yaitu inhibitor organik dan anorganik. Inhibitor organik dapat diperoleh secara alami, ekstrak bahan alam dan melalui sintesis dari senyawa organik tertentu (Yanuar, dkk., 2016). Salah satu senyawa organik yang dapat digunakan sebagai inhibitor korosi adalah senyawa basa Schiff karena bersifat lebih efektif, relatif murah dan mudah untuk disintesis (Wang, dkk., 2014).

Inhibitor korosi organik bekerja secara efektif untuk memperlambat laju korosi pada suatu logam. Keefektifan inhibitor korosi organik dipengaruhi oleh strukturnya yang mengandung cincin aromatik (Wang, dkk., 2014), heteroatom yaitu N, S dan O dengan gugus fungsi bersifat polar, serta adanya sistem konjugasi ikatan rangkap dua (Gupta, dkk., 2016). Secara umum, inhibitor tersebut akan menutupi logam dengan membentuk lapisan, sehingga dapat melindungi permukaan logam tersebut mengalami kontak langsung dengan media pengkorosif (Verma, dkk., 2018). Inhibitor korosi organik dapat bekerja pada logam melalui kombinasi dari 3 mekanisme kerjanya antara lain (a) melalui protonasi atom nitrogen pada gugus amina yang menyebabkan molekul inhibitor bermuatan positif, kemudian molekul tersebut akan berinteraksi dengan permukaan logam yang bermuatan negatif, (b) penggunaan pasangan elektron bebas nitrogen dengan permukaan logam dan (c) orientasi datar pada molekul yang mengakibatkan adanya

interaksi elektron phi pada cincin aromatik dan gugus amina dengan permukaan logam (Chitra, dkk., 2010). Mekanisme kerja inhibitor korosi organik ditampilkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Mekanisme kerja inhibitor korosi organik pada permukaan logam (Chitra, dkk., 2010)

2.7.2 Metode Gravimetri (*Weight Loss Measurement*)

Metode gravimetri atau *weight loss measurement* merupakan metode yang dapat digunakan untuk menentukan efisiensi inhibisi dari suatu inhibitor. Metode ini dilakukan dengan merendam sampel dalam larutan pengkorosi pada waktu tertentu (Abbas, dkk., 2015). Metode *weight loss measurement* atau kehilangan berat adalah teknik yang sering digunakan pada skala industri atau laboratorium karena memiliki beberapa keuntungan yaitu menggunakan alat sederhana, hasil cukup akurat (Zuchry M dan Mangga, 2017), dan relatif mudah. Penentuan

persentase efisiensi inhibisi ditampilkan pada persamaan 2.1 (Abbas, dkk., 2015). Dengan $IE\%$ adalah efisiensi inhibisi, W_0 adalah nilai kehilangan berat tanpa inhibitor dan W_{inh} adalah nilai kehilangan berat menggunakan inhibitor. Berdasarkan persamaan 2.1 dapat diketahui bahwa, semakin kecil selisih berat kehilangan lempeng logam tanpa inhibitor dengan berat kehilangan lempeng logam adanya penambahan inhibitor, maka nilai efisiensi inhibitor tersebut akan semakin besar (Chitra, dkk., 2010). Menurut Ginting dkk. (2017) menjelaskan bahwa adanya inhibitor korosi akan tetap mengakibatkan kehilangan berat pada logam. Di mana, penambahan konsentrasi inhibitor akan berbanding terbalik dengan berat kehilangan logam.

$$IE\% = \frac{(W_0 - W_{inh})}{W_0} \times 100\% \dots\dots\dots(2.1)$$

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Januari-Juli 2019 di Laboratorium Kimia Organik dan Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, botol semprot, mortar dan alu, kertas saring, desikator, bola hisap, cawan porselen, neraca analitik, pipa kapiler, termometer, pH universal, *melting point apparatus* STUART tipe SMP11, plat KLT GF₂₅₄, lampu UV 254 nm, spektrofotometer FTIR VARIAN jenis FT 1000 serta KG-SM VARIAN CP 3800/Saturn 2200.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu belimbing wuluh lokal, vanilin p.a, *p*-aminoasetofenon p.a, metanol, lempeng besi, kloroform, aseton p.a, NaCl 3,5%, DMSO dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan sebagai berikut :

1. Preparasi ekstrak belimbing wuluh sebagai katalis asam alami

2. Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon (mol 1:1) dengan menggunakan variasi volume ekstrak belimbing wuluh sebesar 1; 0,5; 0,25 dan 0 mL
3. Monitoring produk sintesis menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)
4. Uji titik lebur senyawa produk sintesis
5. Uji kelarutan senyawa produk sintesis
6. Karakterisasi senyawa produk sintesis dengan spektrofotometer FTIR
7. Karakterisasi senyawa produk sintesis dengan KG-SM
8. Uji efisiensi inhibitor dalam media NaCl 3,5%

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Katalis Asam Alami dari Ekstrak Belimbing Wuluh

Belimbing wuluh segar yang digunakan merupakan jenis lokal berumur \pm 2 bulan berasal dari kota Malang. Belimbing wuluh tersebut dicuci dengan air bersih dan ditiriskan. Setelah itu, belimbing wuluh dipotong menjadi beberapa bagian dan ditekan menggunakan mortar serta alu. Selanjutnya, ekstrak belimbing wuluh disaring dengan kertas saring untuk memisahkan cairan dari padatan buah yang masih tersisa. Ekstrak belimbing wuluh diukur menggunakan pH universal dan dikondisikan dari pH awal 2 menjadi 3-4 dengan akuades. Ekstrak belimbing wuluh siap digunakan sebagai katalis. Katalis belimbing wuluh disiapkan secara *fresh* setiap kali akan dilakukan sintesis basa Schiff (Pal, 2013).

3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon Menggunakan Katalis Ekstrak Belimbing Wuluh dengan Metode Penggerusan

Sebanyak 7,5 mmol vanilin (1,1411 g) dan 7,5 mmol *p*-aminoasetofenon (1,0138 g) dimasukkan ke dalam mortar, kemudian ditambahkan 1 mL ekstrak

belimbing wuluh sebagai katalis, lalu digerus pada suhu ruang (28-30°C). Proses penggerusan dilakukan selama 20 menit hingga terbentuk padatan yang berwarna kuning kecoklatan. Padatan tersebut dicuci menggunakan akuades dingin tetes per tetes dan diukur pH filtrat yang didapatkan setiap 6 mL. Pencucian dihentikan ketika pH filtrat sama dengan pH akuades. Selanjutnya, padatan dikeringkan dalam desikator. Perlakuan yang sama diulangi pada variasi volume katalis ekstrak belimbing wuluh secara berturut-turut yaitu 0,5; 0,25 dan 0 mL (Chavan, dkk., 2010).

3.4.3 Monitoring Produk Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Eluen sebanyak 10 mL disiapkan dari campuran kloroform : metanol (9:1) dalam bejana pengembang, kemudian dijenuhkan selama 1 jam. Setelah itu, plat KLT silika GF₂₅₄ yang berukuran 7x10 cm diaktivasi menggunakan oven pada suhu 105°C selama 30 menit. Dilarutkan produk sintesis ke dalam aseton p.a dengan konsentrasi 10.000 ppm. Selanjutnya, ditotolkan pada plat KLT sebanyak 5 kali menggunakan pipa kapiler. Langkah berikutnya, plat KLT dimasukkan ke dalam bejana pengembang yang berisi eluen jenuh. Lalu, senyawa dielusikan hingga mencapai batas garis atas. Setelah itu, plat KLT diangkat dan dikeringkan. Plat KLT tersebut diidentifikasi menggunakan sinar *ultra violet* (UV) pada panjang gelombang 254 nm, di mana spot yang terbentuk ditandai dengan pensil dan ditentukan nilai *R_f* pada setiap spot. Apabila terdapat spot baru selain milik reaktan, maka dapat diduga spot tersebut merupakan produk sintesis (Hasanah, 2017).

3.4.4 Uji Titik Lebur Senyawa Produk Sintesis

Titik lebur senyawa produk sintesis ditentukan dengan menggunakan alat *melting point apparatus*. Produk sintesis yang berbentuk padatan dimasukkan ke dalam pipa kapiler, kemudian pipa kapiler tersebut diletakkan dalam blok kecil dan termometer juga dimasukkan dalam bloknya pada alat uji. Alat dinyalakan dan diatur suhu hingga 20°C per menit. Apabila suhu yang teramati pada termometer telah mendekati titik leleh produk sintesis, suhu diturunkan menjadi 1°C per menit. Diamati produk sintesis sampai melebur secara sempurna dan ditentukan titik leburnya.

3.4.5 Uji Kelarutan Senyawa Produk Sintesis

Uji kelarutan produk sintesis dilakukan dalam pelarut kloroform, akuades dan larutan NaOH 2 M. Sebanyak 0,002 g senyawa produk sintesis dimasukkan ke dalam 3 tabung reaksi yang berbeda, kemudian ditambahkan masing-masing 4 mL dari setiap pelarut yaitu kloroform pada tabung ke-1, akuades pada tabung ke-2 dan larutan NaOH 2 M pada tabung ke-3. Selanjutnya, setiap larutan dikocok dengan jarak pengocokan 10 cm dan diamati perubahan yang terjadi.

3.4.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Proses identifikasi gugus fungsi dalam produk sintesis dilakukan dengan instrumen spektrofotometer FTIR VARIAN jenis FT 1000. Sampel dicampur dengan KBR dan digerus menggunakan mortar *agate*. Setelah itu, campuran padatan tersebut ditekan dan dibentuk pelet, kemudian diletakkan pada *cell holder* dalam FTIR. Selanjutnya, diatur bilang gelombang pada daerah 4000-400 cm⁻¹. Produk akan membentuk pita serapan C=N di daerah 1689-1471 cm⁻¹ dengan

intensitas medium, tanpa membentuk pita serapan amina primer pada 3400-3200 cm^{-1} dengan intensitas lemah (Shriner, dkk., 2004).

3.4.7 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM

Identifikasi berat molekul produk dari sintesis senyawa basa Schiff menggunakan KG-SM. Sebanyak 5 μL senyawa produk sintesis yang telah dilarutkan dalam pelarut aseton p.a dengan konsentrasi 50.000 ppm diinjeksikan menggunakan *syringe* pada instrumen KG-SM VARIAN CP 3800/Saturn 2200.

Instrumen tersebut memiliki kondisi operasional sebagai berikut :

Jenis kolom	: AGILENT J&W VF-5ms
Panjang kolom	: 30 m
Detektor	: QP2010
Oven	: terprogram 100°C (5 menit) → 330°C (52 menit)
Temperatur injektor	: 350°C
Tekanan gas	: 16,5 kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,5 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium
MS (m/z)	: 33-300 m/z

3.4.8 Uji Efisiensi Inhibitor

3.4.8.1 Pembuatan Spesimen Uji

Spesimen uji yang digunakan merupakan logam besi dari *cutter* yang berbentuk lempengan. Logam besi dipotong dengan ukuran 2 cm x 1 cm x 0,05 cm, kemudian diampelas permukaannya sampai halus. Setelah itu, logam besi dicuci dengan larutan aseton dan dikeringkan pada suhu ruang (Chitra, dkk., 2010).

3.4.8.2 Pembuatan Larutan Inhibitor

Larutan inhibitor korosi basa Schiff 10.000 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,25 g produk sintesis basa Schiff di dalam 0,5 mL DMSO 2%, kemudian ditandabatkan dengan NaCl 3,5% dalam labu takar 25 mL. Larutan

inhibitor korosi diencerkan sesuai variasi konsentrasi yang diinginkan dengan menggunakan larutan NaCl 3,5%. Variasi konsentrasi larutan inhibitor korosi yang digunakan yaitu 2000; 4000; 6000 dan 8000 ppm (Ginting, dkk., 2017 dan Safak, dkk., 2012).

3.4.8.3 Pengujian Efisiensi Inhibitor

Empat lempeng besi direndam dalam larutan inhibitor 2000; 4000; 6000 dan 8000 ppm sebanyak 5 mL dalam tabung reaksi. Sebelum proses perendaman, lempeng besi ditimbang untuk mengetahui berat awalnya. Selanjutnya, lempeng besi direndam dalam larutan inhibitor selama 48 jam. Lempeng besi diangkat dari media pengkorosi dan dicuci dengan air sampai bersih, kemudian dikeringkan dan ditimbang berat akhirnya. Digunakan larutan NaCl 3,5% tanpa penambahan inhibitor korosi sebagai pembanding serta dilakukan dengan perlakuan yang sama. Dihitung efisiensi inhibitor korosi pada setiap larutan dan dilakukan pengulangan pada setiap varian sebanyak 3 kali (Chitra, dkk., 2010).

BAB IV

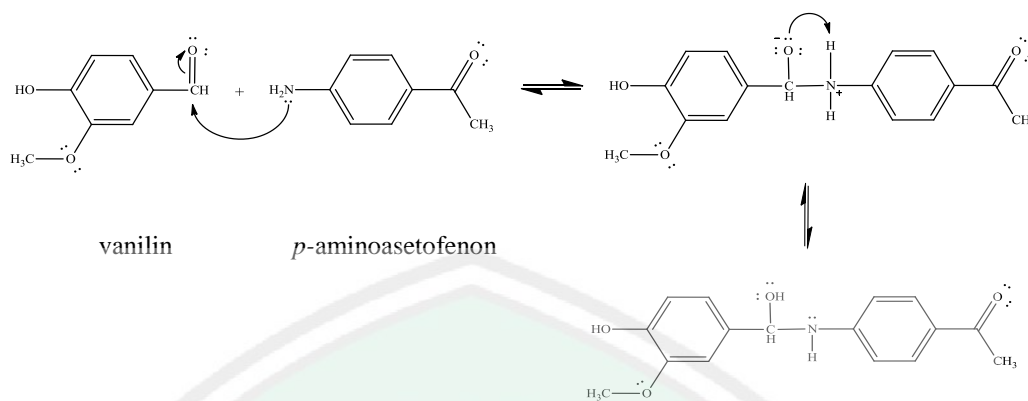
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon dengan Menggunakan Katalis Ekstrak Belimbing Wuluh

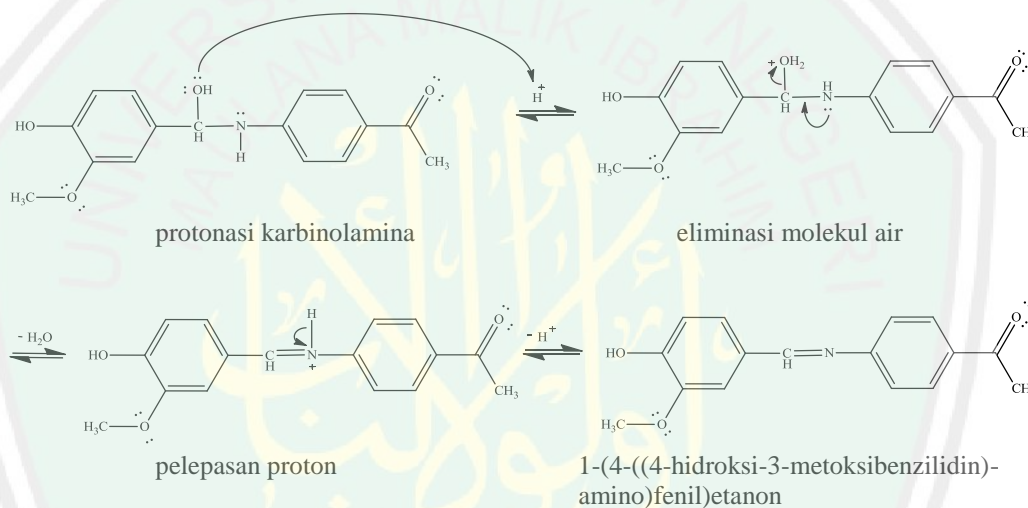
Basa Schiff 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon disintesis dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon. Sintesis senyawa tersebut dilakukan dengan penambahan katalis asam dari ekstrak belimbing wuluh, melalui metode penggerusan tanpa pelarut. Penambahan jumlah ekstrak belimbing wuluh yang berbeda bertujuan untuk mengetahui pengaruh volume katalis terhadap sintesis basa Schiff. Dalam proses penggerusan terjadi perubahan energi kinetik menjadi panas yang ditimbulkan tumbukan antar partikel reaktan. Panas tersebut digunakan sebagai energi aktivasi molekul reaktan, sehingga dapat terbentuk produk basa Schiff (Sana, dkk., 2012).

Reaksi kimia dalam sintesis basa Schiff melibatkan tahapan serah terima elektron. Amina primer dalam senyawa *p*-aminoasetofenon (basa Lewis) akan mendonorkan pasangan elektron bebasnya pada gugus karbonil vanilin (asam Lewis). Dugaan mekanisme reaksi sintesis ini ditampilkan dalam Gambar 4.1. Pencucian produk basa Schiff menggunakan akuades dingin bertujuan untuk menetralkan pH. Penggunaan akuades dingin berfungsi untuk meminimalisir kelarutan produk pada saat proses pencucian. Penyimpanan produk sintesis dalam desikator berguna untuk menguapkan kandungan air tanpa pengaruh udara di lingkungan, karena produk basa Schiff tersebut bersifat higroskopis. Hasil pengamatan fisik terhadap produk sintesis senyawa basa Schiff dirangkum dalam Tabel 4.1.

Tahap Adisi



Tahap Eliminasi



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon menggunakan katalis asam ekstrak belimbing wuluh

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisik produk sintesis basa Schiff

Pengamatan	P ₀	P _{0,25}	P _{0,5}	P ₁
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Coklat kekuningan	Coklat kekuningan	Coklat kekuningan	Coklat kekuningan
Massa produk (gram)	2,0071	1,8617	1,6844	1,5946
Titik lebur (°C)	158-163	160-162	162-166	163-166

Keterangan : P₀ = Produk sintesis variasi volume katalis 0 mL
 P_{0,25} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,25 mL
 P_{0,5} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,5 mL
 P₁ = Produk sintesis variasi volume katalis 1 mL

Berdasarkan Tabel 4.1, senyawa produk sintesis basa Schiff memiliki karakter fisik relatif sama. Uji titik lebur produk basa Schiff menghasilkan nilai yang berbeda. Hal tersebut disebabkan oleh kemurnian setiap produk sintesis yang tidak sama. Keberadaan sedikit pengotor dalam suatu senyawa akan mempengaruhi *range* titik leburnya (Reddy, dkk., 2016). Perbedaan massa produk sintesis menunjukkan bahwa semakin tinggi volume katalis akan menurunkan massa produk basa Schiff. Volume katalis ekstrak belimbing wuluh yang tinggi menghasilkan produk sintesis terlalu cair, sehingga sebagian produk sintesis tersebut tidak tertampung dalam kertas saring. Hal ini menyebabkan warna filtrat pencucian berwarna kuning, yang diduga terdapat senyawa target di dalamnya. Filtrat pencucian ditampilkan dalam Gambar 4.2.

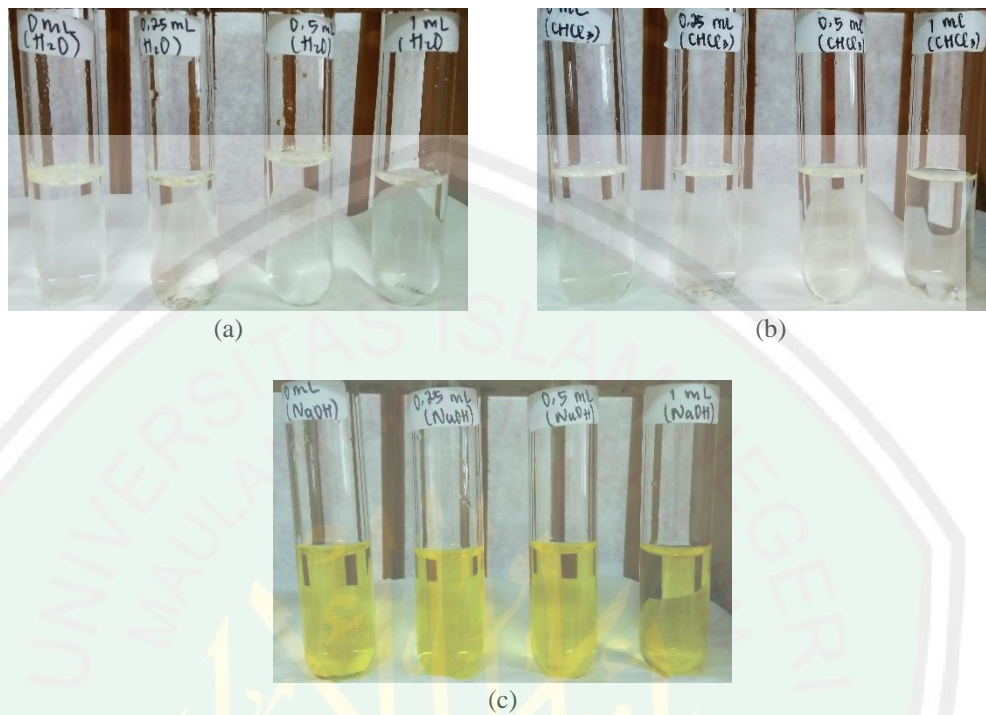


Gambar 4.2 Filtrat pencucian produk sintesis variasi volume katalis ekstrak belimbing wuluh (a) 1; (b) 0,5 dan (c) 0,25 mL

4.2 Uji Kelarutan Senyawa Produk Sintesis

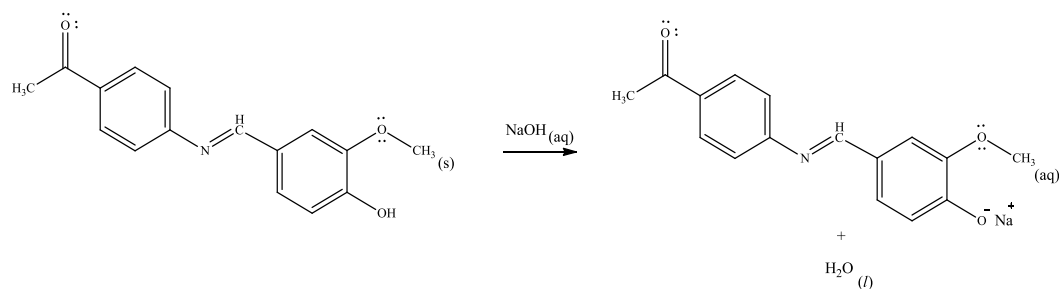
Uji kelarutan produk sintesis dilakukan untuk mengetahui kelarutan senyawa basa Schiff dalam pelarut tertentu. Gambar 4.3 menunjukkan bahwa produk basa Schiff tidak larut secara sempurna dalam akuades, sedangkan dalam pelarut kloroform, senyawa basa Schiff dapat larut secara sempurna. Adapun hasil

uji kelarutan produk basa Schiff dalam larutan NaOH yaitu dapat larut secara sempurna dan menghasilkan larutan berwarna kuning tua.



Gambar 4.3 Hasil uji kelarutan produk basa Schiff dalam (a) akuades, (b) kloroform dan (c) NaOH 2 M

Uji kelarutan produk sintesis dalam larutan NaOH didasarkan pada reaksi asam basa Bronsted-Lowry karena melibatkan adanya transfer proton. Gambar 4.4 menunjukkan bahwa struktur senyawa basa Schiff 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon memiliki gugus fenolat yang bersifat asam. Ion OH^- dari NaOH akan berikatan dengan ion H^+ pada gugus hidroksi basa Schiff, sehingga terbentuk garam natrium fenolat yang bersifat lebih mudah larut dalam air. Hal ini disebabkan interaksi ionik antara ion Na^+ dan OH^- melemah akibat adanya molekul air yang dapat mencegah interaksi tersebut.



Gambar 4.4 Reaksi pada uji kelarutan produk sintesis dalam NaOH 2 M

4.3 Monitoring Produk Sintesis Basa Schiff dengan Metode KLT

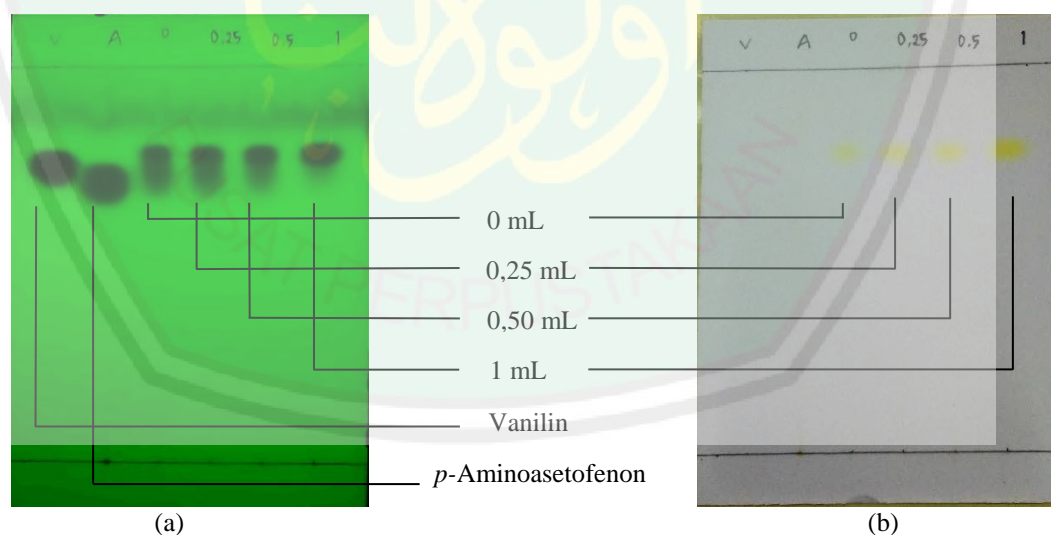
Monitoring produk sintesis dengan metode KLT bertujuan untuk mengetahui adanya senyawa baru yang diduga sebagai senyawa target. Hasil monitoring produk sintesis didasarkan pada noda yang tampak dalam plat KLT dengan nilai R_f yang berbeda dari nilai R_f noda reaktannya yaitu vanilin dan *p*-aminoasetofenon. Gambar 4.5 menunjukkan bahwa plat KLT yang disinari UV pada panjang gelombang 254 nm menampakkan warna hijau dan noda sampel yang berwarna hitam. Hal ini disebabkan oleh fluoresensi materi yang terdapat dalam plat KLT ataupun sampel ketika menyerap radiasi elektromagnetik (sinar UV) (Khasanudin, 2018).

Tabel 4.2 Hasil perhitungan nilai R_f pada monitoring produk sintesis dengan KLT

Sampel	R_f		
	Noda 1	Noda 2	Noda 3
Vanilin	0,77	-	-
<i>p</i> -Aminoasetofenon	0,72	-	-
P ₀	0,81	0,76	0,70
P _{0,25}	0,81	0,76	0,70
P _{0,5}	0,81	0,77	0,71
P ₁	0,81	-	-

Keterangan : P₀ = Produk sintesis variasi volume katalis 0 mL
P_{0,25} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,25 mL
P_{0,5} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,5 mL
P₁ = Produk sintesis variasi volume katalis 1 mL

Data Tabel 4.2 menunjukkan bahwa variasi volume 0; 0,25 dan 0,5 mL menghasilkan 3 noda dengan nilai R_f yang berbeda, sedangkan pada variasi 1 mL menghasilkan 1 noda. Noda pertama dari 4 variasi volume katalis tersebut memiliki selisih nilai R_f dengan vanilin dan *p*-aminoasetofenon secara berturut-turut yaitu 0,04 serta 0,09. Hal ini menunjukkan bahwa adanya senyawa baru yang mempunyai perbedaan sifat kepolaran dengan reaktannya. Diduga senyawa baru tersebut bersifat semipolar yang cenderung nonpolar karena lebih terdistribusi pada fasa geraknya. Berdasarkan hasil monitoring tersebut, dapat diasumsikan bahwa di dalam produk sintesis terbentuk senyawa baru yang diduga sebagai basa Schiff, tetapi terdapat sisa reaktan di dalamnya. Hal ini sesuai dengan Gambar 4.5 (b) yang menunjukkan noda warna kuning pada plat KLT tanpa penyinaran sinar UV 254 nm. Noda warna kuning tersebut disebabkan adanya gugus imina yang mengalami konjugasi pada senyawa basa Schiff (Heliawati, 2018).

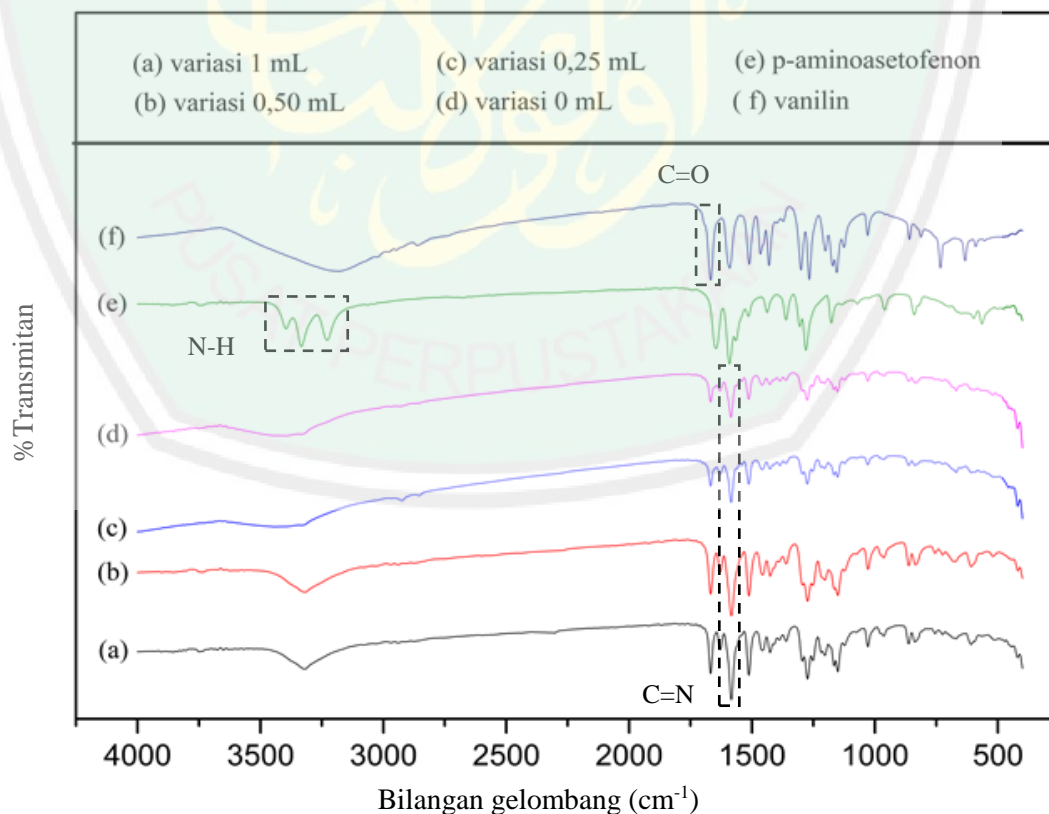


Gambar 4.5 Hasil monitoring produk sintesis dengan KLT (a) melalui penyinaran UV 254 nm dan (b) tanpa penyinaran UV 254 nm

4.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Identifikasi gugus fungsi senyawa produk sintesis dilakukan dengan instrumen spektrofotometer FTIR. Berdasarkan spektra hasil karakterisasi FTIR, produk sintesis memiliki gugus fungsi yang khas yaitu C=N dan tidak membentuk gugus fungsi khas dari reaktan. Spektra FTIR produk sintesis dan 2 senyawa reaktan ditampilkan dalam Gambar 4.6.

Hasil analisa FTIR yang teridentifikasi dalam Gambar 4.6 menunjukkan bahwa ke-4 spektra produk sintesis menghasilkan intensitas, bentuk pita dan bilangan gelombang yang relatif sama. Gugus C=N dalam senyawa basa Schiff dari setiap variasi memiliki bentuk serapan tajam dengan intensitas dan bilangan gelombang yang sedikit berbeda. Hasil identifikasi berdasarkan data spektra FTIR senyawa basa Schiff dirangkum pada Tabel 4.3.



Gambar 4.6 Hasil spektra FTIR senyawa basa Schiff dan reaktan

Data interpretasi spektra FTIR produk sintesis pada Tabel 4.3 menunjukkan gugus O-H *stretch* memiliki bentuk serapan yang melebar dan tajam dengan intensitas medium pada daerah 3432-3319 cm^{-1} , serta didukung serapan C-O fenol di 1203 cm^{-1} . Serapan lemah gugus $\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$ *stretch* muncul pada bilangan gelombang 3060 cm^{-1} , sedangkan $\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$ *bending (out of plane)* membentuk serapan tajam pada bilangan gelombang 1628-1630 cm^{-1} . Dalam spektra produk sintesis juga muncul serapan lemah *overtone aromatic* di daerah 2000-1700 cm^{-1} . Struktur produk sintesis yang ditampilkan Gambar 4.2 menunjukkan senyawa basa Schiff tersebut memiliki gugus C=O golongan keton. Hal ini dibuktikan dengan adanya serapan gugus karbonil dari keton di daerah bilangan gelombang 1667 cm^{-1} . Spektra produk sintesis memperlihatkan serapan C-O-C *stretch* pada 1275-1150 cm^{-1} dan gugus $\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$ di 2923 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus metoksi alifatik dalam senyawa basa Schiff.

Tabel 4.3 Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})			
	P ₀	P _{0,25}	P _{0,5}	P ₁
-OH <i>stretch</i>	3432	3436	3319	3319
$\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$ <i>stretch</i>	2923	2923	2923	2923
$\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$ <i>stretch</i>	3060	3060	3060	3060
$\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$ <i>bending</i>	668	669	672	669
C=C <i>stretch</i>	1630	1629	1628	1628
<i>Overtone aromatic</i>	2000-1700	2000-1700	2000-1700	2000-1700
C=O <i>stretch</i>	1667	1667	1667	1667
C=N <i>stretch</i>	1584	1584	1583	1583
C-O-C <i>stretch assimetric</i>	1275	1274	1273	1273
C-O-C <i>stretch symmetric</i>	1151	1151	1150	1150
C-O fenol	1203	1203	1203	1203

Keterangan : P₀ = Produk sintesis variasi volume katalis 0 mL
P_{0,25} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,25 mL
P_{0,5} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,5 mL
P₁ = Produk sintesis variasi volume katalis 1 mL

Berdasarkan data Gambar 4.6, tidak didapatkan serapan khas gugus C=O golongan aldehida dari vanilin di daerah 1665 cm^{-1} dan gugus N-H (amina primer) dari *p*-aminoasetofenon pada $3395\text{-}3228\text{ cm}^{-1}$ dalam spektra FTIR produk sintesis. Selain itu, spektra tersebut menunjukkan adanya pergeseran serapan gugus -OH, pada vanilin terjadi di daerah 3080 cm^{-1} , sedangkan pada produk sintesis terjadi di daerah $3432\text{-}3319\text{ cm}^{-1}$. Pergeseran serapan tersebut disebabkan gugus -OH dalam struktur basa Schiff terikat pada senyawa aromatik dengan sistem konjugasi yang lebih panjang, sehingga mengakibatkan ikatannya lebih pendek daripada gugus -OH vanilin. Hal ini menyebabkan energi vibrasi -OH produk sintesis lebih besar daripada energi vibrasi -OH vanilin. Data tersebut didukung dengan serapan gugus C=N di daerah bilangan gelombang $1584\text{-}1583\text{ cm}^{-1}$, sehingga dapat diduga senyawa basa Schiff telah terbentuk pada setiap variasi produk sintesis.

4.5 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM

Analisis menggunakan instrumen KG-SM dilakukan untuk mengidentifikasi senyawa dan massa molekular dari pola fragmentasi yang terbentuk berdasarkan spektra massa produk sintesis. Puncak kromatogram menunjukkan jumlah senyawa yang terbentuk dalam produk sintesis, sehingga dapat diketahui kemurnian senyawa target. Data tersebut didukung berat molekul yang diperoleh dari nilai m/z ion molekular. Karakterisasi produk sintesis dilakukan pada variasi volume katalis 0; 0,25; 0,5 dan 1 mL, karena untuk mengetahui kemurnian dari setiap produk sintesis. Data kemurnian produk sintesis ditampilkan dalam Tabel 4.4. Berdasarkan data Tabel 4.4, variasi volume 0,25 mL memiliki nilai kemurnian tertinggi. Hasil kromatogram produk sintesis variasi volume katalis

0,25 mL ditampilkan pada Gambar 4.7 dan waktu retensi serta luas area dirangkum dalam Tabel 4.5.

Tabel 4.4 Hasil identifikasi kemurnian produk pada setiap variasi volume katalis

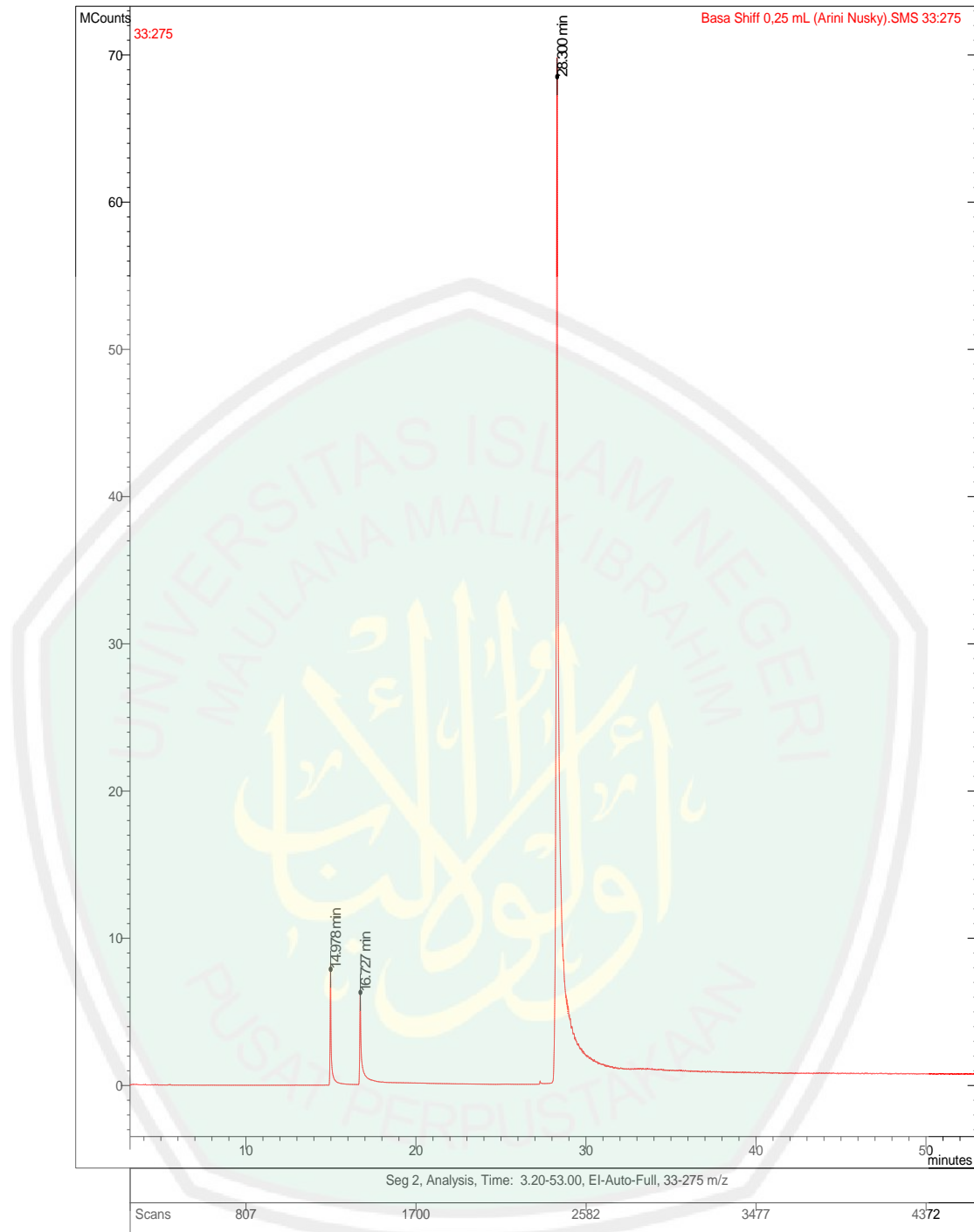
Produk Sintesis	Kemurnian (%)
P ₀	79,49
P _{0,25}	89,21
P _{0,5}	67,16
P ₁	80,10

Keterangan : P₀ = Produk sintesis variasi volume katalis 0 mL
 P_{0,25} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,25 mL
 P_{0,5} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,5 mL
 P₁ = Produk sintesis variasi volume katalis 1 mL

Data kromatogram pada Gambar 4.7 menampilkan adanya 3 puncak, yang berarti terdapat 3 senyawa dalam produk sintesis. Berdasarkan data waktu retensi pada Tabel 4.5, titik didih senyawa dalam produk sintesis yang tertinggi sampai terendah secara berturut-turut yaitu puncak 3, 2 dan 1. Hal tersebut disebabkan senyawa pada puncak 3 diduga mempunyai struktur rantai karbon yang lebih panjang daripada 2 senyawa lainnya. Dari hasil analisis kromatogram produk sintesis variasi volume 0,25 mL, dapat diasumsikan bahwa puncak 1 dan 2 adalah senyawa reaktan yaitu vanilin serta *p*-aminoasetofenon, sedangkan puncak 3 adalah senyawa baru dalam produk sintesis yang diduga sebagai senyawa target.

Tabel 4.5 Data waktu retensi setiap puncak kromatogram produk sintesis variasi volume katalis ekstrak belimbing wuluh 0,25 mL

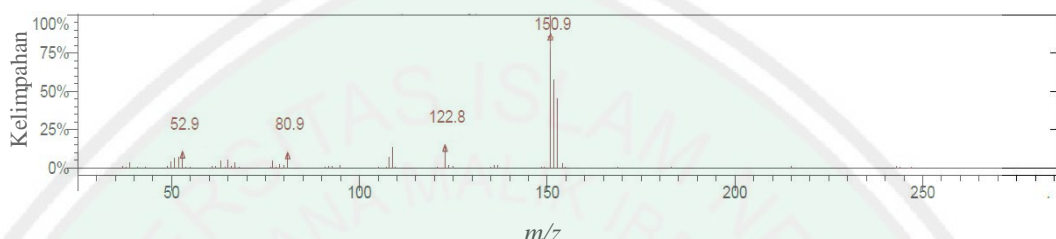
Puncak	Waktu Retensi (Menit)	Luas Area
1	14,978	9,591 x 10 ⁶
2	16,727	10,79 x 10 ⁶
3	28,300	168,5 x 10 ⁶



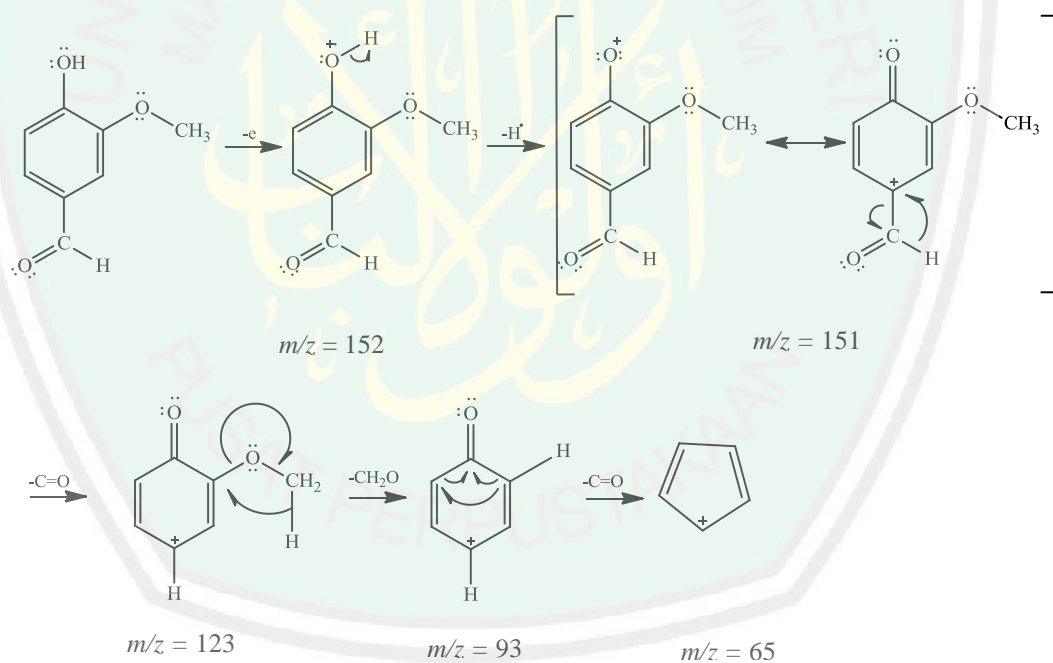
Gambar 4.7 Kromatogram produk sintesis variasi volume katalis ekstrak belimbing wuluh 0,25 mL

Data spektra massa pada Gambar 4.8 menampilkan bahwa puncak 1 memiliki nilai m/z 150,9 sebagai *base peak* dengan kelimpahan 100%. Selain itu, puncak 1 juga mempunyai nilai m/z 152 yang merupakan ion molekuler vanilin

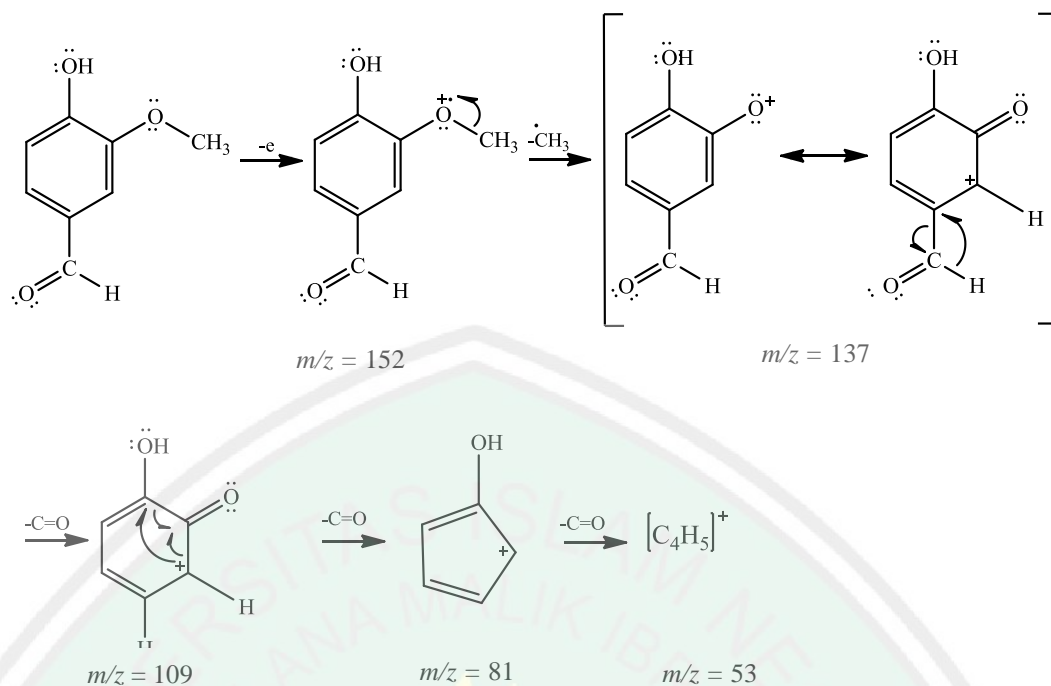
karena sama dengan massa relatif senyawa tersebut. Vanilin merupakan reaktan sisa yang terdapat dalam 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon. Hal ini mengindikasikan bahwa senyawa target tidak murni secara sempurna karena adanya reaktan sisa yang belum bereaksi. Pola fragmentasi puncak 1 ditampilkan pada Gambar 4.9 dan 4.10.



Gambar 4.8 Spektra massa puncak 1 dalam kromatogram

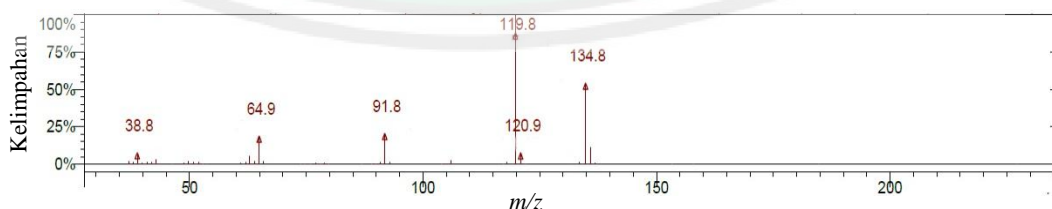


Gambar 4.9 Pola fragmentasi senyawa vanilin

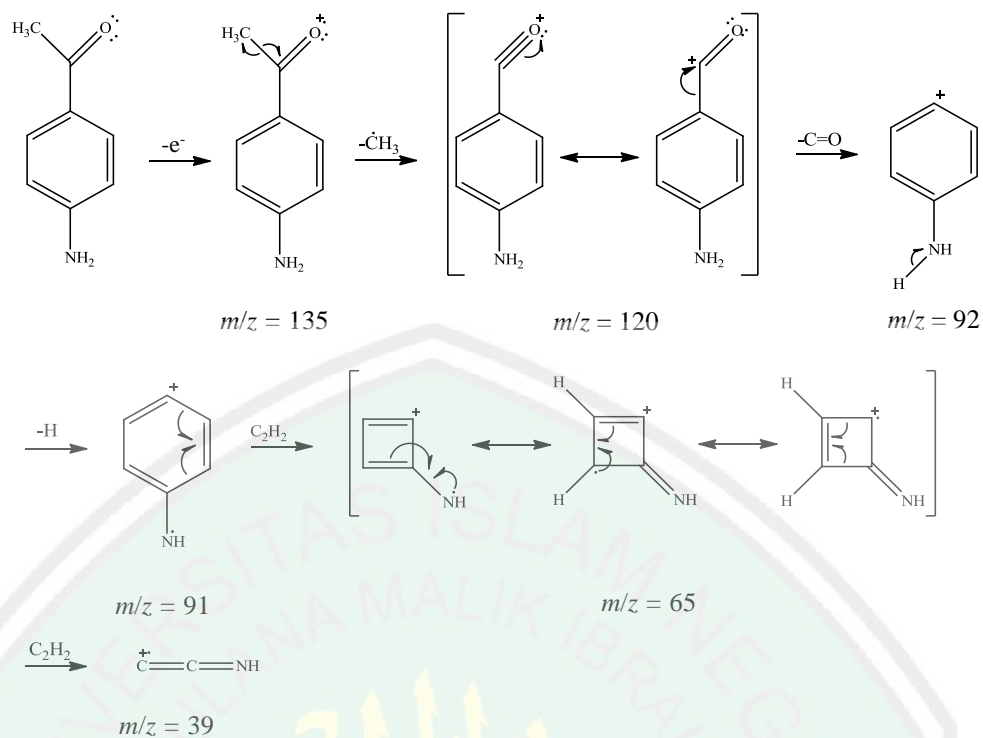


Gambar 4.10 Pola fragmentasi lain senyawa vanilin

Hasil analisis spektra massa pada Gambar 4.11 menunjukkan bahwa puncak 2 mempunyai nilai m/z 119,8 sebagai *base peak* dengan kelimpahan 100%. Selain itu, puncak 2 memiliki m/z 134,8 yang merupakan ion molekuler *p*-aminoasetofenon karena sama dengan berat molekul senyawa tersebut. *p*-Aminoasetofenon adalah salah satu reaktan sisa yang terdapat dalam produk sintesis senyawa basa Schiff. Pola fragmentasi *p*-aminoasetofenon ditunjukkan dalam Gambar 4.12.

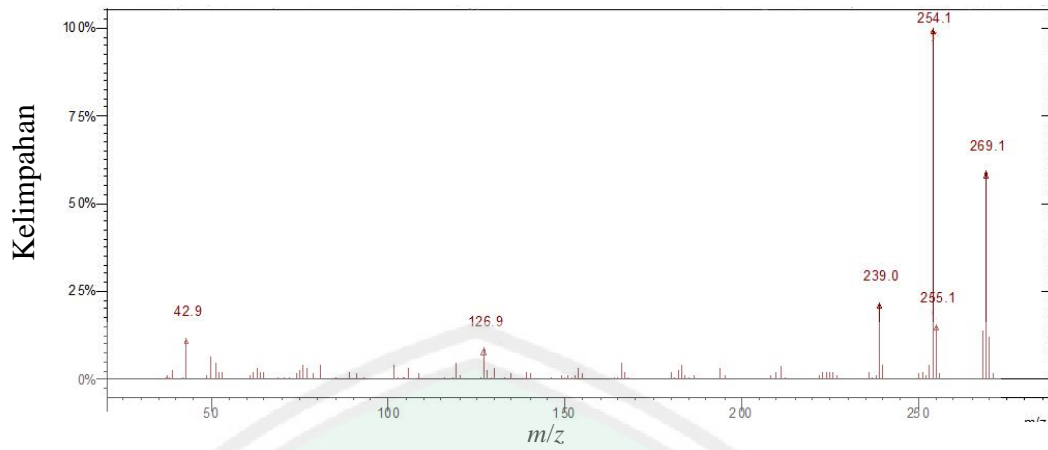


Gambar 4.11 Spektra massa puncak 2 dalam kromatogram

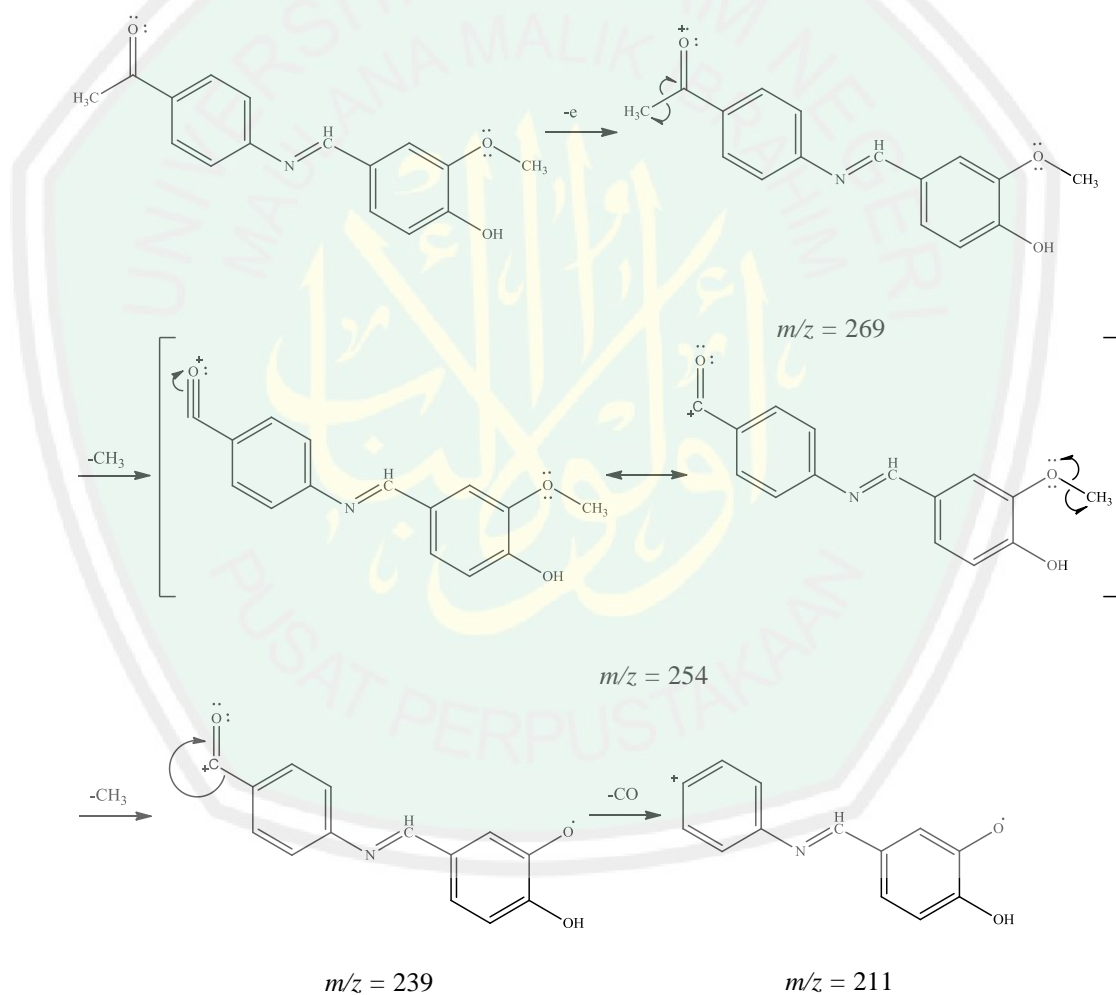


Gambar 4.12 Pola fragmentasi senyawa *p*-aminoasetofenon

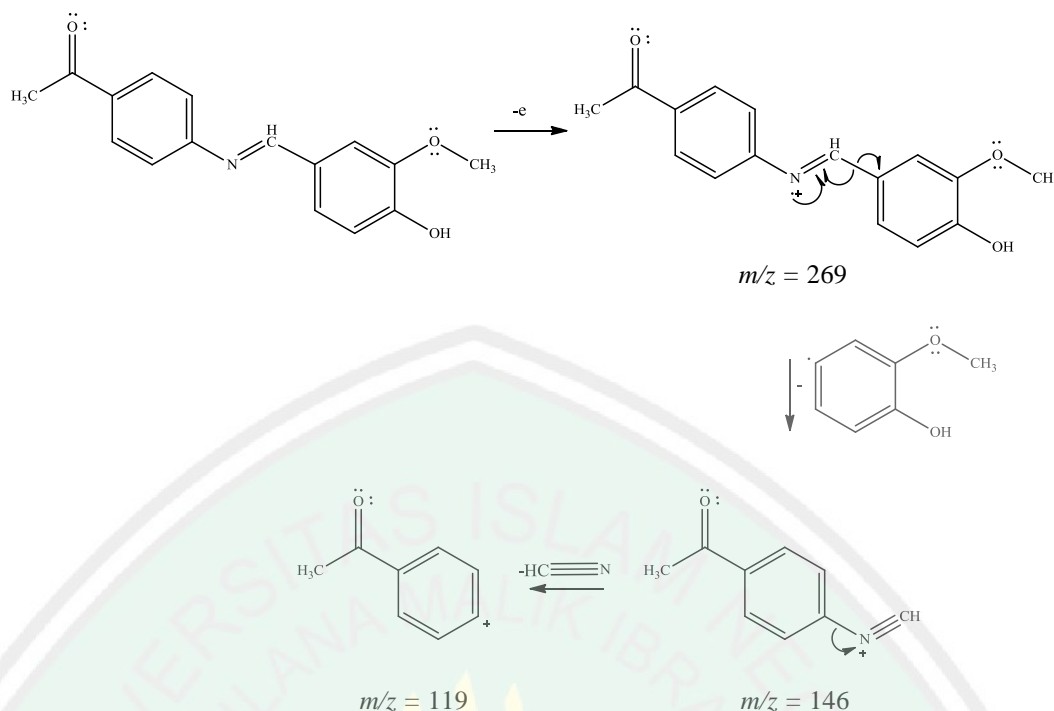
Data spektra massa pada Gambar 4.13 menampilkan bahwa puncak 3 memiliki nilai m/z 254 sebagai puncak dasar dengan kelimpahan 100%. Selain itu, puncak 3 juga mempunyai nilai m/z 269 yang merupakan ion molekuler senyawa target karena sama dengan massa relatif 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon. Fragmen-fragmen yang mempunyai nilai kelimpahan tinggi pada spektra massa menunjukkan bahwa, kestabilannya lebih tinggi daripada fragmen lain. Hal ini disebabkan adanya resonansi pada fragmen tersebut. Pola fragmentasi senyawa target ditampilkan pada Gambar 4.14 dan 4.15.



Gambar 4.13 Spektra massa puncak 3



Gambar 4.14 Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon



Gambar 4.15 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon

4.6 Uji Efisiensi Inhibitor Korosi

Penentuan efisiensi inhibitor korosi dilakukan melalui perendaman logam besi dalam larutan media korosi NaCl 3,5% dengan penambahan inhibitor korosi yaitu senyawa basa Schiff dan tanpa penambahan inhibitor korosi (kontrol). Senyawa basa Schiff yang digunakan merupakan produk sintesis dengan kemurnian tertinggi yaitu variasi volume katalis 0,25 mL ($P_{0,25}$). Hasil uji efisiensi reaktan dan basa Schiff dirangkum pada Tabel 4.6. Data pada tabel tersebut menunjukkan bahwa vanilin memiliki nilai efisiensi inhibitor yang cenderung menurun seiring dengan bertambahnya konsentrasi. Nilai *EI* pada vanilin lebih rendah daripada *p*-aminoasetofenon dan basa Schiff. Hal tersebut disebabkan vanilin bersifat asam karena mempunyai gugus hidroksi dan karbonil yang dapat melepas ion H^+ serta nilai pK_a sebesar 7,781 (Kumar, dkk., 2012), sehingga dapat diduga senyawa ini

tidak berperan sebagai inhibitor korosi, melainkan pengkorosi. *p*-Aminoasetofenon menghasilkan nilai *EI* yang lebih tinggi daripada vanilin yaitu pada rentang 32,76-60,34%. Namun, senyawa ini dapat dikatakan relatif kurang baik jika digunakan sebagai inhibitor korosi, karena nilai *EI*-nya tidak lebih tinggi daripada basa Schiff.

Tabel 4.6 Nilai efisiensi inhibitor reaktan dan basa Schiff dalam media NaCl 3,5%

Sampel	<i>EI</i> Rata-Rata (%)
Vanilin 2000 ppm	-110,34
Vanilin 4000 ppm	-308,62
Vanilin 6000 ppm	-522,41
Vanilin 8000 ppm	-743,68
<i>p</i> -Aminoasetofenon 2000 ppm	32,76
<i>p</i> -Aminoasetofenon 4000 ppm	46,55
<i>p</i> -Aminoasetofenon 6000 ppm	51,72
<i>p</i> -Aminoasetofenon 8000 ppm	60,34
Basa Schiff 2000 ppm	48,28
Basa Schiff 4000 ppm	63,79
Basa Schiff 6000 ppm	77,59
Basa Schiff 8000 ppm	84,48

Keterangan : *EI* = Efisiensi inhibitor

Berdasarkan data Tabel 4.6, senyawa basa Schiff memiliki rentang nilai efisiensi inhibitor relatif lebih tinggi daripada reaktannya yaitu sebesar 48,28-84,48%. Hal ini disebabkan pada basa Schiff terdapat pasangan elektron bebas dari atom O dan N serta ikatan π yang akan berinteraksi dengan permukaan logam besi. Selain itu, struktur basa Schiff memiliki konjugasi yang lebih panjang, sehingga bersifat lebih stabil dan efektif sebagai inhibitor korosi. Permukaan logam besi yang bermuatan positif (Fe^{2+}) akan berinteraksi secara elektrostatik dengan pasangan elektron bebas dan ikatan π yang bermuatan parsial negatif. Interaksi tersebut akan melindungi logam besi dari media pengkorosi, sehingga dapat menghambat laju korosinya (Chitra, dkk., 2010; Gupta, dkk., 2016). Hal ini didukung penelitian yang dilakukan oleh Mimpin Ginting, Darwis Subakti dan

Sophia Febriani pada tahun 2017. Pada penelitian tersebut, dilakukan uji inhibitor korosi terhadap 2 senyawa basa Schiff yang berbeda, yaitu basa Schiff I dari reaksi antara aldehida turunan metil oleat dengan etilendiamin yang menghasilkan efisiensi inhibitor sebesar 51,49-73,30% pada konsentrasi 1000, 3000, 5000 dan 7000 ppm, sedangkan basa Schiff II dari reaksi yang sama menggunakan anilin sebagai pengganti etilendiamin menghasilkan efisiensi inhibitor sebesar 63,99-80,09% dengan konsentrasi yang sama. Hal tersebut disebabkan pada basa Schiff II lebih banyak mengandung pasangan elektron bebas dari ikatan π yang terdapat pada benzena dan gugus imina. Adapun sumber pasangan elektron bebas basa Schiff I hanya dari gugus imina, sehingga kemampuan senyawa tersebut lebih rendah daripada basa Schiff II dalam menghambat laju korosi pada logam.

4.7 Perspektif Islam terhadap Sintesis Basa Schiff dan Aplikasinya sebagai Inhibitor Korosi pada Logam Besi

Senyawa basa Schiff merupakan salah satu hasil dari pemikiran ilmiah yang dianugerahkan oleh Allah SWT. Allah SWT telah menciptakan manusia dalam keadaan tidak mengetahui segala sesuatu di dunia ini. Namun, Allah SWT mengkaruniai akal pikiran, pendengaran dan penglihatan, sehingga manusia mampu mempelajari ciptaan-Nya. Proses belajar dilakukan secara bertahap yang pada akhirnya menghasilkan sebuah pemikiran yaitu ilmu pengetahuan. Salah satunya adalah sintesis basa Schiff dari amina primer dan senyawa karbonil (aldehida atau keton). Dengan adanya ilmu pengetahuan, peneliti dapat mencampur vanilin dan *p*-aminoasetofenon, sehingga terbentuk senyawa basa Schiff 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon. Hal ini akan menuntun manusia

untuk mengimani dan menyadari bahwa tidak ada satupun ciptaan Allah SWT yang sia-sia. Allah SWT berfirman dalam Al Qur'an surah Ali Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya : *sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan Kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Maha Suci Engkau, Lindungilah kami dari azab neraka”* (Q.S Ali Imran (3): 190-191).

Surah Ali Imran ayat 190-191 menjelaskan bahwa, Allah SWT telah menciptakan langit dan bumi dengan menyisakan beberapa bukti di dalamnya, agar manusia dapat berpendapat mengenai proses dan tujuan penciptaannya. Namun, asumsi yang didapat dari setiap manusia (ilmuan) hanya sebatas hipotesa atau teori dan belum mencapai tingkatan fakta keilmuan. Teori penciptaan langit dan bumi pun tergantung pada asumsi dan keyakinan para ilmuan itu sendiri. Kesimpulan ilmuan yang beriman akan berbeda dengan ilmuan atheis. Ilmuan muslim memiliki peluang untuk mengetahui teori dan asumsi sains pada tingkat fakta keilmuan. Mereka dapat memohon kepada Allah SWT untuk memberikan petunjuk tentang ilmu pengetahuan yang benar secara hakikat ilmiah dan bukan karena ilmu terapan (Al-Najjar, 2007).

Berdasarkan tafsir surah Ali Imran ayat 190-191, maka para ilmuan muslim melakukan kegiatan penelitian dengan mengikuti sunnatullah, sehingga

ilmu pengetahuan dapat berkembang menjadi luas dan mendekati hakikat kebenaran. Allah SWT akan menunjukkan rahasia-rahasia yang terdapat di alam semesta kepada manusia yang beriman kepada-Nya. Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu yang dapat memenuhi kebutuhan manusia, baik untuk kehidupan sehari-hari maupun kemajuan ilmu pengetahuan, seperti tumbuhan. Tumbuhan merupakan salah satu ciptaan Allah SWT yang mempunyai banyak manfaat. Firman Allah SWT dalam surah Asy Syu'ara ayat 7:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾

Artinya : *dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan bumi berbagai macam tumbuh-tumbuhan itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik?* (Q.S Asy Syu'ara (26): 7).

Firman Allah SWT dalam surah Asy Syu'ara ayat 7 menjelaskan bahwa, Allah telah menciptakan bumi yang di dalamnya tumbuh berbagai macam tumbuhan, baik di darat maupun di laut. Dalam hal ini, Allah berkehendak menjadikan bumi yang awalnya tandus menjadi subur dengan menumbuhkan berbagai jenis tumbuhan. Tumbuhan-tumbuhan tersebut memiliki banyak manfaat bagi kehidupan manusia, sehingga dapat memenuhi kebutuhannya (Shihab, 2002). Seperti tumbuhan belimbing wuluh yang dapat dimanfaatkan manusia sebagai obat, makanan, karya seni dan lain-lain. Atas izin Allah SWT, buah belimbing wuluh dapat juga digunakan sebagai katalis asam alami yang menggantikan peran katalis kimia dalam penelitian sintesis basa Schiff. Hal ini terbukti bahwa, buah tersebut mengandung senyawa asam organik yang mampu menghasilkan produk basa Schiff dengan kemurnian relatif tinggi.

Allah SWT menciptakan segala sesuatu tanpa sia-sia, tidak terkecuali produk basa Schiff. Sebagaimana pada penelitian ini, Allah SWT telah memberikan petunjuk kepada peneliti tentang manfaat produk basa Schiff yaitu sebagai inhibitor korosi pada besi. Besi adalah logam yang sangat bermanfaat dalam kehidupan manusia, sehingga perlu untuk dilindungi agar tidak mudah mengalami kerusakan akibat korosi. Allah SWT berfirman dalam surah Al Hadid ayat 25:

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيَقُومَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ
وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَنْ يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ
إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ ﴿٢٥﴾

Artinya : *sungguh, Kami telah mengutus rasul-rasul Kami dengan bukti-bukti yang nyata dan Kami turunkan bersama mereka Kitab dan neraca (keadilan) agar manusia dapat berlaku adil. Dan Kami menciptakan besi yang mempunyai kekuatan hebat dan banyak manfaat bagi manusia, dan agar Allah mengetahui siapa yang menolong (agama-Nya) dan rasul-rasul-Nya walaupun (Allah) tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha Kuat, Maha Perkasa (Q.S Al Hadid (57): 25).*

Surah Al Hadid ayat 25 menjelaskan bahwa Allah SWT mengutus para Rasul, menurunkan kitab suci dan neraca agar manusia menegakkan keadilan. Allah SWT juga menciptakan besi yang dapat memberikan dampak negatif dan positif bagi kehidupan manusia. Sebagai buktinya, berbagai lempengan besi memiliki daya tahan yang berbeda terhadap pengaruh lingkungan dan menyebabkan adanya proses pengkaratan, sehingga dapat menimbulkan dampak negatif di sekitarnya. Selain itu, besi juga banyak digunakan sebagai senjata perang, bahan baku perindustrian dan lain sebagainya. Allah SWT mengetahui barang siapa yang menjalankan perintah-Nya, walaupun Allah tidak dilihatnya (Shihab, 2002).

Besi merupakan salah satu ciptaan Allah yang bersifat memiliki kekuatan dahsyat dan memberikan manfaat bagi kehidupan manusia. Hasil temuan ilmiah membuktikan bahwa, semua besi di bumi berasal dari langit secara langsung dan tidak terbentuk dari mineral lainnya. Besi adalah salah satu mineral yang terpenting di bumi. Hal ini disebabkan besi menjadi medan magnet bumi yang dapat menahan gas dan benda cair agar tidak keluar dari dalam bumi. Dalam sains modern belum ditemukan logam mineral yang memiliki karakter menyerupai besi (Ahmad, 2008). Berdasarkan tafsir surah Al Hadid ayat 25 maka sebagai manusia yang beriman kepada Allah SWT, dalam penelitian ini dilakukan pencegahan korosi pada besi, sehingga laju kerusakan logam tersebut dapat dihambat dan pengaplikasian fungsi besi dapat berjalan lebih maksimal.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon menghasilkan kemurnian tertinggi pada volume katalis ekstrak belimbing wuluh 0,25 mL yaitu sebesar 89,21%. Senyawa produk sintesis 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon memiliki sifat fisik berupa padatan, berwarna coklat kekuningan, titik leleh antara 158-166°C, tidak larut secara sempurna dalam akuades dan larut sempurna dalam kloroform serta NaOH. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR menghasilkan serapan khas gugus C=N pada bilangan gelombang 1584-1583 cm⁻¹, sedangkan pada KG-SM didapatkan nilai *m/z* 269 yang sesuai dengan berat molekul senyawa produk sintesis. Senyawa basa Schiff pada konsentrasi 2000, 4000, 6000 dan 8000 ppm mempunyai nilai efisiensi inhibitor secara berturut-turut yaitu 48,28; 63,79; 77,59 dan 84,48% pada logam besi dalam media larutan NaCl 3,5%.

5.2 Saran

1. Perlu adanya karakterisasi produk sintesis menggunakan instrumen ¹H-NMR dan ¹³C-NMR untuk memperkuat dugaan terbentuknya senyawa basa Schiff.
2. Perlu adanya penelitian mengenai senyawa basa Schiff sebagai inhibitor korosi menggunakan metode Spektroskopi Impedansi Elektrokimia dan Polarisasi Potensiodinamika, agar mendapatkan data yang lebih akurat.
3. Perlu adanya penentuan konsentrasi ion H⁺ pada variasi volume katalis, agar dapat memberikan kondisi yang sama dalam setiap varian.

DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, M.A., Zakaria, K., Hamdy, A., Abo-Elenien, O.M., dan El-Azabawy, O.E. 2015. Synthesis of Novel Schiff Base Silicon Compound for Employing as Corrosion Inhibitor for Carbon Steel in 1 M HCl and 3,5% NaCl Aqueous Media. *International Journal of Chemical, Environmental and Biological Sciences*, 3(2): 145-155.
- Adawiyah, R. 2017. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin Menggunakan Metode Penggerusan. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Adjeroud, Y., Chabane, H., dan Liacha, M. 2016. Comparative Study of Conventional and Microwave-Assisted Synthesis of Novel 6-(Arylideneamino)benzo[d]oxazol-2(3H)-ones with Potential Antibacterial Activity. *Revue Roumaine de Chimie*, 61(2): 111-117.
- Ahmad, Y.A. 2008. *Seri Kemukjizatan Al-Qur'an dan Sunnah*. Yogyakarta: Sajadah Press
- Al Hakimi, N.S., Hanapi, A., dan Fasya, A.G. 2017. *Green Synthesis* Senyawa Imina dari Vanilin dan Anilina dengan Katalis Alami Air Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*). *Alchemy: Journal of Chemistry*, 5(4): 120-124.
- Al Najjar, Z. 2007. *Tafsir Al-Ayat Al-Kauniyyah Fi Al-Qur'an Al-Karim*, Cetakan 1, Juz 1. Kairo: Maktabah al-Syuruq al-Dauliyyah.
- 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: 1-7.
- Azizah, Y., Hanapi, A., dan Adi, T.K. 2015. Synthesis of 3-(4-Hydroxy-3-Metoxyphehyl)-1-Phenyl-2-Propen-1-On and its Antioxidant Activity Assay Using DPPH. *Alchemy*, 4(1): 67-72.
- Bahri, S. 2007. Penghambatan Korosi Baja Beton dalam Larutan Garam dan Asam dengan Menggunakan Campuran Senyawa Butilamina dan Oktilamina. *Jurnal Gradien*, 3(1): 231-236.
- Bakht, M.A. 2015. Lemon Juice Catalyzed Ultrasound Assisted Synthesis of Schiff's Base: a Total Green Approach. *Bulletin of Environment, Pharmacology and Life Sciences*, 4(10): 94-100.
- Basuki, M., Putra, A.A.W., dan Hidayat, D. 2012. Analisa Laju Korosi Duplex SS AWS 2205 dengan Metode Weight Loss. Di dalam: Seminar Nasional Aplikasi Sains & Teknologi. *Prosiding Seminar Nasional Aplikasi*

Sains & Teknologi (SNAST) Periode III; Yogyakarta, 3 November 2012. Surabaya. 344-354.

- Bendale, A.R., Bhatt, R., Nagar, A., Jadhav, A.G., dan Vidyasagar, G. 2011. Schiff Base Synthesis by Unconventional Route: an Innovative Green Approach. *Scholars Research Library*, 3(2): 34-38.
- Brodowska, K., dan Chruscinska, E.L. 2014. Schiff Bases Interesting Range of Applications in Various Fields of Science. *Chemik*, 68(2): 132-134.
- Chavan, S.B., Zangade, S.B., Mokle, S.S., dan Vibhute, Y.B. 2010. Synthesis of New Bis-Schiff Bases via Environmentally Benign Grindstone Technique. *Scholars Research Library*, 2(6): 139-143.
- Chitra, S., Parameswari, K., dan Selvaraj, A. 2010. Dianiline Schiff Bases as Inhibitors of Mild Steel Corrosion in Acid Media. *Int. J. Electrochem. Sci.*, 5: 1675-1697.
- Fessenden, R., dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik*, Edisi Ketiga. Jilid 2. Terjemahan Aloysius Hadyana Pudjaatmaka. 1986. Jakarta: Erlangga.
- Fontana, M. G. 1986. *Corrosion Engineering*. Third Edition. Singapura: McGraw Hill Book Company.
- Gandjar, I.G., dan Rohman, A. 2010. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Ginting, M., Surbakti, D., dan Febriani, S. 2017. Sintesis Basa Schiff dari Asam Oleat dan Pemanfaatannya sebagai Inhibitor Korosi terhadap Logam Seng dalam Media Larutan HCl. Di dalam: Seminar dan Rapat Tahunan BKS PTN Bidang MIPA. *Prosiding Seminar dan Rapat Tahunan (SEMIRATA) -BKS PTN Bidang MIPA*. Jambi, 12-14 Mei 2017. FKIP dan FST Universitas Jambi. Halaman 1565-1575.
- Gupta, N.K., Verma, C., Quraishi, M.A., dan Mukherjee, A.K. 2016. Schiff's Bases Derived from L-Lysine and Aromatic Aldehydes as Green Corrosion Inhibitors for Mild Steel: Experimental and Theoretical Studies. *Journal of Molecular Liquids*, 215: 47-57.
- Hanapi, A. 2017. Penggunaan Katalis Asam Alami Jus Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia* S.) pada Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan Anilina dengan Metode Penggerusan. *Laporan Hasil Penelitian Penguatan Program Studi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Hart, H., Craine, L.E., dan Hart, D.J. 2003. *Kimia Organik: Suatu Kuliah Singkat*. Edisi Kesebelas. Terjemahan Suminar Setiati Achmadi. 2003. Jakarta: Erlangga.

- Hasanah, U. 2017. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Toluidin Menggunakan Metode Penggerusan. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Hasanah, U., Hanapi, A., dan Ningsih, R. 2017. Synthesis of Schiff Base Compound from Vanillin and *p*-Toluidine by Solvent Free-Mechanochemical Method. *Proceeding of International Conference on Green Technology*, 8(1): 278-281.
- Hassan, K.J., Adamu, Z.U., dan Zubairu, M.S. 2015. Adsorption Studies of Corrosion Inhibition Potentials of the Ethanol Extract from *Carica papaya* Peels on Mild Steel in Sulphuric Acid Medium. *International Journal of Modern Chemistry*, 7(2): 131-140.
- Heliawati, L. 2018. *Kimia Organik 3*. Bogor: Universitas Pakuan
- Indocor. 2017. Indonesian Corrosion Association. *Seminar Korosi*. Tangerang Selatan.
- Indrayani, N.L. 2016. Studi Pengaruh Ekstrak Eceng Gondok sebagai Inhibitor Korosi untuk Pipa Baja SS400 pada Lingkungan Air. *Jurnal Ilmiah Teknik Mesin*, 4(2): 47-56.
- Kailas H, K., Sheetal P, J., Anita P, P., dan Apoorva P, H. 2016. Four Synthesis Methods of Schiff Base Ligands and Preparation of Their Metal Complex with IR and Antimicrobial Investigation. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 5(2): 1055-1063.
- Khasanudin, A. 2018. Sintesis Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin dengan Variasi Jumlah Katalis Asam dari Jus Jeruk Nipis. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Khopkar, S.M. 2014. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Terjemahan A. Saptrorahardjo. Jakarta: UI Press.
- Kumar, K. V., Sunand, K., Ashwini, K., Kumar, P.S., Vishnu, S., dan Samala, A. 2017. Synthesis Characterization and Antibacterial Studies of 4-Aminoantipyrine Schiff's Bases. *International Journal of Applied Pharmaceutical Sciences and Research*, 2(1): 8-14.
- Kumar, R., Sharma, P.K., dan Mishra, P.S. 2012. A Review on the Vanillin Derivates Showing Various Biological Activities. *International Journal of PharmTech Research*, 4(1): 266-279.

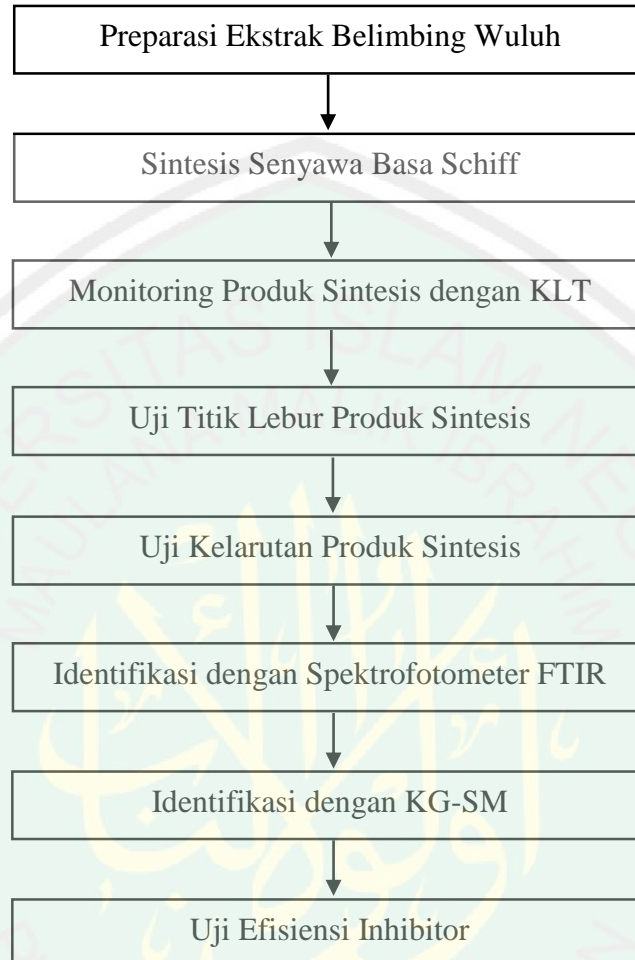
- Kurniawaty, E., dan Lestari, E.E. 2016. Uji Efektifitas Daun Belimbing Wuluh (*Averrhoa bilimbi* L.) Sebagai Pengobatan Diabetes Melitus. *Majority*, 5(2): 32-36.
- Mahardika, B., Pratikno, H., dan Ikhwani, H. 2016. Studi Eksperimen Pengaruh Variasi Inhibitor dan Konsentrasi Inhibitor terhadap Laju Korosi dan Penentuan Efisiensi Inhibisi pada Baja Tulangan Beton ST 42 di Kondisi Lingkungan Laut. *Jurnal Teknis ITS*, 5(2): 292-296.
- Maila, W.E. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Toluidin Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia* S.). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Maryam, St., Juniasti, S., dan Kosman, R. 2015. Uji Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Buah Belimbing Wuluh (*Averrhoa bilimbi* L.) Asal Kota Watampone. *As-Syifaa*, 07(01): 60-69.
- Mo, S., Li, L.J., Luo, H.Q., dan Li, N.B. 2017. An Example of Green Copper Corrosion Inhibitors Derived from Flavor and Medicine: Vanillin and Isoniazid. *Journal of Molecular Liquids*, 242: 822-830.
- Muzaifa, M. 2018. Perubahan Komponen Kimia Belimbing Wuluh (*Averrhoa bilimbi* L.) selama Pembuatan Asam Sunti. *Jurnal Teknologi Pertanian Andalas*, 22(1): 37-43.
- NACE. 2016. International Measures of Prevention, Application, and Economics of Corrosion Technologies Study. *National Association of Corrosion Engineers*. USA.
- Pal, R. 2013. Fruit Juice: A Natural, Green and Biocatalyst System in Organic Synthesis. *Open Journal of Organic Chemistry*, 1(4): 47-56.
- Pandey, S.D., Gupta, R., Hasnai, K.R., Surve, N., Naila, S., Chavhan, S.T., dan Chavan, R.P. 2015. Synthesis of Schiff Base Using Natural Catalyst under Microwave Condition. *International Research Journal of Natural and Applied Sciences*, 2(4): 120-124.
- 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. *Archieve of Applied Science Research*, 4(2): 1074-1078.
- Pubchem. 2018. *p*-Aminoasetofenon. MSDS.
- Purwaningsih, E. 2007. *Multiguna Belimbing Wuluh*. Surabaya: Ganeca Exact.

- Purwono, B., Anwar, C., dan Hanapi, H. 2013. Synthesis of Azo-Imine Derivates from Vanillin as an Acid Base Indicator. *Indonesian Journal of Chemistry*, 13(1): 1-6.
- Rachmawati, I.E., Ngadiwiyana., dan Ismiyanto. 2017. Sintesis Turunan Azomethin sebagai Zat Aktif Inhibitor Korosi pada Logam Menggunakan Bahan Dasar Piperonal dan 2-Aminopiridin. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 20(3): 136-139.
- Reddy, C.S.K., Khan, K.K.A., dan Nagaraja, C. 2016. A Review on the Determination of Melting Point Measurement System. *International Journal of Advanced Research in Electrical, Electronics and Instrumentation Engineering*. 5(2): 975-979
- Revie, R. Winston. 2011. *Uhlig's Corrosion Handbook*. USA: Wiley.
- Roberge, P.R. 2000. *Handbook of Corrosion Engineering*. New York: McGraw-Hill.
- Rusianto, T. 2009. Perubahan Laju Korosi Akibat Tegangan dalam dengan Metode C-Ring. *Jurnal Teknologi Technoscientia*, 2(1): 134-142.
- Safak, S., Duran, B., Yurt, A., dan Turgoklu, G. 2012. Schiff Bases as Corrosion Inhibitor for Aluminium in HCl Solution. *Corrosion Science*, 54:251-259.
- 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 and VI Metal Salts under Solvent Free Conditions. *International Journal of Organic Chemistry*, 2: 233-247.
- Sarma, T.S., Sreeramulu, J., dan Siddaiah, M. 2017. Comparative Study of Synthesized Schiff Bases. *Journal of Global Trends in Pharmaceutical Sciences*, 8(4): 4528-4536.
- Sciencelab. 2005. *Vanillin*. MSDS.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Misbah Volume 10*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Misbah Volume 11*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir Al-Misbah Volume 14*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shriner, R.L., Herman, C.K.F., Morrill, T.C., Curtin, D.Y., dan Fuson, R.C. 2004. *The Systematic Identification of Organic Compounds*. New York: Wiley.

- Shukla, M., Kulshrashtha, H., dan Seth, D.S. 2017. Comparative Study of the Schiff Bases by Conventional and Green Method and Antimicrobial Activity. *International Journal of Materials Science*, 12(1): 71-76.
- Singh, G., Singh, Jasbhinder., Singh, A., Singh, J., Kumar, M., Gupta, K., dan Chhibber, S. 2018. Synthesized, Characterization and Antibacterial Studies of Schiff Based 1,2,3-Triazole Bridged Silatranes. *Journal of Organometallic Chemistry*, 871: 21-27.
- Sumarji. 2012. Evaluasi Korosi Baja Karbon Rendah ASTM A36 pada Lingkungan Atmosferik di Kabupaten Jember. *Jurnal ROTOR*. 5(1): 2012.
- Tigineh, G.T., Wen, Y.S., dan Liu, L.K. 2015. Solvent-Free Mechanochemical Conversion of 3-Ethoxysalicylaldehyde and Primary Aromatic Amines to Corresponding Schiff –Bases. *Tetrahedron*, 71(1): 1-32.
- Verma, C., Sorour, A.A., Ebenso, E.E., dan Quraishi, M.A. 2018. Inhibitor Performance of Three Naphthyridine Derivates for Mild Steel Corrosion in 1 M HCl: Computation and Experimental Analyses. *Result in Physics*, 10: 504-511.
- Wang, L., Yin, X., Wang, W., Jin, L., dan Li, Z. 2014. N-Benzylidene-4-Dodecylanine: a New Schiff Base Corrosion Inhibitor for Copper. *International Journal of Electrochemical Science*, 9: 6088-6102.
- Watson, J.T., dan Sparkman, O.D. 2013. *Introduction to Mass Spectrometry: Instrumentation, Applications and Strategies for Data Interpretation*. New York: John Wiley & Sons.
- Yadav, G., dan Mani, J.V. 2013. Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Research*, 4(2): 121-127.
- 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 Teknis ITS*, 5(2): 297-302.
- Zangade, S., Mokle, S., Vibhute, A., dan Vibhute, Y. 2011. An Efficient and Operationally Simple Synthesis of Some New Chalcones by Using Grinding Technique. *Chemical Sciences Journal*, 1-6.
- Zuchry M, M., dan Magga, R. 2017. Analisis Laju Korosi dengan Penambahan Pompa pada Baja Komersil dalam Media Air Laut. *Jurnal Mekanikal*, 8(2): 737-741.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Percobaan



Lampiran 2. Diagram Alir**L2.1 Preparasi Katalis Asam Alami dari Ekstrak Belimbing Wuluh**

Belimbing Wuluh Lokal

- dicuci dengan air bersih
- ditiriskan
- dipotong menjadi beberapa bagian
- ditekan dengan mortar dan alu
- disaring dengan kertas saring
- diukur nilai pHnya
- dikondisikan pada pH 3-4 dengan akuades
- digunakan sebagai katalis asam

Hasil

L2.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon Menggunakan Katalis Ekstrak Belimbing Wuluh dengan Metode Penggerusan

Vanilin

- ditimbang 1,1411 g
- dimasukkan dalam mortar
- dimasukkan 1,0138 g *p*-Aminoasetofenon
- ditambahkan 1 mL ekstrak belimbing wuluh
- digerus pada suhu ruang selama 20 menit
- dicuci padatan dengan akuades dingin
- diukur pH filtrat setiap 6 mL
- dihentikan pencucian jika pH filtrat sama dengan akuades
- dikeringkan dalam desikator
- diulangi perlakuan yang sama pada variasi volume 0,5; 0,25 dan 0 mL

Hasil

L2.3 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT

Produk Sintesis

- dilarutkan dalam aseton p.a
- ditotolkan pada plat KLT GF₂₅₄ yang telah diaktivasi pada suhu 105°C selama 30 menit dengan pipa kapiler
- dimasukkan dalam bejana pengembang yang berisi eluen jenuh kloroform:metanol (9:1)
- dielusi hingga eluen mencapai batas garis atas
- diangkat plat dan dikeringkan
- disinari plat dengan lampu UV 254 nm
- diamati spot yang terbentuk
- ditandai dan ditentukan nilai *R_f*

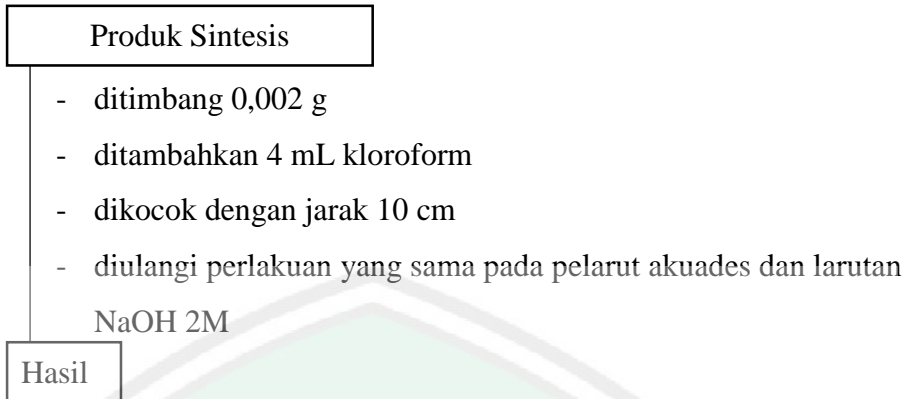
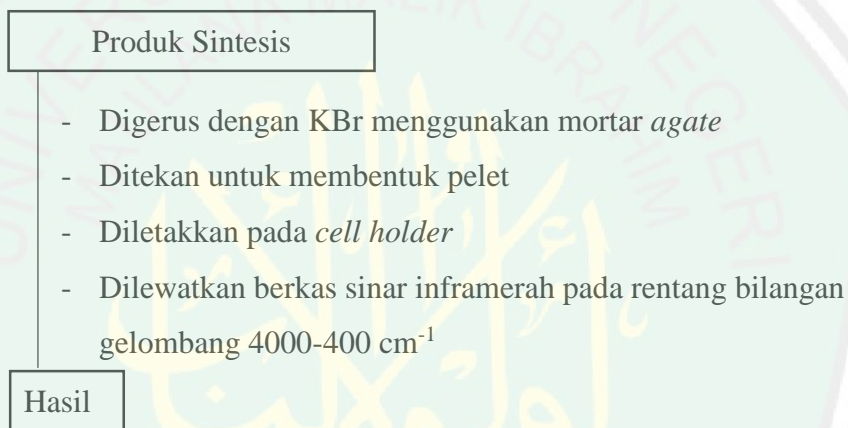
Hasil

L2.4 Uji Titik Lebur Senyawa Produk Sintesis

Produk Sintesis

- dimasukkan dalam pipa kapiler
- dimasukkan pipa kapiler dan termometer pada masing-masing blok
- dinyalakan *heating control*
- diatur suhu hingga 20°C per menit
- diamati hingga suhu mendekati titik leleh dan diturunkan menjadi 1°C per menit
- diamati hingga meleleh sempurna
- ditentukan titik lelehnya

Hasil

L2.5 Uji Kelarutan Senyawa Produk Sintesis**L2.6 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR**

L2.7 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan KG-SM

Produk Sintesis

- dilarutkan 5 μ L dalam pelarut aseton p.a dengan konsentrasi 50.000 ppm
- diinjeksikan menggunakan *syringe* pada instrumen KG-SM dengan kondisi operasional sebagai berikut :

Jenis kolom : AGILENT J&W VF-5ms
 Panjang kolom : 30 m
 Detektor : QP2010
 Oven : terprogram 100°C (5 menit) \rightarrow 330°C (52 menit)
 Temperatur injektor : 350°C
 Tekanan gas : 16,5 kPa
 Kecepatan aliran gas : 0,5 mL/menit (konstan)
 Gas pembawa : Helium
 MS (*m/z*) : 33-300 *m/z*

- diamati pola kromatogram yang dihasilkan

Hasil

L2.8 Pembuatan Spesimen Uji

Lempeng Logam Besi

- dipotong dengan ukuran 2 cm x 1 cm x 0,05 cm
- diampelas permukaannya sampai halus
- dicuci dengan larutan aseton
- dikeringkan pada suhu ruang.

Hasil

L2.9 Pembuatan Larutan Inhibitor

Produk Sintesis

- dibuat larutan inhibitor konsentrasi 10.000 ppm
- dilarutkan 0,25 g produk basa Schiff dalam 0,5 mL DMSO 2%
- ditandabatkan dengan NaCl 3,5% dalam labu takar 25 mL
- diencerkan sesuai variasi konsentrasi 2000, 4000, 6000 dan 8000 ppm

Hasil

L2.10 Pengujian Efisiensi Inhibitor

Lempeng Logam Besi

- ditimbang masing-masing 4 buah lempeng
- direndam dalam larutan inhibitor 2000; 4000; 6000 dan 8000 ppm sebanyak 5 mL dalam tabung reaksi selama 48 jam
- diangkat dari media pengkorosi
- dicuci dengan air sampai bersih
- dikeringkan
- ditimbang berat akhirnya
- dihitung efisiensi inhibitor korosi pada setiap larutan.
- dilakukan perlakuan yang sama pada larutan NaCl 3,5% tanpa penambahan inhibitor korosi sebagai pembanding

Hasil

Lampiran 3. Perhitungan

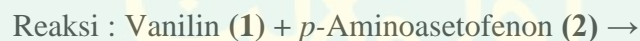
L3.1 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin 7,5 mmol (1)

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa (1)} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\ \text{BM senyawa (1)} &= 152,15 \text{ gr/mol} \\ \text{Mol senyawa (1)} &= 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (1)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 152,15 \text{ gr/mol} \\ &= 1,1411 \text{ gr} \end{aligned}$$

L3.2 Perhitungan Pengambilan Massa *p*-Aminoasetofenon 7,5 mmol (2)

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa (2)} &= \text{C}_8\text{H}_9\text{NO} \\ \text{BM senyawa (2)} &= 135,17 \text{ gr/mol} \\ \text{Mol senyawa (2)} &= 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 135,17 \text{ gr/mol} \\ &= 1,0138 \text{ gr} \end{aligned}$$

L3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Produk 1-(4-((4-hidroksi-3-metoksibenzilidin)amino)fenil)etanon (3)



Reaksi	senyawa (1)	+	senyawa (2)	→	senyawa (3)
Mula-mula	0,0075 mol		0,0075 mol		-
Bereaksi	0,0075 mol		0,0075 mol		0,0075 mol
Setimbang	-		-		0,0075 mol

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa (3)} &= \text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{NO}_3 \\ \text{BM senyawa (3)} &= 269 \text{ gr/mol} \\ \text{Mol senyawa (3)} &= 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (3)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 269 \text{ gr/mol} \\ &= 2,0175 \text{ gr} \end{aligned}$$

L3.4 Penentuan % Kemurnian Produk Sintesis Berdasarkan KG-SM

$$\% \text{ Kemurnian} = \frac{\text{Luas area puncak senyawa target}}{\text{Total luas area puncak}} \times 100\%$$

1. P₀ (Volume 0 mL)

Tabel L3.1 Data luas area produk sintesis variasi 0 mL

Puncak Ke-	Luas Area
1	22,97 x 10 ⁶
2	27,82 x 10 ⁶
3	196,9 x 10 ⁶
Total Area	247,69 x 10 ⁶

Keterangan : Puncak 1 = Vanilin
 Puncak 2 = *p*-Aminoasetofenon
 Puncak 3 = Produk sintesis

$$\% \text{ Kemurnian produk} : \frac{196,9 \times 10^6}{247,69 \times 10^6} \times 100\% = 79,49\%$$

2. P_{0,25} (Volume 0,25 mL)

Tabel L3.2 Data luas area produk sintesis variasi 0,25 mL

Puncak Ke-	Luas Area
1	9,591 x 10 ⁶
2	10,79 x 10 ⁶
3	168,5 x 10 ⁶
Total Area	188,881 x 10 ⁶

Keterangan : Puncak 1 = Vanilin
 Puncak 2 = *p*-Aminoasetofenon
 Puncak 3 = Produk sintesis

$$\% \text{ Kemurnian produk} : \frac{168,5 \times 10^6}{188,881 \times 10^6} \times 100\% = 89,21\%$$

3. P_{0,5} (Volume 0,50 mL)

Tabel L3.3 Data luas area produk sintesis variasi 0,50 mL

Puncak Ke-	Luas Area
1	20,81 x 10 ⁶
2	28,77 x 10 ⁶
3	101,4 x 10 ⁶
Total Area	150,98 x 10 ⁶

Keterangan : Puncak 1 = Vanilin
 Puncak 2 = *p*-Aminoasetofenon
 Puncak 3 = Produk sintesis

$$\% \text{ Kemurnian produk} : \frac{101,4 \times 10^6}{150,98 \times 10^6} \times 100\% = 67,16\%$$

4. P₁ (Volume 1 mL)

Tabel L3.4 Data luas area produk sintesis variasi 1 mL

Puncak Ke-	Luas Area
1	8,160 x 10 ⁶
2	8,833 x 10 ⁶
3	68,40 x 10 ⁶
Total Area	85,393 x 10 ⁶

Keterangan : Puncak 1 = Vanilin
 Puncak 2 = *p*-Aminoasetofenon
 Puncak 3 = Produk sintesis

$$\% \text{ Kemurnian produk} : \frac{68,40 \times 10^6}{85,393 \times 10^6} \times 100\% = 80,10\%$$

Tabel L3.5 Hasil sintesis produk basa Schiff

No.	Variasi Katalis (mL)	Massa Produk (gram)	Kemurnian Produk (%)
1	0	2,0071	79,49
2	0,25	1,8617	89,21
3	0,50	1,6844	67,16
4	1	1,5946	80,10

L3.5 Penentuan Nilai R_f Hasil Monitoring Produk Sintesis dengan KLT

$$R_f = \frac{\text{Jarak tempuh senyawa}}{\text{Jarak tempuh pelarut}}$$

1. R_f Vanilin $\rightarrow \frac{5,6}{7,25} = 0,77$

2. R_f *p*-Aminoasetofenon $\rightarrow \frac{5,2}{7,25} = 0,72$

3. R_f P₀ (Volume 0 mL)

Spot 1 $\rightarrow \frac{5,85}{7,25} = 0,81$

Spot 2 $\rightarrow \frac{5,5}{7,25} = 0,76$

Spot 3 $\rightarrow \frac{5,1}{7,25} = 0,70$

4. R_f P_{0,25} (Volume 0,25 mL)

Spot 1 $\rightarrow \frac{5,85}{7,25} = 0,81$

Spot 2 $\rightarrow \frac{5,5}{7,25} = 0,76$

Spot 3 $\rightarrow \frac{5,1}{7,25} = 0,70$

1. R_f P_{0,5} (Volume 0,50 mL)

Spot 1 $\rightarrow \frac{5,9}{7,25} = 0,81$

Spot 2 $\rightarrow \frac{5,55}{7,25} = 0,77$

Spot 3 $\rightarrow \frac{5,15}{7,25} = 0,71$

2. R_f P₁ (Volume 1 mL)

Spot 1 $\rightarrow \frac{5,9}{7,25} = 0,81$

L3.6 Pengamatan Titik Lebur Produk Sintesis

Tabel L3.6 Hasil pengamatan titik lebur produk sintesis

Ulangan	Titik Lebur (°C)			
	P ₀	P _{0,25}	P _{0,5}	P ₁
1	158-164	160-162	162-166	162-166
2	158-164	160-163	162-166	162-167
3	158-162	160-162	162-166	162-166
Rata-rata	158-163	160-162	162-166	162-166

Keterangan : P₀ = Produk sintesis variasi volume katalis 0 mL
 P_{0,25} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,25 mL
 P_{0,5} = Produk sintesis variasi volume katalis 0,5 mL
 P₁ = Produk sintesis variasi volume katalis 1 mL

L3.7 Pembuatan Larutan NaOH 2 M

Rumus molekul senyawa = NaOH
 BM senyawa = 40 g/mol
 Volume larutan = 50 mL
 Konsentrasi larutan = 2 M
 Mol senyawa = Konsentrasi \times Volume
 = 2 M \times 0,05 L
 = 0,1 mol
 Massa senyawa = mol \times BM
 = 0,1 mol \times 40 g/mol
 = 4 gram

L3.8 Pembuatan Larutan NaCl 3,5% b/v

Konsentrasi NaCl = 3,5%
 Massa NaCl = 3,5 gram
 Volume akuades = 100 mL

L3.9 Perhitungan Uji Antikorosi

1. Penambahan DMSO sebagai Pelarut Basa Schiff (2% v/v)

$$\%V = \frac{\text{Volume komponen } (V_k)}{\text{Volume campuran } (V_c)} \times 100\%$$

Diketahui :

$$\%V = 2\%$$

$$V_c = 25 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} V_k &= \frac{\%V}{100\%} \times V_c \\ &= \frac{2\%}{100\%} \times 25 \text{ mL} = 0,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

2. Pembuatan Larutan Induk Inhibitor 10000 ppm

$$\text{Volume larutan yang dibutuhkan} = 0,025 \text{ L}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa basa Schiff yang ditambahkan} &= \text{Konsentrasi (ppm)} \times \text{volume} \\ &= 10000 \text{ ppm} \times 0,025 \text{ L} \\ &= 250 \text{ mg} \end{aligned}$$

3. Pengenceran Larutan Induk Inhibitor 10000 ppm Menjadi 2000, 4000, 6000 dan 8000 ppm

Persamaan pengenceran :

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

Keterangan :

C_1 = Konsentrasi larutan yang diencerkan

C_2 = Konsentrasi larutan pengenceran

V_1 = Volume larutan induk yang diencerkan

V_2 = Volume larutan pengenceran

a). 2000 ppm

$$10000 \text{ ppm} \cdot V_1 = 2000 \text{ ppm} \cdot 5 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

b). 4000 ppm

$$10000 \text{ ppm} \cdot V_1 = 4000 \text{ ppm} \cdot 5 \text{ mL}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

c). 6000 ppm

$$10000 \text{ ppm} \cdot V_I = 6000 \text{ ppm} \cdot 5 \text{ mL}$$

$$V_I = 3 \text{ mL}$$

d). 8000 ppm

$$10000 \text{ ppm} \cdot V_I = 8000 \text{ ppm} \cdot 5 \text{ mL}$$

$$V_I = 4 \text{ mL}$$

4. Penentuan Uji Efisiensi Inhibitor

$$IE\% = \frac{(W_0 - W_{inh})}{W_0} \times 100\%$$

Keterangan :

W_0 = Nilai kehilangan berat tanpa inhibitor

W_{inh} = Nilai kehilangan berat menggunakan inhibitor

IE = Efisiensi inhibitor

Tabel L3.7 Massa logam besi sebagai standart

Standart	Ulangan	M_1 (gr)	M_2 (gr)	W (gr)	W_0 (gr)
Larutan NaCl + DMSO	I	0,6739	0,6719	0,0020	0,0019
	II	0,6728	0,6712	0,0016	
	III	0,6746	0,6724	0,0022	

Keterangan : M_1 = Massa logam besi sebelum direndam dalam larutan standart

M_2 = Massa logam besi setelah direndam dalam larutan standart

W = Massa logam besi yang hilang tanpa penambahan inhibitor korosi

W_0 = Massa rata-rata logam besi yang hilang tanpa penambahan inhibitor korosi

Tabel L3.8 Nilai efisiensi inhibitor dari *p*-aminoasetofenon dalam media korosi NaCl 3,5%

Konsentrasi (ppm)	M_1 (gr)	M_2 (gr)	W_{inh} (gr)	$W_o - W_{inh}$ (gr)	$EI\%$	\bar{x}
2000	0,6543	0,6531	0,0012	0,0007	37,93%	32,76%
	0,6539	0,6525	0,0014	0,0005	27,59%	
	0,6562	0,6549	0,0013	0,0006	32,76%	
4000	0,6629	0,6619	0,0010	0,0009	48,28%	46,55%
	0,6560	0,6549	0,0011	0,0008	43,10%	
	0,6563	0,6553	0,0010	0,0009	48,28%	
6000	0,6554	0,6545	0,0009	0,0010	53,45%	51,72%
	0,6554	0,6545	0,0009	0,0010	53,45%	
	0,6551	0,6541	0,0010	0,0009	48,28%	
8000	0,6548	0,6540	0,0008	0,0011	58,62%	60,34%
	0,6555	0,6547	0,0008	0,0011	58,62%	
	0,6560	0,6553	0,0007	0,0012	63,79%	

Keterangan : M_1 = Massa logam besi sebelum direndam dalam media korosi
 M_2 = Massa logam besi setelah direndam dalam media korosi
 W_{inh} = Massa logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor korosi
 W_o = Massa rata-rata logam besi yang hilang tanpa penambahan inhibitor korosi

Tabel L3.9 Nilai efisiensi inhibitor dari vanilin dalam media korosi NaCl 3,5%

Konsentrasi (ppm)	M_1 (gr)	M_2 (gr)	W_{inh} (gr)	$W_o - W_{inh}$ (gr)	$EI\%$	\bar{x}
2000	0,6543	0,6500	0,0043	-0,0024	-122,41%	-110,34%
	0,6599	0,6560	0,0039	-0,0020	-101,72%	
	0,6558	0,6518	0,0040	-0,0021	-106,90%	
4000	0,654	0,6468	0,0072	-0,0053	-272,41%	-308,62%
	0,6621	0,6541	0,0080	-0,0061	-313,79%	
	0,6544	0,6459	0,0085	-0,0066	-339,66%	
6000	0,6618	0,6501	0,0117	-0,098	-505,17%	-522,41%
	0,6609	0,6489	0,0120	-0,0101	-520,69%	
	0,6568	0,6444	0,0124	-0,0105	-541,38%	
8000	0,6612	0,6453	0,0159	-0,0140	-722,41%	-743,68%
	0,6555	0,6403	0,0152	-0,0133	-686,21%	
	0,6529	0,637	0,0159	-0,0159	-822,41%	

Keterangan : M_1 = Massa logam besi sebelum direndam dalam media korosi
 M_2 = Massa logam besi setelah direndam dalam media korosi
 W_{inh} = Massa logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor korosi
 W_o = Massa rata-rata logam besi yang hilang tanpa penambahan inhibitor korosi

Tabel L3.10 Penentuan nilai efisiensi inhibitor dari senyawa basa Schiff dalam media korosi NaCl 3,5%

Konsentrasi (ppm)	M_1 (gr)	M_2 (gr)	W_{inh} (gr)	$W_o - W_{inh}$ (gr)	$EI\%$	\bar{x}
2000	0,6634	0,6625	0,0009	0,0010	53,45%	48,28%
	0,6604	0,6594	0,0010	0,0009	48,28%	
	0,6628	0,6617	0,0011	0,0008	43,10%	
4000	0,6612	0,6606	0,0006	0,0013	68,97%	63,79%
	0,6610	0,6602	0,0008	0,0011	58,62%	
	0,6629	0,6622	0,0007	0,0012	63,79%	
6000	0,6619	0,6615	0,0004	0,0015	79,31%	77,59%
	0,6609	0,6605	0,0004	0,0015	79,31%	
	0,6626	0,6621	0,0005	0,0014	74,14%	
8000	0,6597	0,6594	0,0003	0,0016	84,48%	84,48%
	0,6644	0,6641	0,0003	0,0016	84,48%	
	0,6617	0,6614	0,0003	0,0016	84,48%	

Keterangan: M_1 = Massa logam besi sebelum direndam dalam media korosi
 M_2 = Massa logam besi setelah direndam dalam media korosi
 W_{inh} = Massa logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor korosi
 W_o = Massa rata-rata logam besi yang hilang tanpa penambahan inhibitor korosi

Kandungan persentase besi sesuai hasil karakterisasi XRF pada sampel logam, yaitu:

23-jul-2019 13:51:57

Sample results

Page 1

Sample ident
E 884

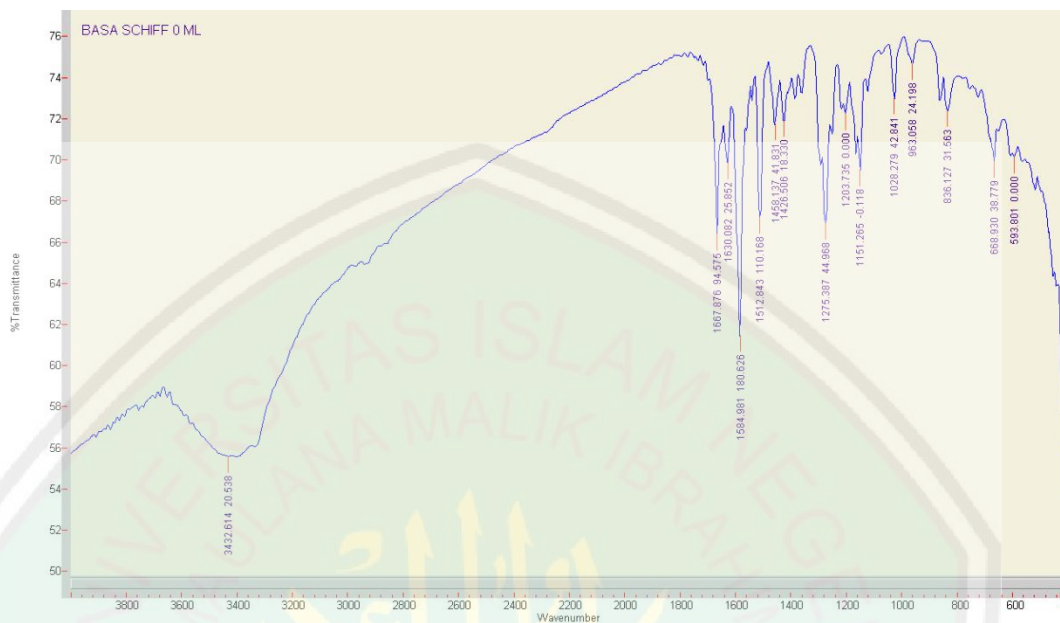
Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	23-jul-2019 10:13:34
Position	5

Compound	P	Ca	Cr	Mn	Fe	Rb	La
Conc	0,2	0,14	0,626	0,53	97,86	0,64	0,04
Unit	%	%	%	%	%	%	%

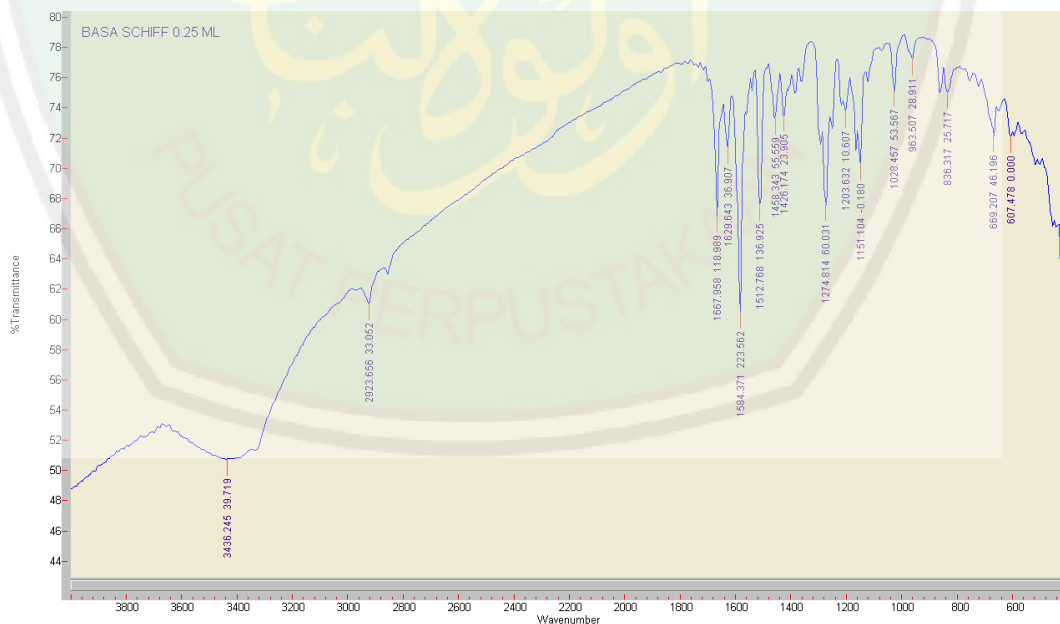
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

L4.1 Hasil Karakterisasi Senyawa Sintesis Menggunakan FTIR

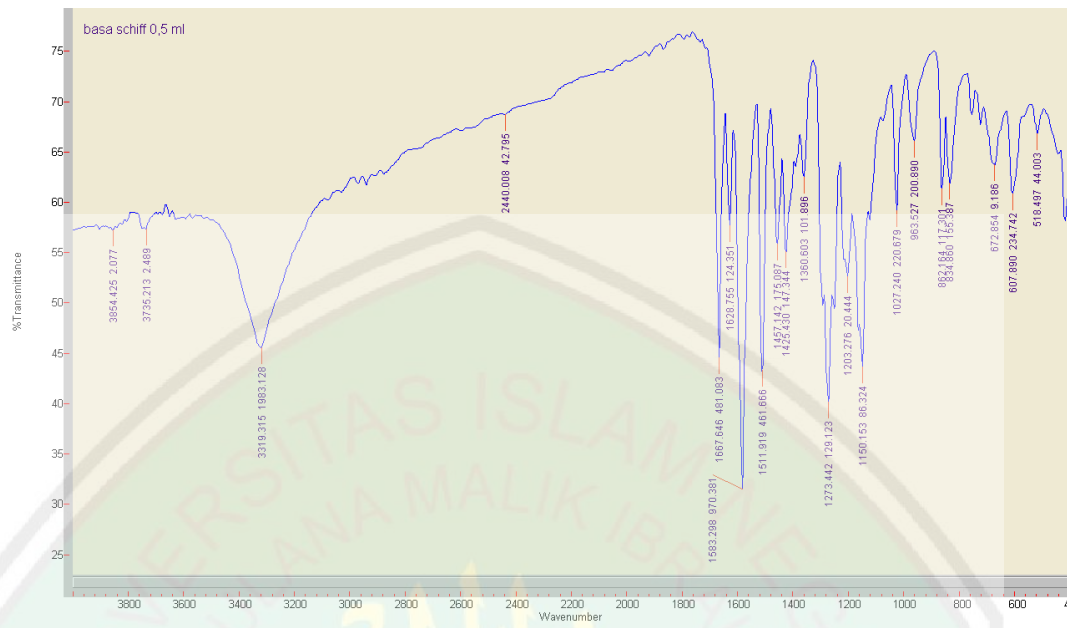
L4.1.1 Hasil Karakterisasi P₁ (Produk Volume Katalis Asam 0 mL)



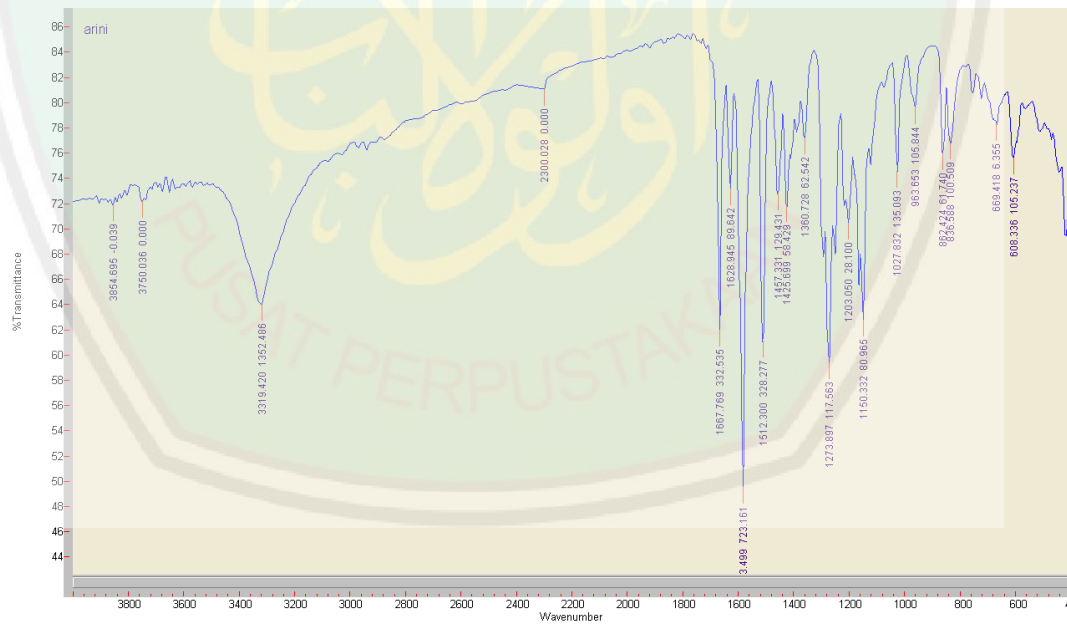
L4.1.2 Hasil Karakterisasi P_{0,25} (Produk Volume Katalis Asam 0,25 mL)



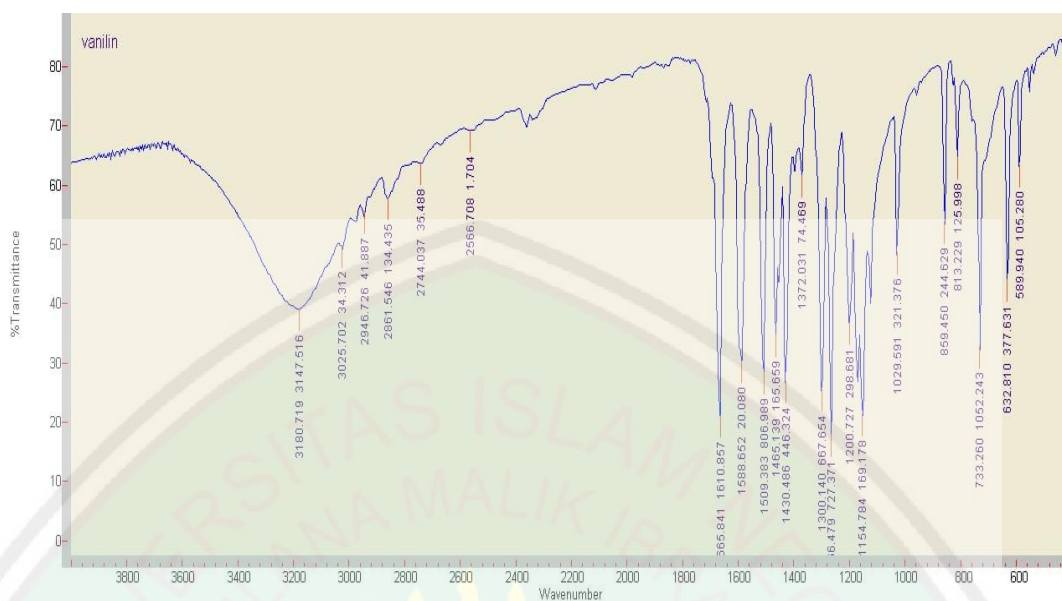
L4.1.3 Hasil Karakterisasi P_{0,5} (Produk Volume Katalis Asam 0,50 mL)



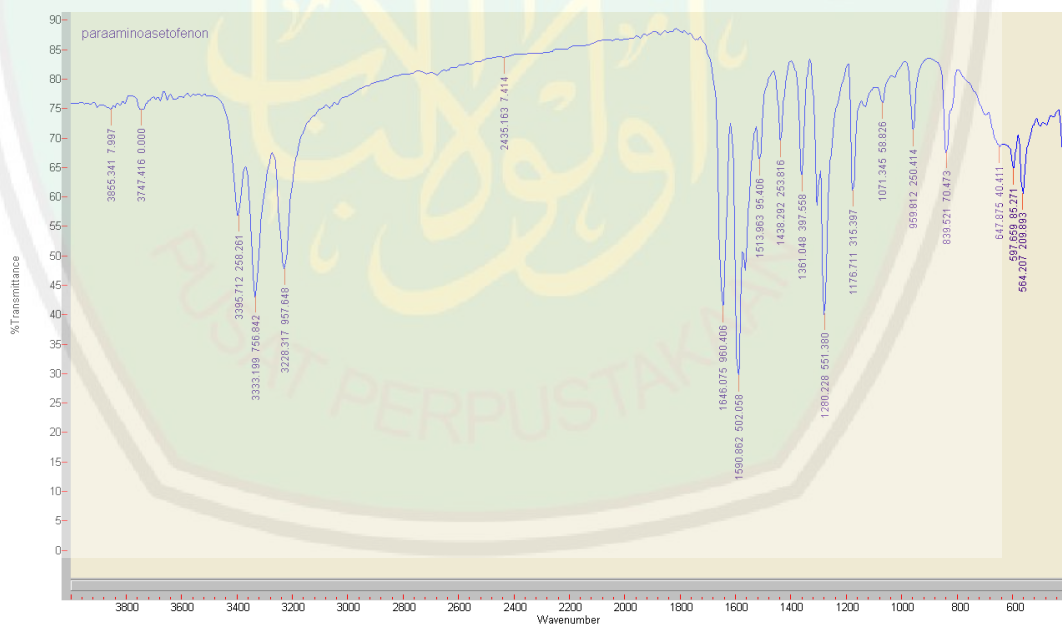
L4.1.4 Hasil Karakterisasi P₁ (Produk Volume Katalis Asam 1 mL)



L4.1.5 Hasil Karakterisasi Senyawa Vanilin



L4.1.6 Hasil Karakterisasi Senyawa *p*-Aminoasetofenon



L4.2 Hasil Karakterisasi Senyawa Sintesis Menggunakan KG-SM
L4.2.1 Hasil Karakterisasi Kromatografi Gas P₀ (Produk Volume Katalis Asam 0 mL)

Chromatogram Plot

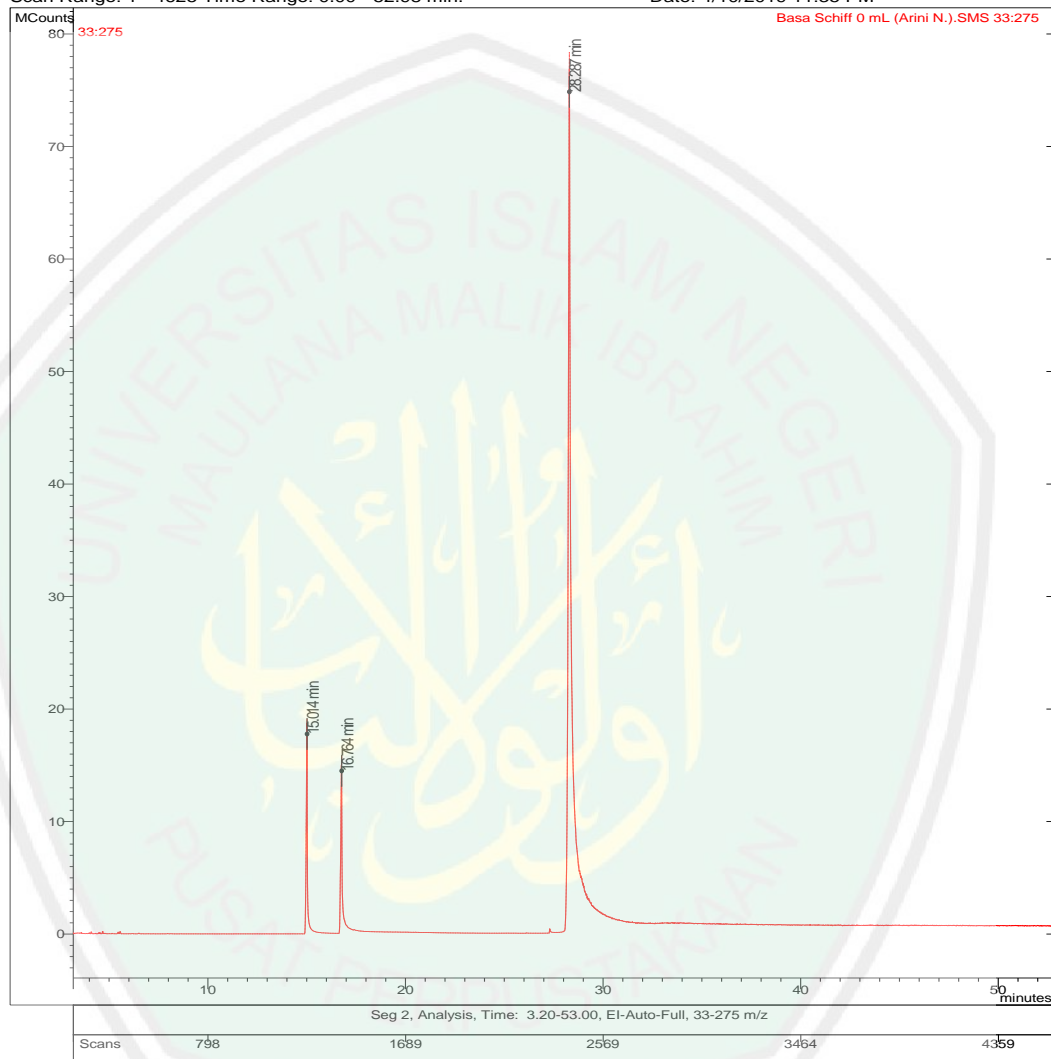
File: c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 0 ml (arini n.).sms

Sample:

Scan Range: 1 - 4625 Time Range: 0.00 - 52.98 min.

Operator: mei

Date: 4/10/2019 11:35 PM



Target Compounds

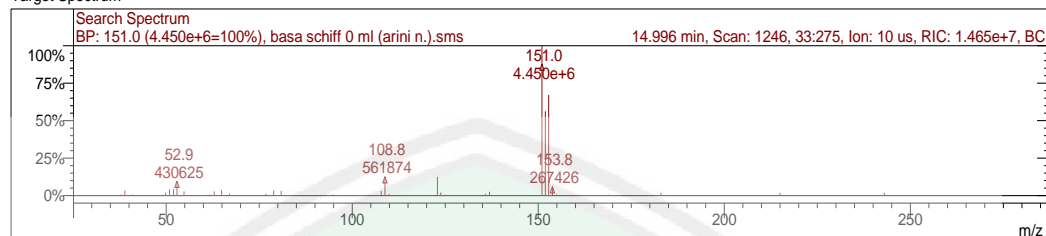
Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	15.014	senyawa 1	2.297e+7	22965090
2	16.764	senyawa 2	2.782e+7	27824920
3	28.287	senyawa 3	1.969e+8	196875632

4.2.2 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P₀ (Produk Volume Katalis Asam 0 mL)

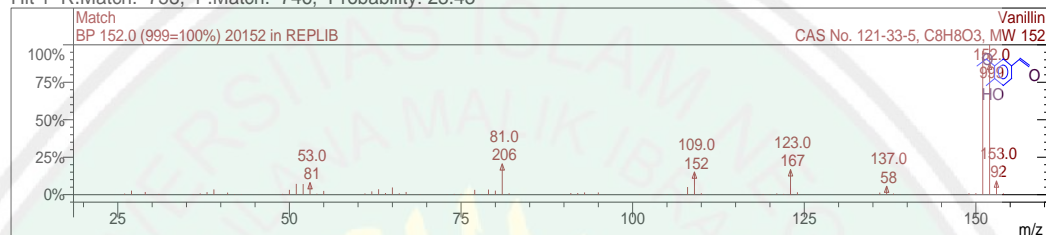
L4.2.2.1 Hasil Spektroskopi Massa P₀ pada Puncak 1

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



Hit 1 R.Match: 758, F.Match: 746, Probability: 23.43



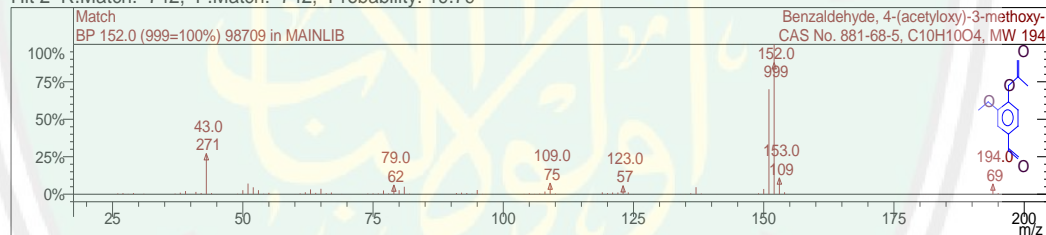
Spectrum 20152 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

Hit 2 R.Match: 742, F.Match: 742, Probability: 19.79



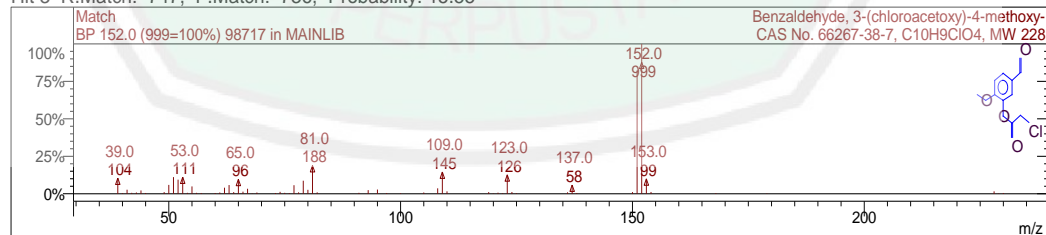
Spectrum 98709 from MAINLIB Library

Name: Benzaldehyde, 4-(acetyloxy)-3-methoxy-

Pair Count: 78 MW: 194 Formula: C₁₀H₁₀O₄

CAS No: 881-68-5 Acquired Range: 26.0 - 196.0 m/z

Hit 3 R.Match: 747, F.Match: 736, Probability: 15.55



Spectrum 98717 from MAINLIB Library

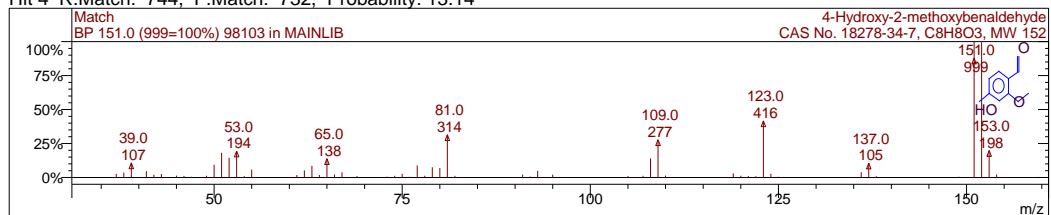
Name: Benzaldehyde, 3-(chloroacetoxy)-4-methoxy-

Pair Count: 65 MW: 228 Formula: C₁₀H₉ClO₄

CAS No: 66267-38-7 Acquired Range: 39.0 - 230.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

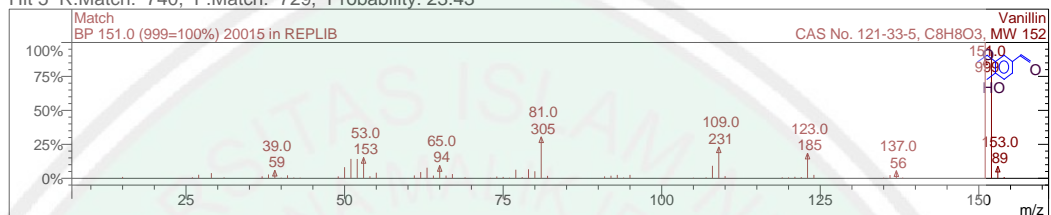
Hit 4 R.Match: 744, F.Match: 732, Probability: 13.14



Spectrum 98103 from MAINLIB Library

Name: 4-Hydroxy-2-methoxybenzaldehyde
 Pair Count: 74 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
 CAS No: 18278-34-7 Acquired Range: 37.0 - 155.0 m/z

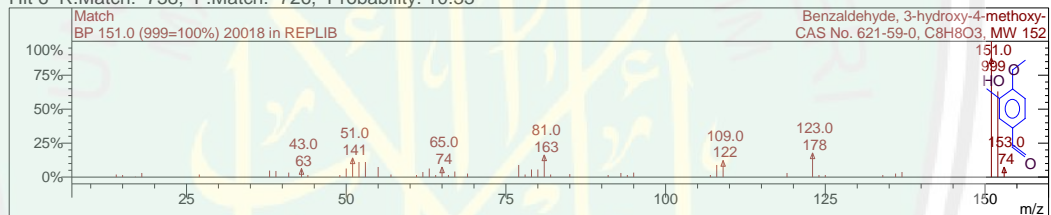
Hit 5 R.Match: 740, F.Match: 729, Probability: 23.43



Spectrum 20015 from REPLIB Library

Name: Vanillin
 Pair Count: 81 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
 CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 14.0 - 154.0 m/z

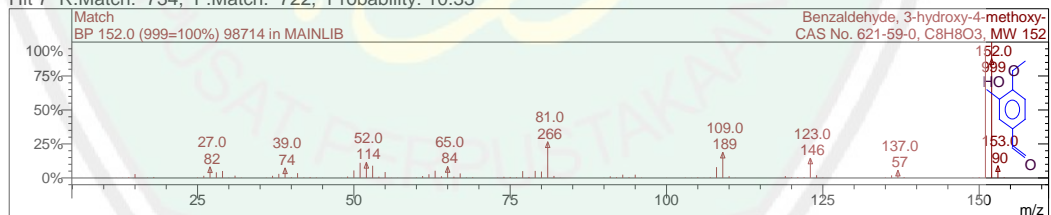
Hit 6 R.Match: 738, F.Match: 726, Probability: 10.33



Spectrum 20018 from REPLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
 Pair Count: 49 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
 CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 14.0 - 153.0 m/z

Hit 7 R.Match: 734, F.Match: 722, Probability: 10.33

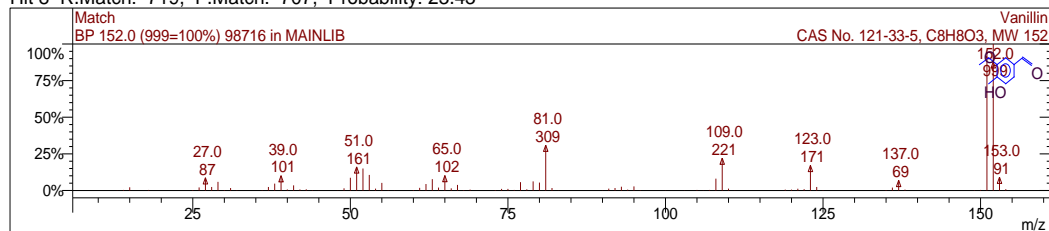


Spectrum 98714 from MAINLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
 Pair Count: 89 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
 CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 719, F.Match: 707, Probability: 23.43



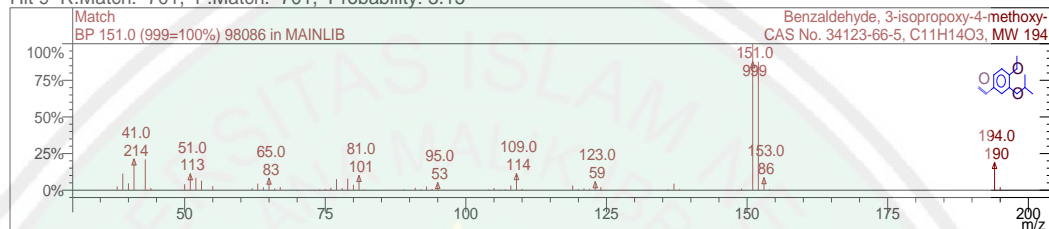
Spectrum 98716 from MAINLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 86 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 13.0 - 154.0 m/z

Hit 9 R.Match: 701, F.Match: 701, Probability: 3.15



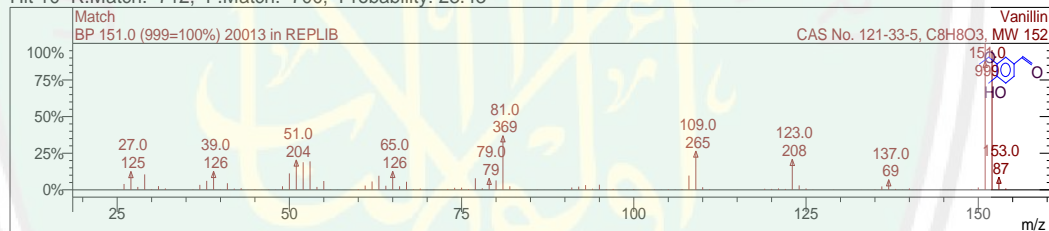
Spectrum 98086 from MAINLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-isopropoxy-4-methoxy-

Pair Count: 65 MW: 194 Formula: C₁₁H₁₄O₃

CAS No: 34123-66-5 Acquired Range: 38.0 - 196.0 m/z

Hit 10 R.Match: 712, F.Match: 700, Probability: 23.43



Spectrum 20013 from REPLIB Library

Name: Vanillin

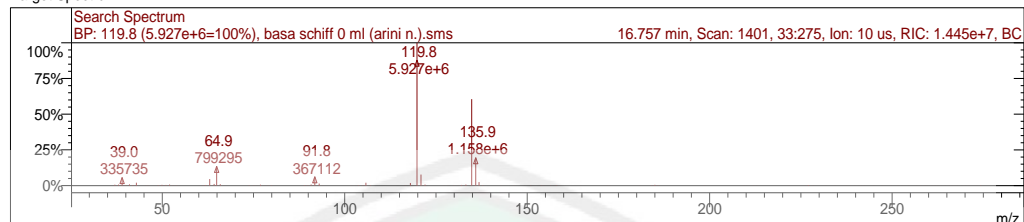
Pair Count: 106 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

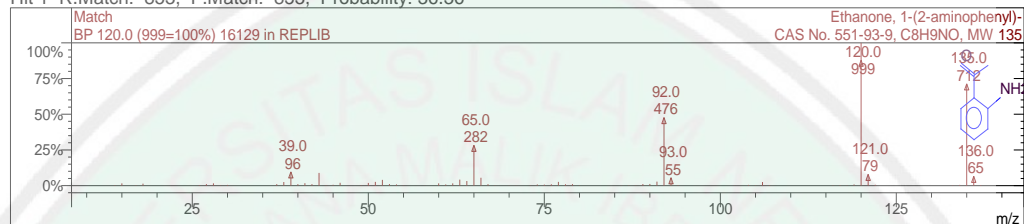
L4.2.2.2 Hasil Spektroskopi Massa P₀ pada Puncak 2

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum

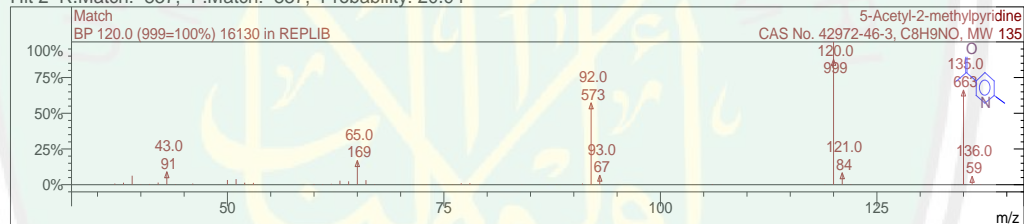


Hit 1 R.Match: 853, F.Match: 853, Probability: 36.36



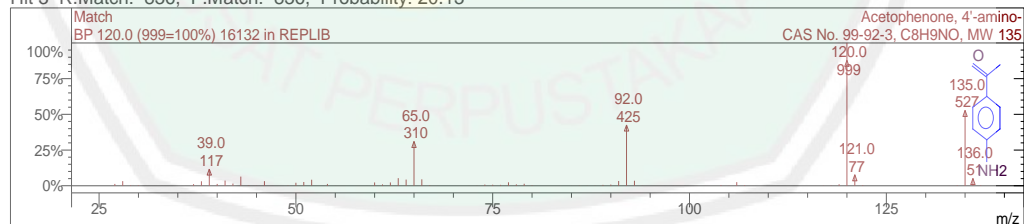
Spectrum 16129 from REPLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 72 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 2 R.Match: 837, F.Match: 837, Probability: 20.94



Spectrum 16130 from REPLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 54 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

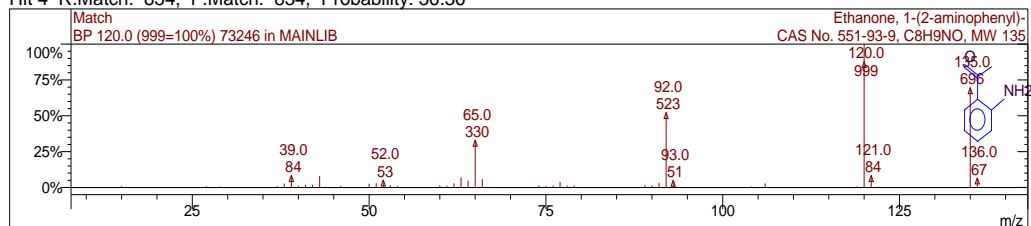
Hit 3 R.Match: 836, F.Match: 836, Probability: 20.13



Spectrum 16132 from REPLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 73 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 27.0 - 137.0 m/z

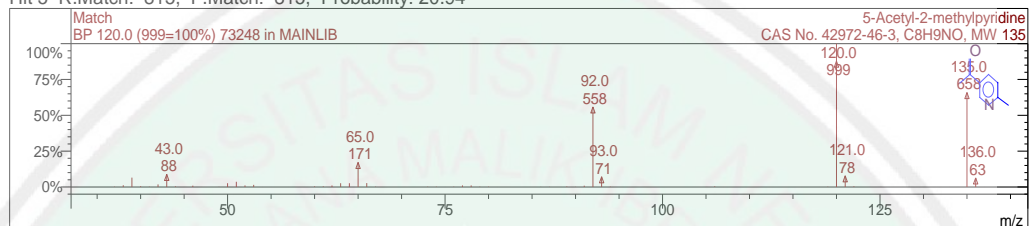
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 834, F.Match: 834, Probability: 36.36



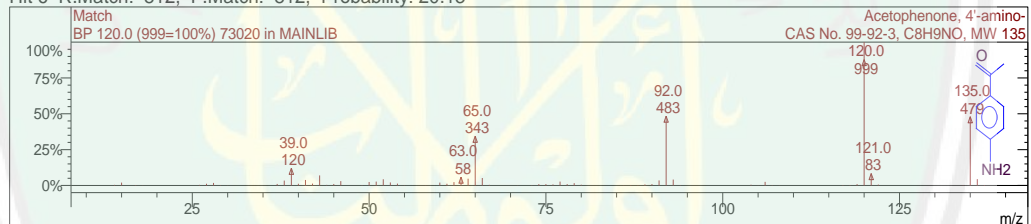
Spectrum 73246 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 66 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 5 R.Match: 815, F.Match: 815, Probability: 20.94



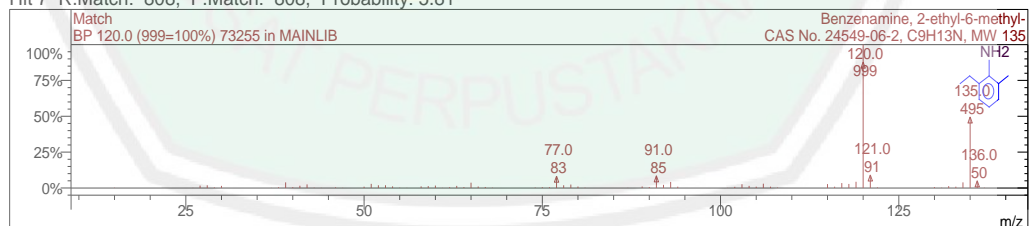
Spectrum 73248 from MAINLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 58 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

Hit 6 R.Match: 812, F.Match: 812, Probability: 20.13



Spectrum 73020 from MAINLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 68 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

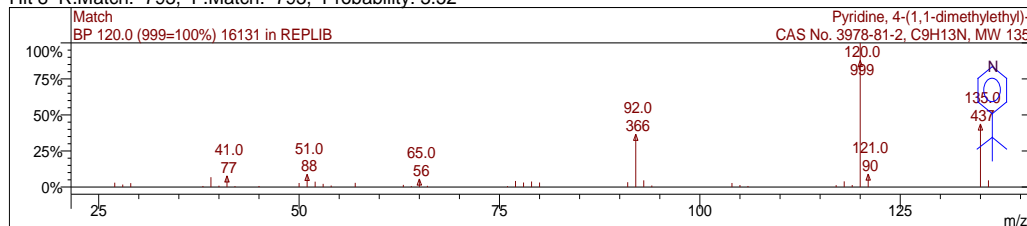
Hit 7 R.Match: 808, F.Match: 808, Probability: 5.81



Spectrum 73255 from MAINLIB Library
Name: Benzenamine, 2-ethyl-6-methyl-
Pair Count: 73 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 24549-06-2 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

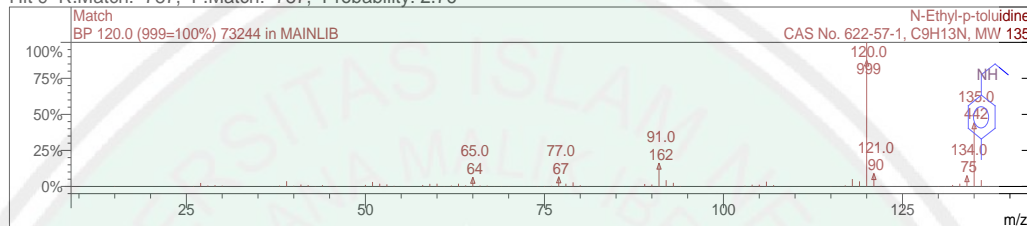
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 793, F.Match: 793, Probability: 3.52



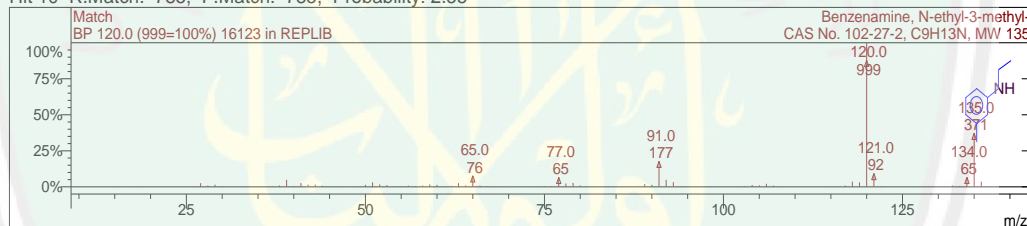
Spectrum 16131 from REPLIB Library
Name: Pyridine, 4-(1,1-dimethylethyl)-
Pair Count: 38 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 3978-81-2 Acquired Range: 27.0 - 136.0 m/z

Hit 9 R.Match: 787, F.Match: 787, Probability: 2.76



Spectrum 73244 from MAINLIB Library
Name: N-Ethyl-p-toluidine
Pair Count: 75 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 622-57-1 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

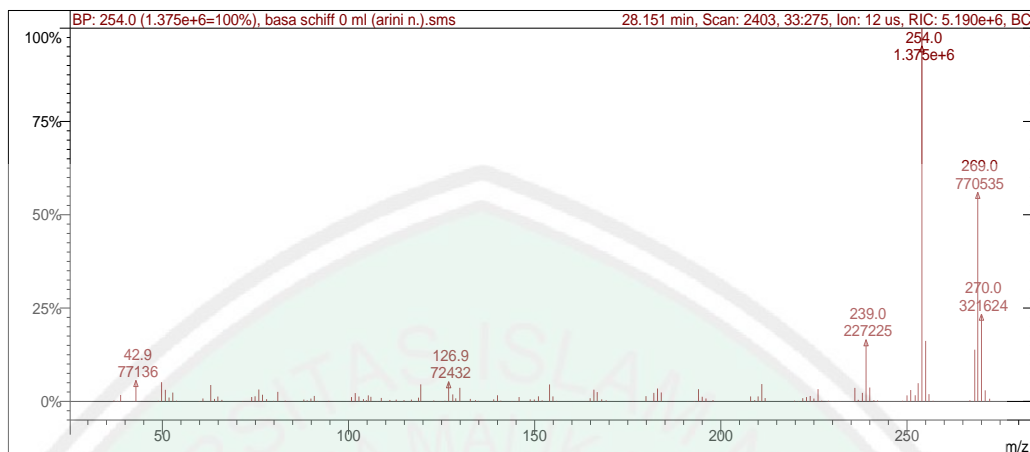
Hit 10 R.Match: 785, F.Match: 785, Probability: 2.55



Spectrum 16123 from REPLIB Library
Name: Benzenamine, N-ethyl-3-methyl-
Pair Count: 79 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 102-27-2 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

L4.2.2.3 Hasil Spektroskopi Massa P₀ pada Puncak 3

Scan 2403 from c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 0 ml (arini n.).sms



Spectrum from ...ata_xyz\analisa\basa schiff 0 ml (arini n.).sms
 Scan No: 2403, Time: 28.151 minutes
 No averaging. Background corrected.
 Comment: 28.151 min. Scan: 2403 33:275 Ion: 12 us RIC: 5.867e+6
 Pair Count: 140 MW: 0 Formula: None
 CAS No: None Acquired Range: 32.5 - 275.5 m/z

MDT: Centroid, Time: 0.00 - 53.00
 Seg 1, FIL/MUL DELAY , Time: 0.00- 3.20, Filament Off
 Chan 1, 40-650 m/z
 Seg 2, Analysis , Time: 3.20-53.00, EI-Auto-Full
 Chan 1, 33-275 m/z
 Product Mass Range: 32.5 - 275.5 m/z

Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
37.0	3007	2	118.8	13601	10	209.1	4695	3
38.0	1742	1	119.4	62620	45	210.0	18377	13
38.8	23697	17	122.9	3300	2	211.0	63891	46
42.3	518	0	123.8	155	0	211.9	12297	9
42.9	77136	56	124.8	1414	1	219.8	2620	2
48.9	2172	2	125.9	2095	2	220.9	1260	1
49.8	70653	51	126.9	72432	53	222.0	11921	9
50.8	42459	31	128.0	25713	19	223.0	15885	12
51.8	14265	10	128.8	11145	8	224.0	19843	14
52.8	32459	24	129.9	49864	36	225.0	10484	8
53.8	2546	2	132.7	9136	7	226.1	45062	33
59.9	1329	1	134.1	4333	3	227.1	2533	2
60.9	10633	8	134.9	1895	1	228.9	2084	2
63.0	60195	44	139.0	7308	5	230.0	330	0
64.0	9100	7	140.0	22418	16	232.1	344	0
64.9	17812	13	140.9	2597	2	236.0	49756	36
66.0	5573	4	143.9	1506	1	236.9	5698	4
71.6	1052	1	145.0	1344	1	238.0	31202	23
74.0	16242	12	145.8	15952	12	239.0	227225	165
74.9	18683	14	148.8	7583	6	240.0	51034	37
75.9	43758	32	149.9	6872	5	241.1	4473	3
76.9	24671	18	151.0	18413	13	242.1	3574	3
78.0	8007	6	152.0	3857	3	244.3	231	0
79.9	1766	1	154.0	62233	45	246.7	137	0
81.0	34938	25	154.9	18335	13	247.6	179	0
83.0	2337	2	155.9	1892	1	248.8	2084	2
88.0	6669	5	163.8	694	1	250.0	22082	16
88.9	3456	3	164.9	11640	8	251.0	41873	30
89.9	10270	7	165.9	43133	31	252.2	22455	16
90.8	20107	15	166.8	34171	25	253.0	67110	49
91.7	1598	1	168.0	7447	5	254.0	1.375e+6	999

Scan 2403 from c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 0 ml (arini n.).sms

Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
94.7	1805	1	169.2	3800	3	255.0	223001	162
97.8	228	0	176.4	920	1	255.9	26506	19
100.8	16068	12	179.9	19339	14	257.0	2230	2
101.8	30534	22	182.0	31360	23	257.8	109	0
102.8	17868	13	183.0	47557	35	258.5	158	0
104.0	8530	6	184.0	32914	24	261.0	43	0
104.8	4346	3	184.9	914	1	262.0	183	0
105.3	22008	16	191.0	606	0	262.7	357	0
106.0	16946	12	192.9	1441	1	264.0	100	0
107.7	1104	1	194.0	44818	33	266.9	4594	3
108.8	12736	9	195.0	17012	12	268.2	190461	138
111.1	5227	4	196.0	10604	8	269.0	770535	560
112.2	526	0	197.9	4461	3	270.0	321624	234
112.8	6215	5	203.0	333	0	271.0	40652	30
114.9	4748	3	207.0	322	0	272.2	9759	7
116.9	6554	5	208.0	18186	13			



L4.2.3 Hasil Karakterisasi Kromatografi Gas P_{0,25} (Produk Volume Katalis Asam 0,25 mL)

Chromatogram Plot

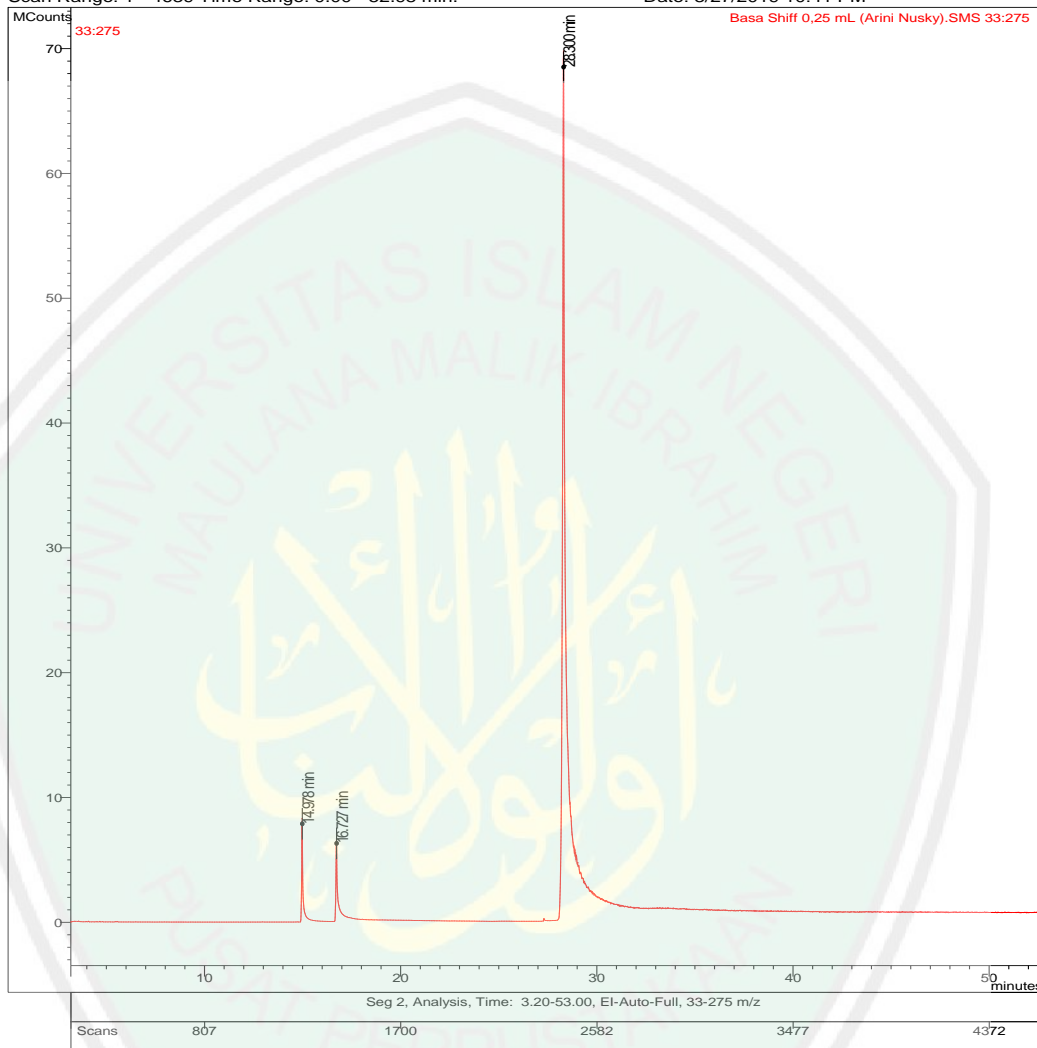
File: c:\varianws\data_xyz\analisa\basa shiff 0,25 ml (arini nusky).sms

Sample:

Operator: mei

Scan Range: 1 - 4639 Time Range: 0.00 - 52.98 min.

Date: 3/27/2019 10:41 PM



Target Compounds

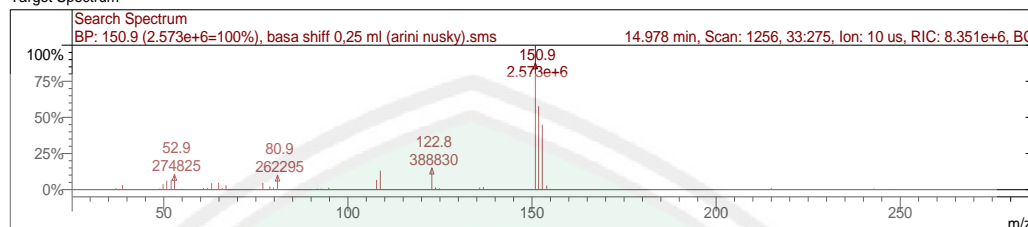
Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	14.978	senyawa 1	9.591e+6	9591082
2	16.727	senyawa 2	1.079e+7	10790262
3	28.300	senyawa 3	1.685e+8	168458592

L4.2.4 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P_{0,25} (Produk Volume Katalis Asam 0,25 mL)

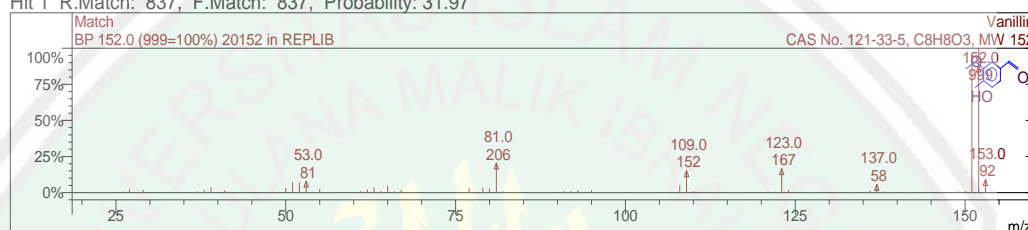
L4.2.4.1 Hasil Spektroskopi Massa P_{0,25} pada Puncak 1

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum

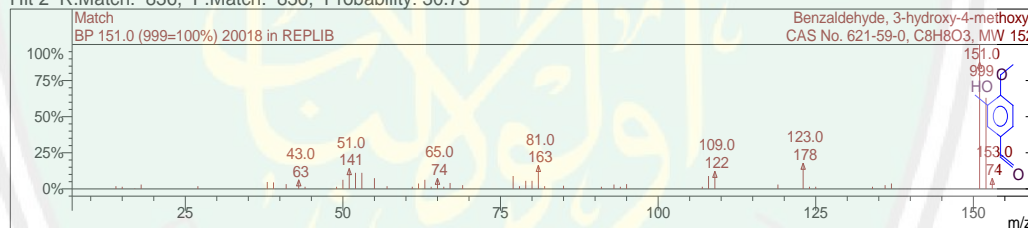


Hit 1 R.Match: 837, F.Match: 837, Probability: 31.97



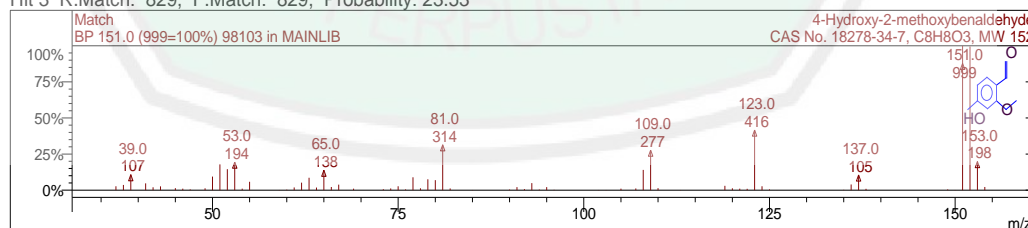
Spectrum 20152 from REPLIB Library
Name: Vanillin
Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

Hit 2 R.Match: 836, F.Match: 836, Probability: 30.73



Spectrum 20018 from REPLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 49 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 14.0 - 153.0 m/z

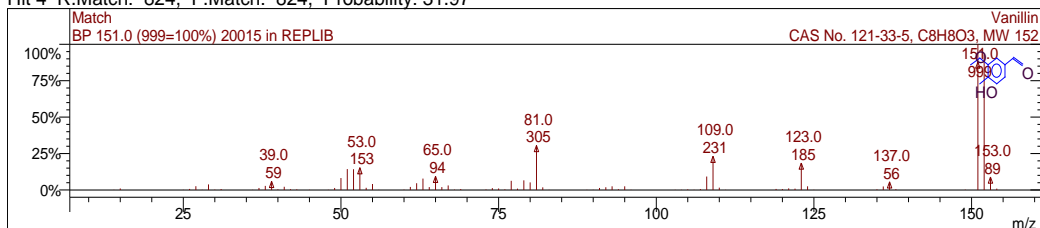
Hit 3 R.Match: 829, F.Match: 829, Probability: 23.53



Spectrum 98103 from MAINLIB Library
Name: 4-Hydroxy-2-methoxybenzaldehyde
Pair Count: 74 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 18278-34-7 Acquired Range: 37.0 - 155.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 824, F.Match: 824, Probability: 31.97



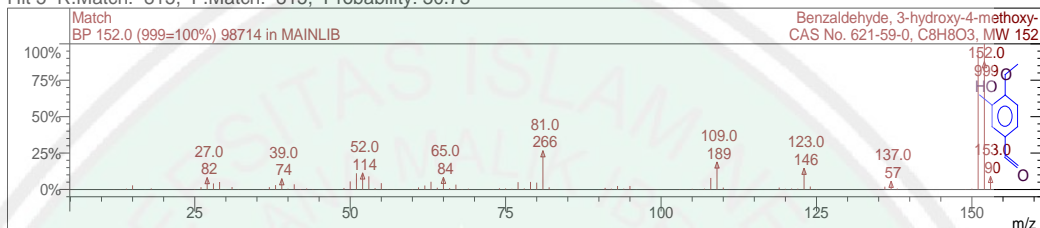
Spectrum 20015 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 81 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 14.0 - 154.0 m/z

Hit 5 R.Match: 815, F.Match: 815, Probability: 30.73



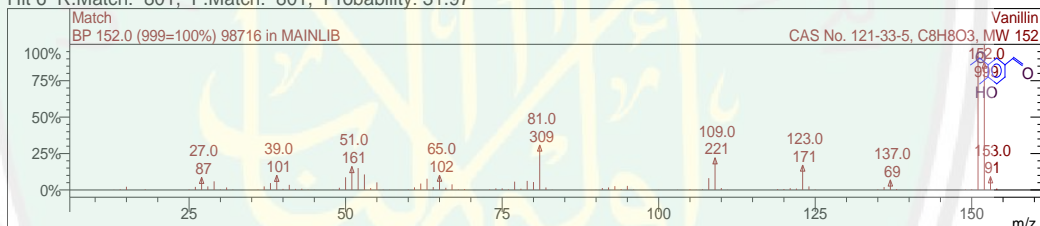
Spectrum 98714 from MAINLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-

Pair Count: 89 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Hit 6 R.Match: 801, F.Match: 801, Probability: 31.97



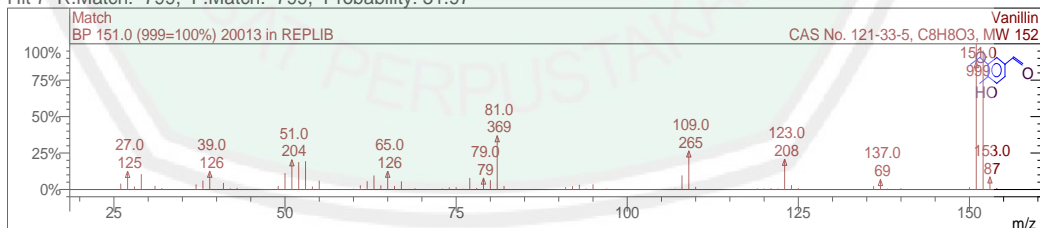
Spectrum 98716 from MAINLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 86 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 13.0 - 154.0 m/z

Hit 7 R.Match: 799, F.Match: 799, Probability: 31.97



Spectrum 20013 from REPLIB Library

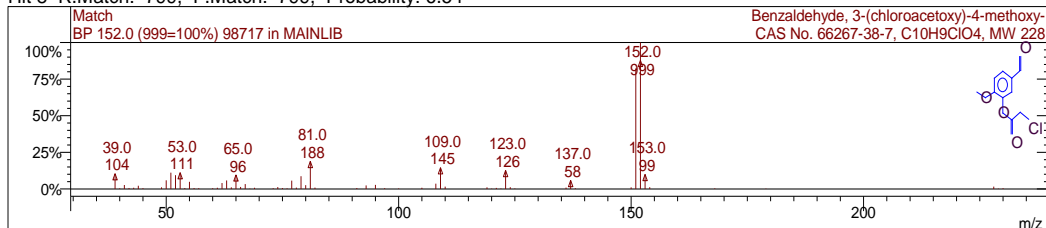
Name: Vanillin

Pair Count: 106 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 799, F.Match: 799, Probability: 6.54



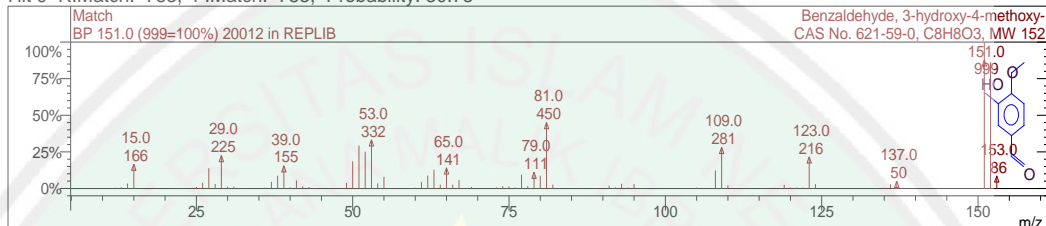
Spectrum 98717 from MAINLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-(chloroacetoxy)-4-methoxy-

Pair Count: 65 MW: 228 Formula: C₁₀H₉ClO₄

CAS No: 66267-38-7 Acquired Range: 39.0 - 230.0 m/z

Hit 9 R.Match: 783, F.Match: 783, Probability: 30.73



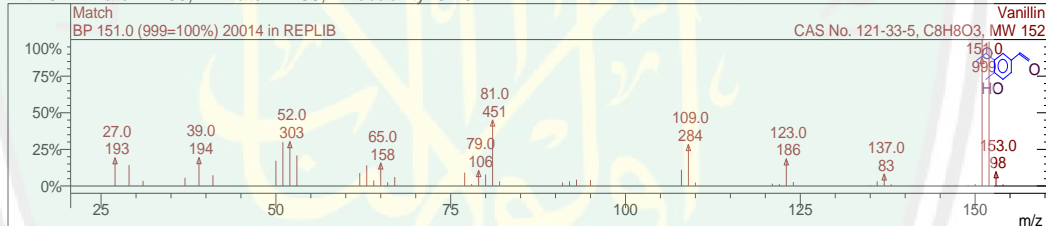
Spectrum 20012 from REPLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-

Pair Count: 80 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Hit 10 R.Match: 766, F.Match: 766, Probability: 31.97



Spectrum 20014 from REPLIB Library

Name: Vanillin

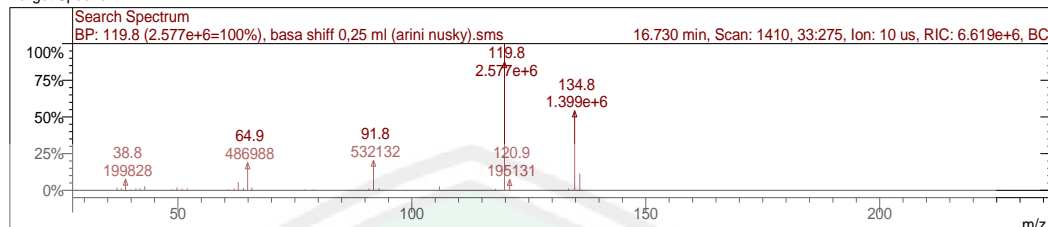
Pair Count: 43 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 27.0 - 154.0 m/z

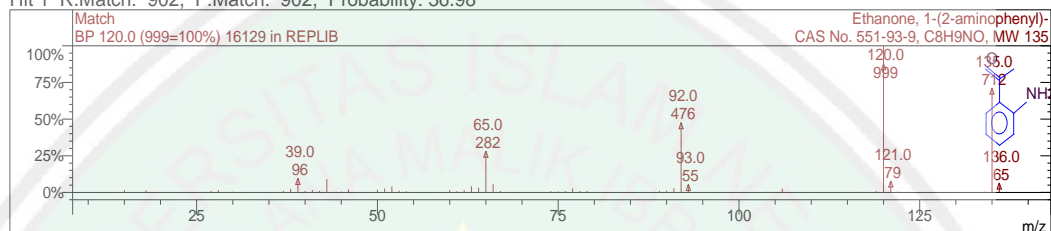
L4.2.4.2 Hasil Spektroskopi Massa P_{0,25} pada Puncak 2

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum

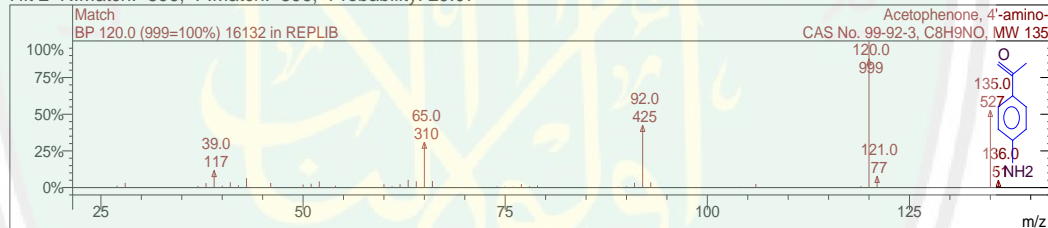


Hit 1 R.Match: 902, F.Match: 902, Probability: 36.98



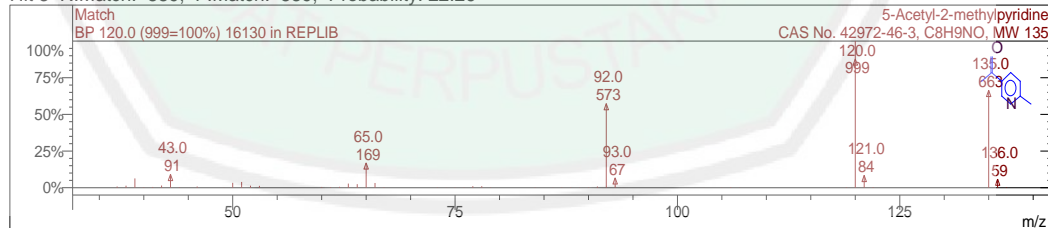
Spectrum 16129 from REPLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 72 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 2 R.Match: 896, F.Match: 896, Probability: 29.07



Spectrum 16132 from REPLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 73 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 27.0 - 137.0 m/z

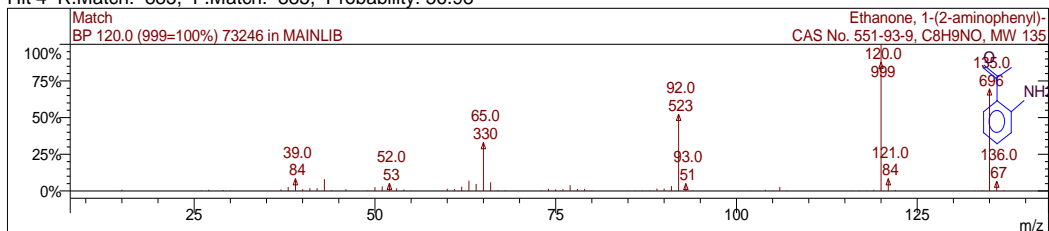
Hit 3 R.Match: 889, F.Match: 889, Probability: 22.26



Spectrum 16130 from REPLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 54 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

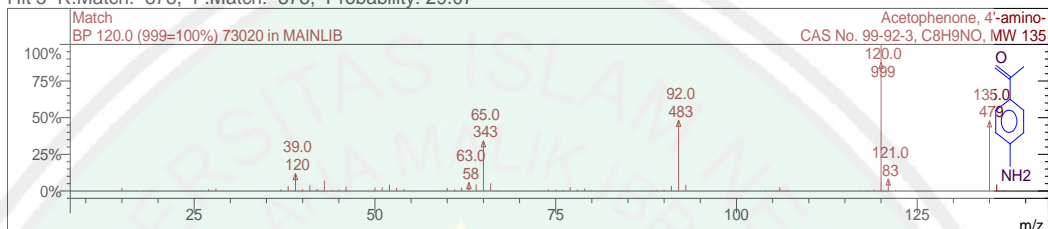
Hit 4 R.Match: 885, F.Match: 885, Probability: 36.98



Spectrum 73246 from MAINLIB Library

Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 66 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

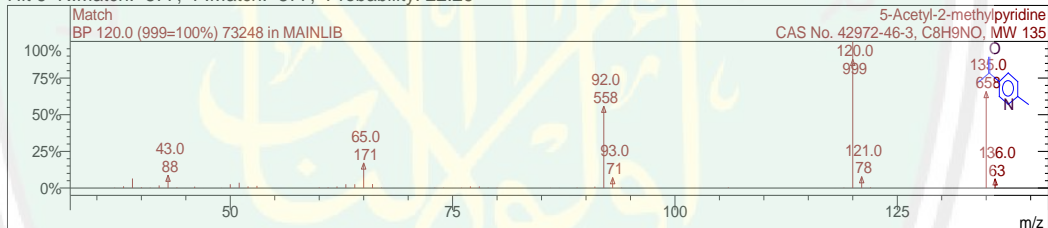
Hit 5 R.Match: 878, F.Match: 878, Probability: 29.07



Spectrum 73020 from MAINLIB Library

Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 68 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

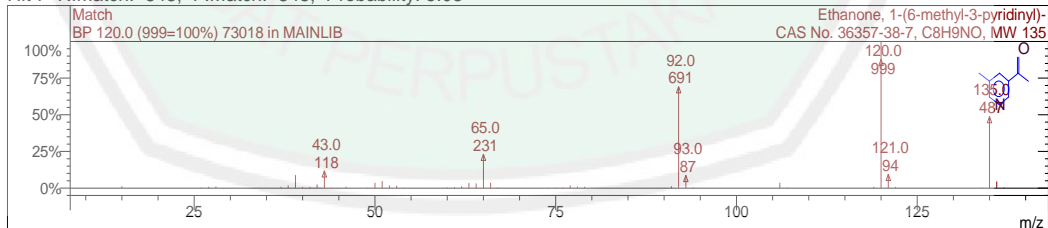
Hit 6 R.Match: 877, F.Match: 877, Probability: 22.26



Spectrum 73248 from MAINLIB Library

Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 58 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

Hit 7 R.Match: 848, F.Match: 848, Probability: 5.08

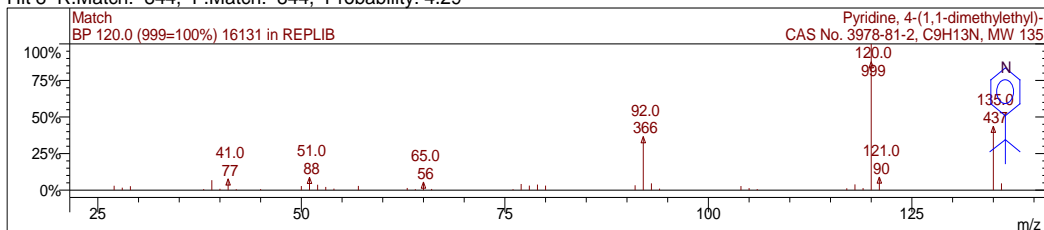


Spectrum 73018 from MAINLIB Library

Name: Ethanone, 1-(6-methyl-3-pyridinyl)-
Pair Count: 59 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 36357-38-7 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

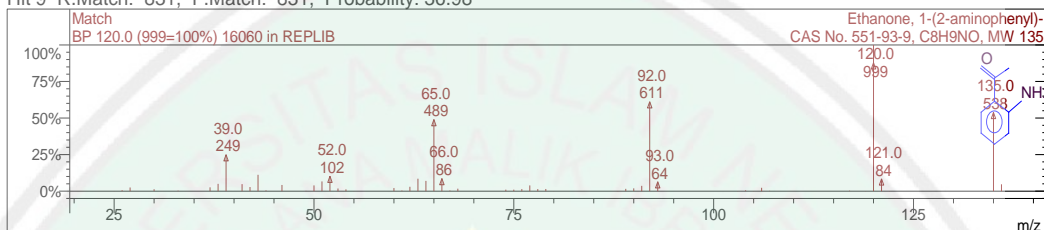
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 844, F.Match: 844, Probability: 4.29



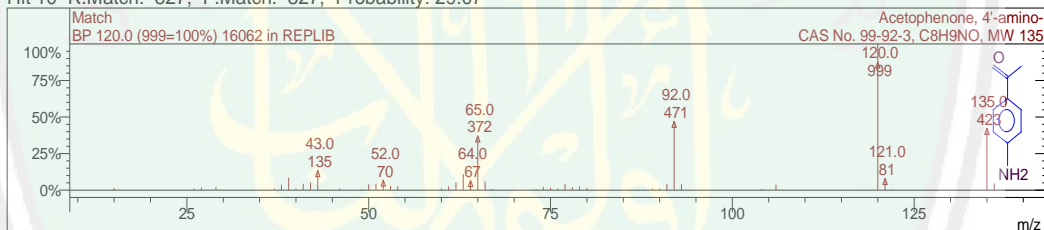
Spectrum 16131 from REPLIB Library
Name: Pyridine, 4-(1,1-dimethylethyl)-
Pair Count: 38 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 3978-81-2 Acquired Range: 27.0 - 136.0 m/z

Hit 9 R.Match: 831, F.Match: 831, Probability: 36.98



Spectrum 16060 from REPLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 57 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 25.0 - 136.0 m/z

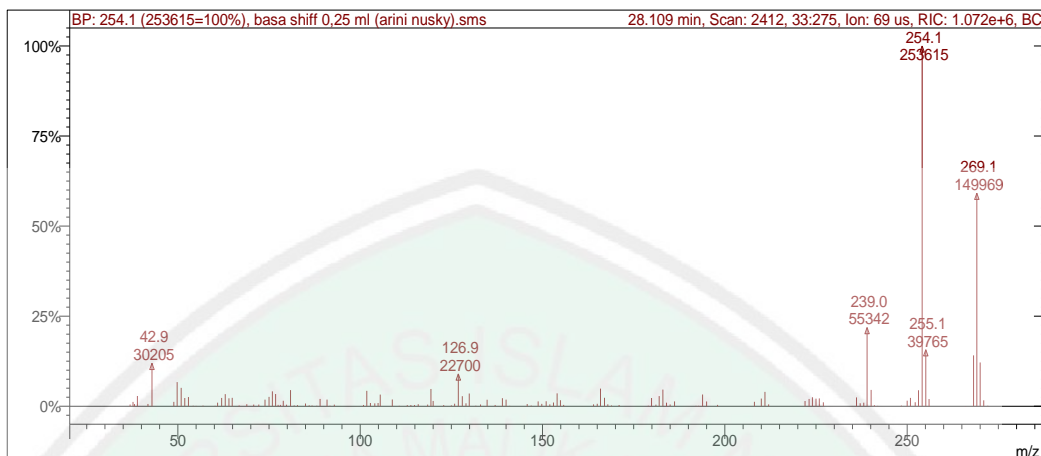
Hit 10 R.Match: 827, F.Match: 827, Probability: 29.07



Spectrum 16062 from REPLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 61 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

L4.2.4.3 Hasil Spektroskopi Massa P_{0,25} pada Puncak 3

Scan 2412 from ...nws\data_xyz\analisa\basa shiff 0,25 ml (arini nusky).sms



Spectrum from ...yz\analisa\basa shiff 0,25 ml (arini nusky).sms
 Scan No: 2412, Time: 28.109 minutes
 No averaging. Background corrected.
 Comment: 28.109 min. Scan: 2412 33:275 Ion: 69 us RIC: 1.392e+6
 Pair Count: 141 MW: 0 Formula: None
 CAS No: None Acquired Range: 32.5 - 275.5 m/z

MDT: Centroid, Time: 0.00 - 53.00
 Seg 1, FIL/MUL DELAY, Time: 0.00- 3.20, Filament Off
 Chan 1, 40-650 m/z
 Seg 2, Analysis, Time: 3.20-53.00, EI-Auto-Full
 Chan 1, 33-275 m/z
 Product Mass Range: 32.5 - 275.5 m/z

Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
36.9	1162	5	102.8	2257	9	171.0	852	3
37.7	3041	12	104.0	1980	8	179.0	320	1
38.1	1512	6	104.9	2287	9	179.9	5776	23
38.9	7200	28	105.5	8151	32	181.1	1102	4
41.8	1609	6	108.8	4740	19	182.0	7135	28
42.9	30205	119	110.7	260	1	183.0	11685	46
48.9	3065	12	112.9	790	3	184.0	2485	10
49.8	16964	67	113.9	839	3	185.0	1184	5
50.9	12935	51	114.9	811	3	186.2	3392	13
51.9	5773	23	115.9	1412	6	192.1	245	1
52.9	6430	25	118.5	1130	4	192.8	259	1
54.2	335	1	119.4	12141	48	193.9	8253	33
55.0	238	1	120.0	3732	15	195.0	3350	13
56.9	411	2	122.9	831	3	198.0	913	4
60.2	276	1	123.9	58	0	206.0	109	0
60.9	2494	10	125.0	580	2	208.1	3096	12
62.0	5796	23	125.9	1755	7	210.0	5379	21
63.0	8519	34	126.9	22700	89	211.0	10113	40
64.0	5550	22	128.0	7057	28	212.0	1297	5
64.9	5919	23	129.0	2060	8	222.0	3654	14
66.8	483	2	129.9	8940	35	223.1	5157	20
68.9	1399	6	131.7	327	1	224.0	6333	25
70.8	1133	4	133.0	1193	5	225.0	5326	21
72.2	1166	5	133.9	167	1	225.9	5506	22
73.9	4644	18	134.8	4564	18	227.0	2707	11
75.0	6554	26	137.0	880	3	234.9	151	1
75.9	10432	41	137.9	71	0	236.1	6202	24
76.8	8586	34	139.0	5617	22	237.1	2108	8
77.5	953	4	140.0	4618	18	238.1	2473	10
78.1	916	4	141.0	248	1	239.0	55342	218
78.9	3834	15	145.8	1550	6	240.1	11487	45

Scan 2412 from ...nws\data_xyz\analisa\basa shiff 0,25 ml (arini nusky).sms

Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
79.8	1065	4	146.9	443	2	241.0	711	3
80.9	11361	45	148.8	3364	13	241.9	239	1
81.9	571	2	149.8	1638	6	248.4	399	2
82.8	751	3	151.0	3468	14	250.0	3899	15
85.0	1896	7	152.0	1263	5	250.9	5850	23
86.0	601	2	153.0	2584	10	252.2	2832	11
86.8	486	2	154.0	9078	36	253.1	11244	44
88.1	325	1	154.9	4213	17	254.1	253615	999
89.0	5160	20	155.8	937	4	255.1	39765	157
90.9	4652	18	160.9	21	0	256.0	5040	20
91.7	323	1	164.0	1286	5	266.0	122	0
92.9	1091	4	165.0	1701	7	268.2	35822	141
94.9	44	0	165.9	12385	49	269.1	149969	591
98.9	132	1	167.0	5942	23	270.0	30781	121
100.9	876	3	167.9	1326	5	271.0	4157	16
101.8	10819	43	168.9	548	2	272.1	301	1



L4.2.5 Hasil Karakterisasi Kromatografi Gas P_{0,5} (Produk Volume Katalis Asam 0,5 mL)

Chromatogram Plot

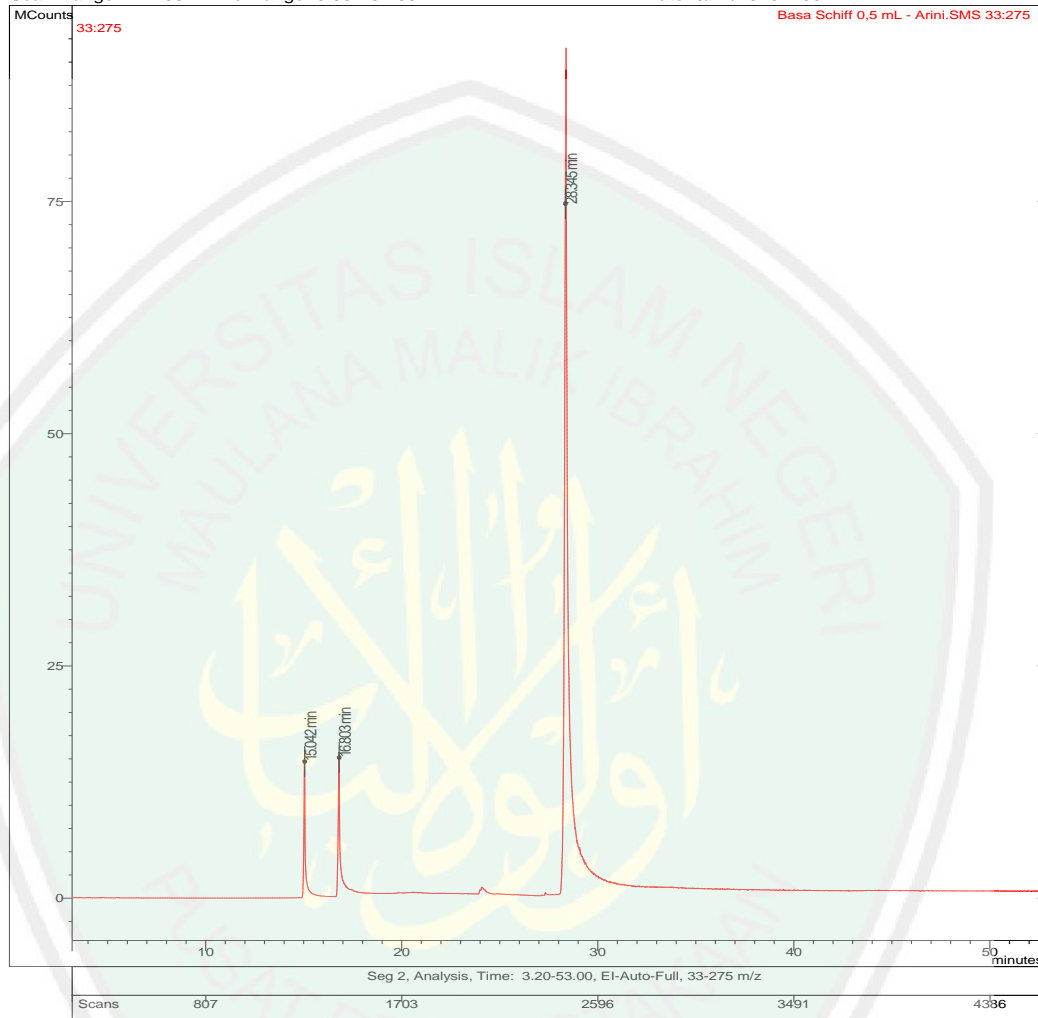
File: c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 0,5 ml - arini.sms

Sample:

Operator: mei

Scan Range: 1 - 4652 Time Range: 0.00 - 52.98 min.

Date: 3/27/2019 2:00 AM



Target Compounds

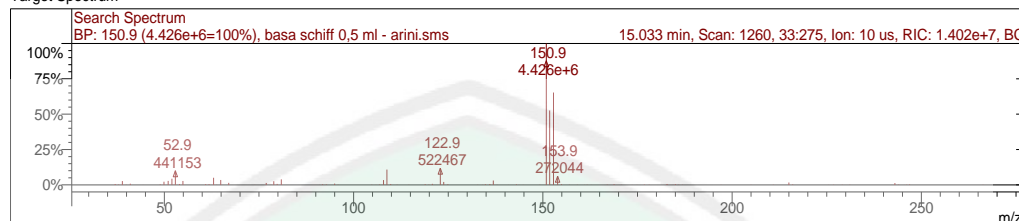
Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	15.042	senyawa 1	2.081e+7	20810222
2	16.803	senyawa 2	2.877e+7	28768506
3	28.345	senyawa 3	1.014e+8	101394912

L.4.2.6 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P_{0,5} (Produk Volume Katalis Asam 0,5 mL)

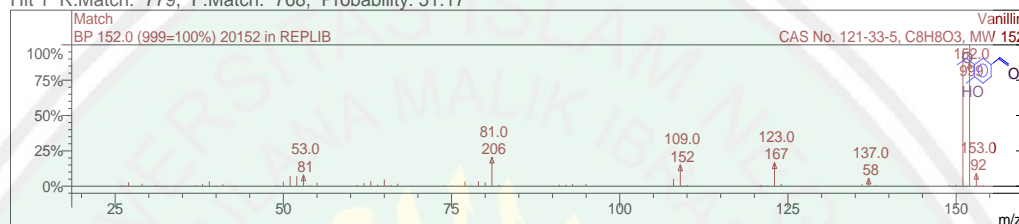
L4.2.6.1 Hasil Spektroskopi Massa P_{0,5} pada Puncak 1

Best 9 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



Hit 1 R.Match: 779, F.Match: 768, Probability: 51.17



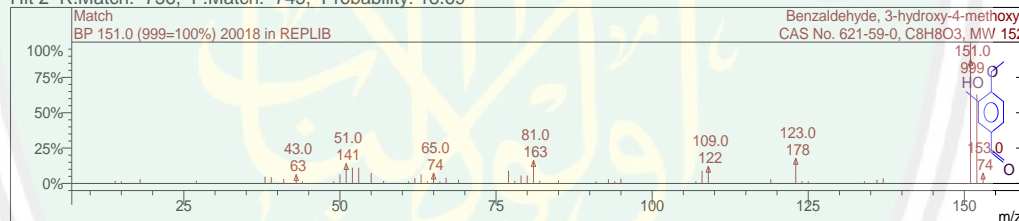
Spectrum 20152 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

Hit 2 R.Match: 756, F.Match: 745, Probability: 18.69



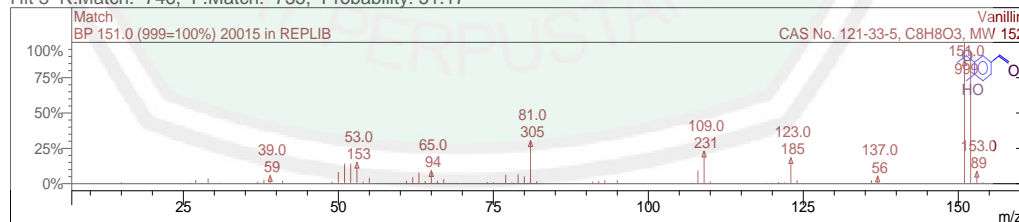
Spectrum 20018 from REPLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-

Pair Count: 49 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 14.0 - 153.0 m/z

Hit 3 R.Match: 746, F.Match: 735, Probability: 51.17



Spectrum 20015 from REPLIB Library

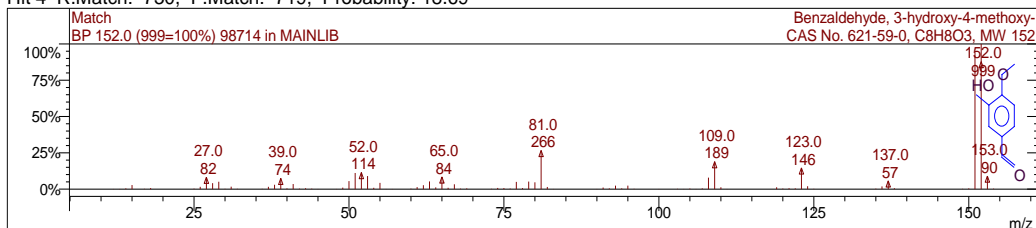
Name: Vanillin

Pair Count: 81 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 14.0 - 154.0 m/z

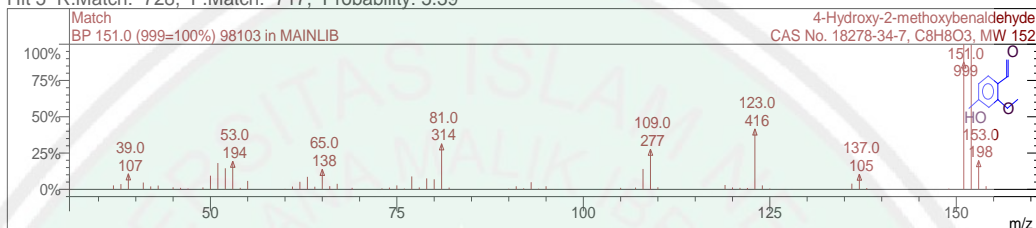
Best 9 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 730, F.Match: 719, Probability: 18.69



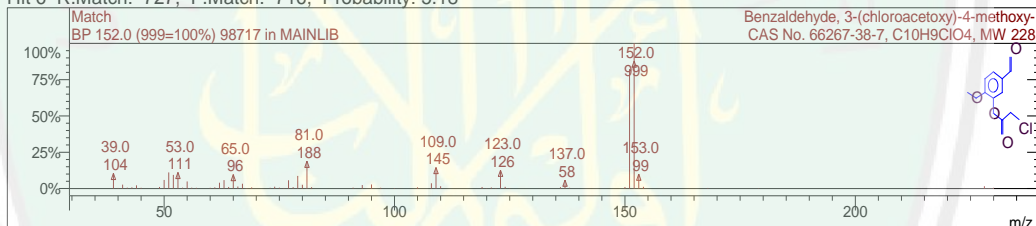
Spectrum 98714 from MAINLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 89 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Hit 5 R.Match: 728, F.Match: 717, Probability: 5.39



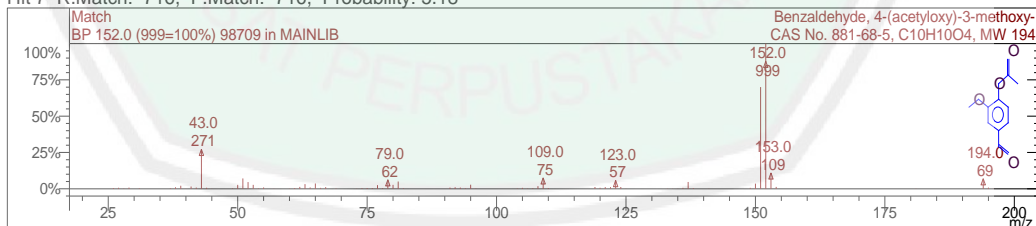
Spectrum 98103 from MAINLIB Library
Name: 4-Hydroxy-2-methoxybenzaldehyde
Pair Count: 74 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 18278-34-7 Acquired Range: 37.0 - 155.0 m/z

Hit 6 R.Match: 727, F.Match: 716, Probability: 5.18



Spectrum 98717 from MAINLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-(chloroacetoxy)-4-methoxy-
Pair Count: 65 MW: 228 Formula: C₁₀H₉ClO₄
CAS No: 66267-38-7 Acquired Range: 39.0 - 230.0 m/z

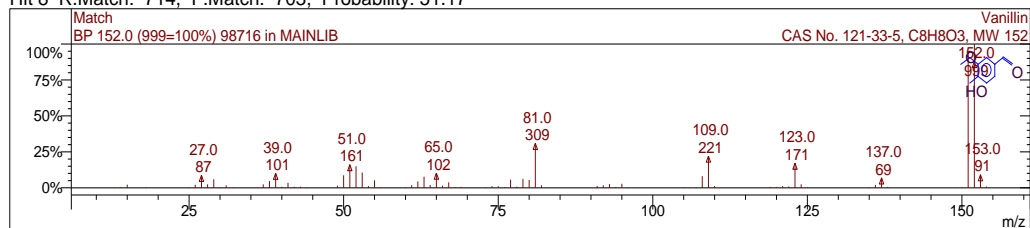
Hit 7 R.Match: 716, F.Match: 716, Probability: 5.18



Spectrum 98709 from MAINLIB Library
Name: Benzaldehyde, 4-(acetyloxy)-3-methoxy-
Pair Count: 78 MW: 194 Formula: C₁₀H₁₀O₄
CAS No: 881-68-5 Acquired Range: 26.0 - 196.0 m/z

Best 9 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 714, F.Match: 703, Probability: 51.17



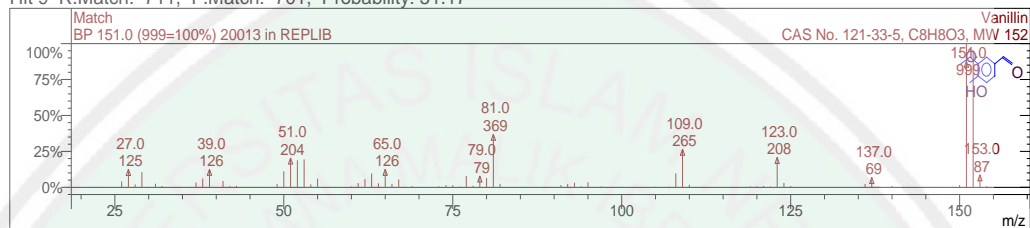
Spectrum 98716 from MAINLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 86 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 13.0 - 154.0 m/z

Hit 9 R.Match: 711, F.Match: 701, Probability: 51.17



Spectrum 20013 from REPLIB Library

Name: Vanillin

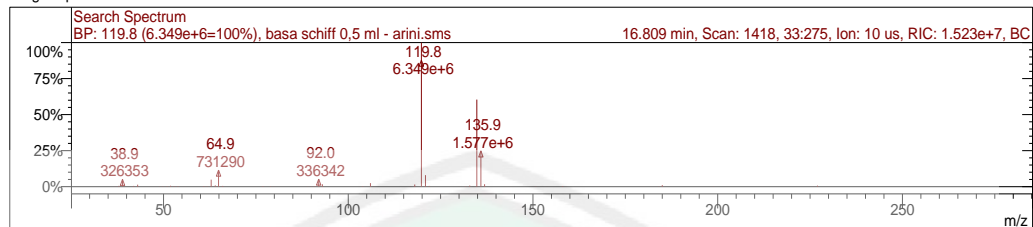
Pair Count: 106 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

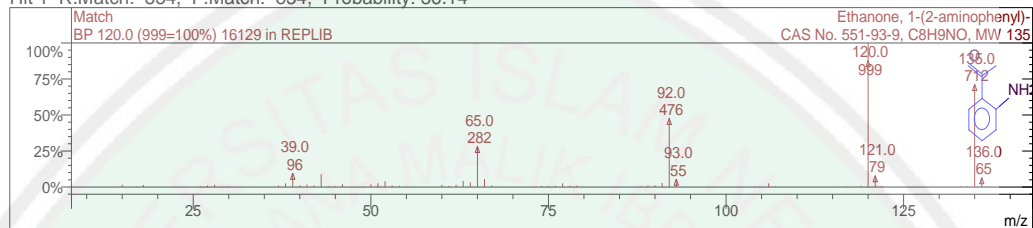
L4.2.6.2 Hasil Spektroskopi Massa P_{0,5} pada Puncak 2

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum

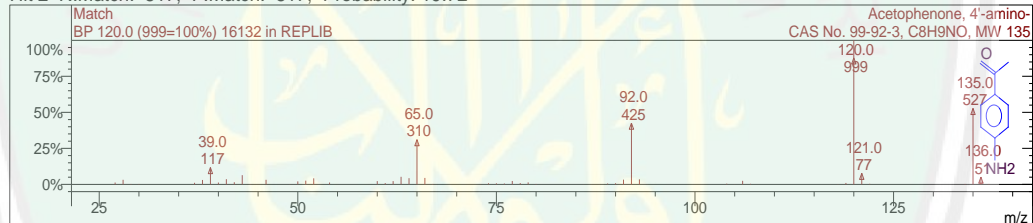


Hit 1 R.Match: 834, F.Match: 834, Probability: 36.14



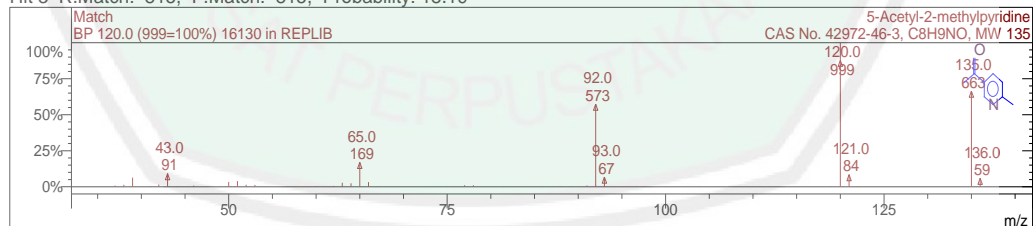
Spectrum 16129 from REPLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 72 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 2 R.Match: 817, F.Match: 817, Probability: 19.72



Spectrum 16132 from REPLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 73 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 27.0 - 137.0 m/z

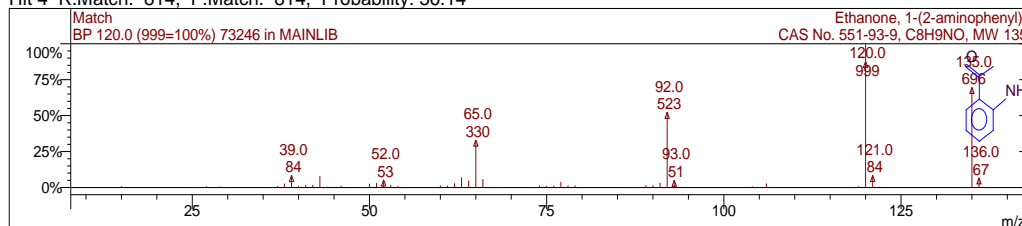
Hit 3 R.Match: 815, F.Match: 815, Probability: 18.19



Spectrum 16130 from REPLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 54 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

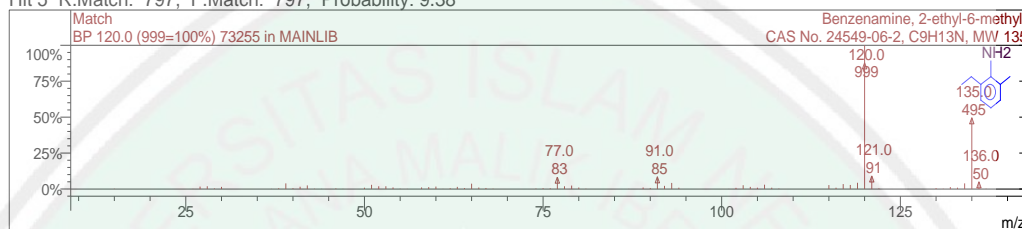
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 814, F.Match: 814, Probability: 36.14



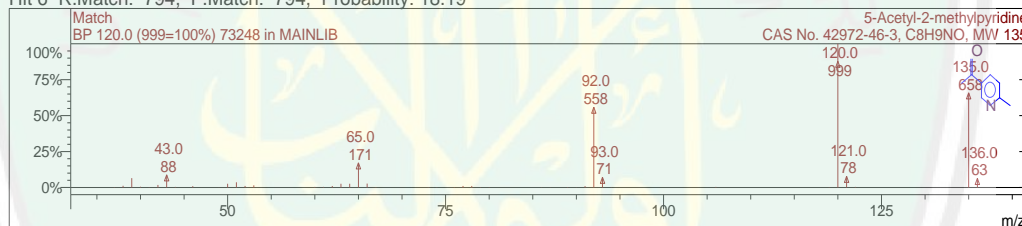
Spectrum 73246 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 66 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 5 R.Match: 797, F.Match: 797, Probability: 9.38



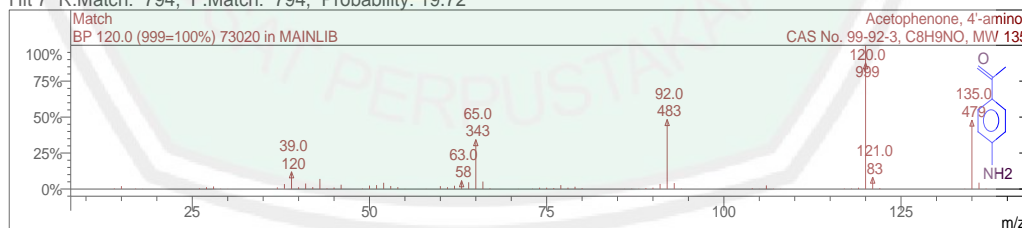
Spectrum 73255 from MAINLIB Library
Name: Benzenamine, 2-ethyl-6-methyl-
Pair Count: 73 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 24549-06-2 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

Hit 6 R.Match: 794, F.Match: 794, Probability: 18.19



Spectrum 73248 from MAINLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 58 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

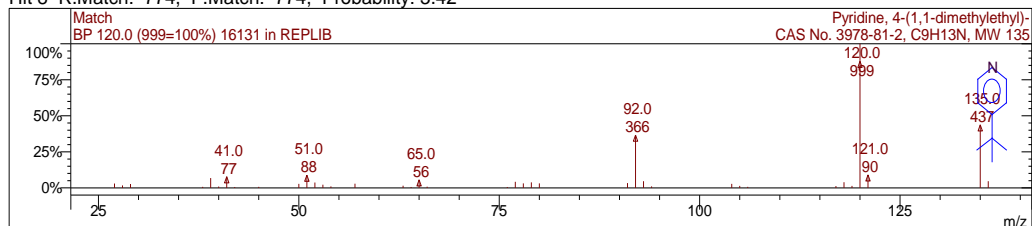
Hit 7 R.Match: 794, F.Match: 794, Probability: 19.72



Spectrum 73020 from MAINLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 68 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

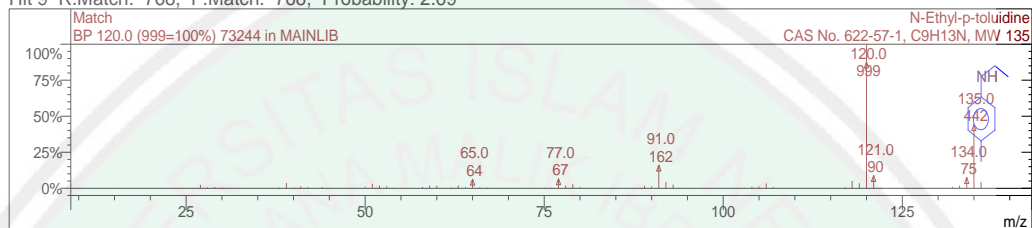
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 774, F.Match: 774, Probability: 3.42



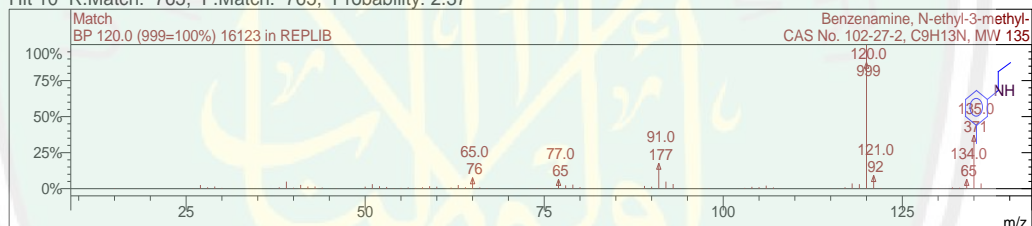
Spectrum 16131 from REPLIB Library
Name: Pyridine, 4-(1,1-dimethylethyl)-
Pair Count: 38 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 3978-81-2 Acquired Range: 27.0 - 136.0 m/z

Hit 9 R.Match: 768, F.Match: 768, Probability: 2.69



Spectrum 73244 from MAINLIB Library
Name: N-Ethyl-p-toluidine
Pair Count: 75 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 622-57-1 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

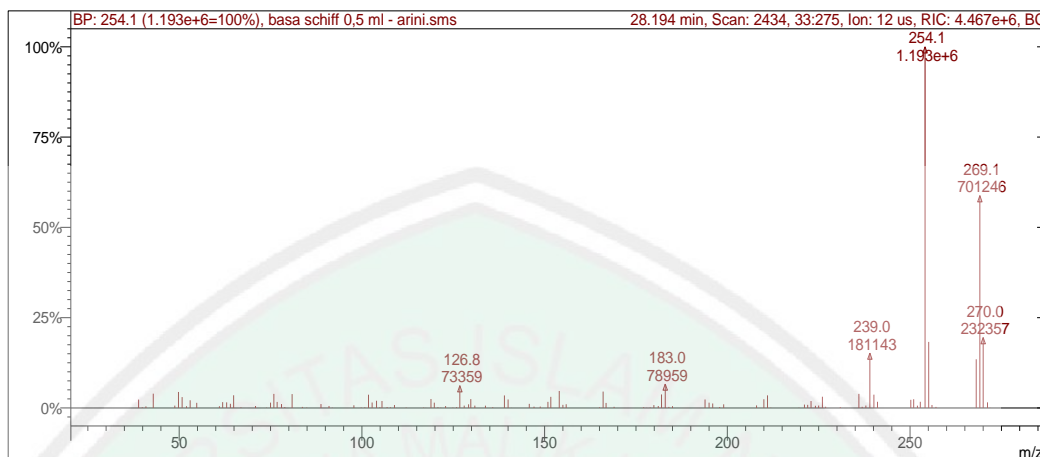
Hit 10 R.Match: 765, F.Match: 765, Probability: 2.37



Spectrum 16123 from REPLIB Library
Name: Benzenamine, N-ethyl-3-methyl-
Pair Count: 79 MW: 135 Formula: C₉H₁₃N
CAS No: 102-27-2 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

L4.2.6.3 Hasil Spektroskopi Massa P_{0,5} pada Puncak 3

Scan 2434 from c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 0,5 ml - arini.sms



Spectrum from ...data_xyz\analisa\basa schiff 0,5 ml - arini.sms
 Scan No: 2434, Time: 28.194 minutes
 No averaging. Background corrected.
 Comment: 28.194 min. Scan: 2434 33:275 Ion: 12 us RIC: 5.131e+6
 Pair Count: 119 MW: 0 Formula: None
 CAS No: None Acquired Range: 32.5 - 275.5 m/z

MDT: Centroid, Time: 0.00 - 53.00
 Seg 1, FIL/MUL DELAY, Time: 0.00- 3.20, Filament Off
 Chan 1, 40-650 m/z
 Seg 2, Analysis, Time: 3.20-53.00, EI-Auto-Full
 Chan 1, 33-275 m/z
 Product Mass Range: 32.5 - 275.5 m/z

Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
38.9	27639	23	108.9	9375	8	184.0	3407	3
39.9	1644	1	112.1	1013	1	185.0	5561	5
40.9	5025	4	116.9	1046	1	193.9	27733	23
41.9	42	0	117.5	179	0	195.0	17421	15
42.9	47017	39	118.9	29467	25	196.0	14593	12
48.8	7585	6	119.8	17305	14	197.9	3056	3
49.8	52572	44	120.8	2005	2	199.0	11793	10
50.8	35778	30	121.6	816	1	208.0	8288	7
52.0	5526	5	122.9	6139	5	210.0	28663	24
53.0	25209	21	124.9	916	1	211.0	41292	35
54.8	16796	14	125.9	2161	2	211.9	631	1
61.0	5529	5	126.8	73359	61	219.6	675	1
61.9	19032	16	128.0	7523	6	221.1	10996	9
63.0	18373	15	129.2	11821	10	222.0	10209	9
64.0	13602	11	129.8	29174	24	222.9	22589	19
64.9	41709	35	130.9	7517	6	224.1	7172	6
66.9	1545	1	133.8	7480	6	225.0	7695	6
70.9	6304	5	135.8	2125	2	226.0	36939	31
73.9	734	1	139.0	41091	34	226.9	3757	3
75.0	17468	15	140.0	27948	23	230.9	2391	2
75.9	46409	39	140.9	121	0	236.0	46381	39
76.8	19690	16	145.8	13445	11	236.9	3709	3
78.0	12689	11	147.1	4122	3	237.9	7726	6
78.9	2572	2	148.8	4303	4	239.0	181143	152
80.9	45740	38	150.9	20042	17	240.1	43737	37
83.7	3356	3	151.7	36640	31	241.1	20215	17
84.9	891	1	154.0	55862	47	250.2	26704	22
88.8	12629	11	155.0	10201	9	251.0	28639	24
91.0	6502	5	155.9	11942	10	252.0	7484	6
91.9	766	1	165.0	1695	1	252.8	20127	17
97.8	8485	7	166.0	54064	45	254.1	1.193e+6	999

Scan 2434 from c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 0,5 ml - arini.sms - Page

Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
100.8	1849	2	169.0	3735	3	256.0	9703	8
101.8	43538	36	177.1	1837	2	257.1	3420	3
102.8	17869	15	177.9	306	0	268.1	160569	134
104.0	23481	20	178.9	1233	1	269.1	701246	587
104.9	2057	2	179.9	9213	8	270.0	232357	195
105.5	22701	19	181.1	6351	5	271.2	18308	15
106.9	2777	2	182.0	44462	37	271.9	356	0
107.8	1699	1	183.0	78959	66			



L.4.2.7 Hasil Karakterisasi Kromatografi Gas P₁ (Produk Volume Katalis Asam 1 mL)

Chromatogram Plot

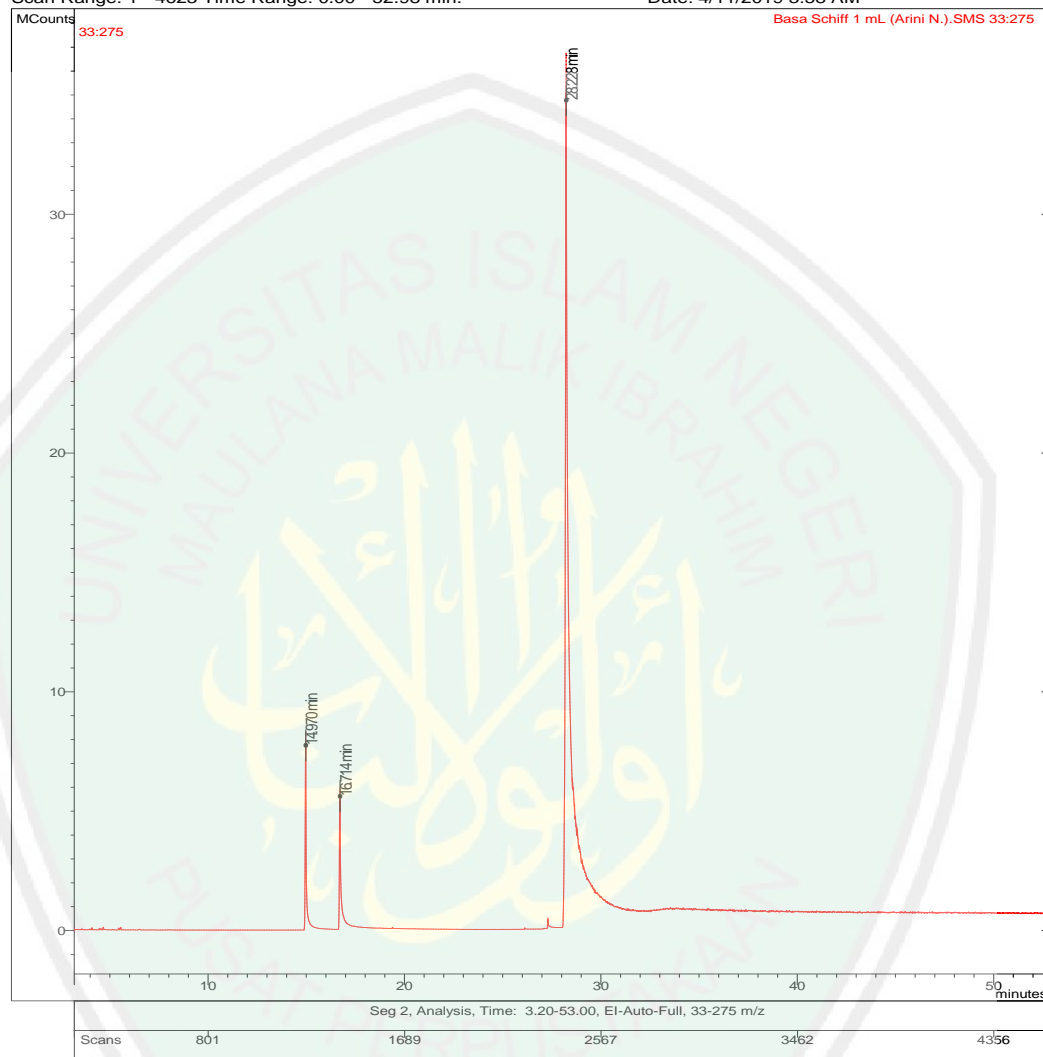
File: c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 1 ml (arini n.).sms

Sample:

Scan Range: 1 - 4623 Time Range: 0.00 - 52.98 min.

Operator: mei

Date: 4/11/2019 3:58 AM



Target Compounds

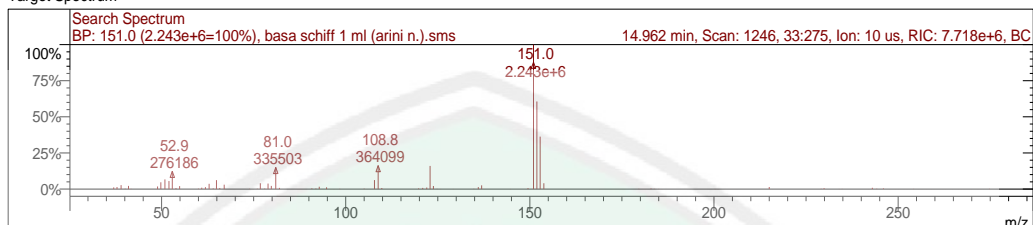
Cmpd. Number	RT (min)	Peak Name	Area	Amount/RF
1	14.970	senyawa 1	8.160e+6	8159571
2	16.714	senyawa 2	8.833e+6	8832511
3	28.228	senyawa 3	6.840e+7	68400048

L.4.2.8 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P₁ (Produk Volume Katalis Asam 1 mL)

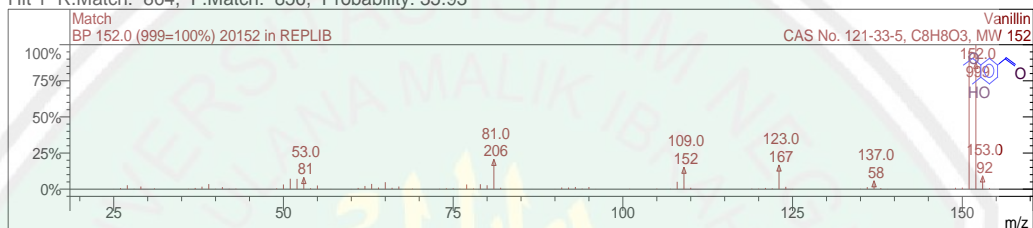
L4.2.8.1 Hasil Spektroskopi Massa P₁ pada Puncak 1

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



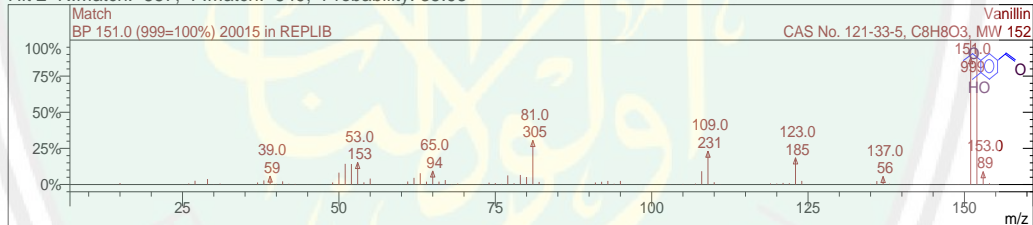
Hit 1 R.Match: 864, F.Match: 856, Probability: 35.93



Spectrum 20152 from REPLIB Library

Name: Vanillin
Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

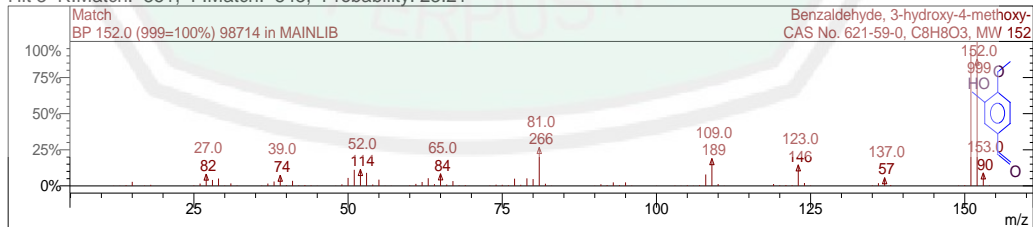
Hit 2 R.Match: 857, F.Match: 849, Probability: 35.93



Spectrum 20015 from REPLIB Library

Name: Vanillin
Pair Count: 81 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 14.0 - 154.0 m/z

Hit 3 R.Match: 851, F.Match: 843, Probability: 23.21

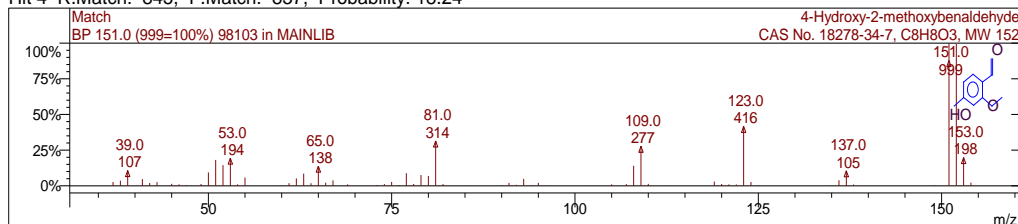


Spectrum 98714 from MAINLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 89 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

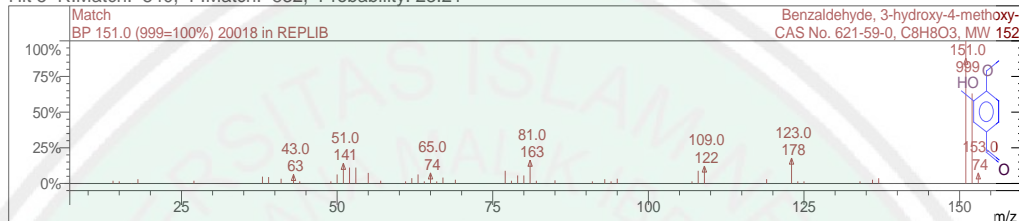
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 845, F.Match: 837, Probability: 18.24



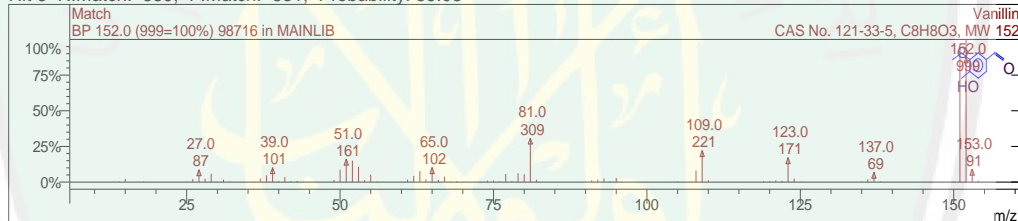
Spectrum 98103 from MAINLIB Library
Name: 4-Hydroxy-2-methoxybenzaldehyde
Pair Count: 74 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 18278-34-7 Acquired Range: 37.0 - 155.0 m/z

Hit 5 R.Match: 840, F.Match: 832, Probability: 23.21



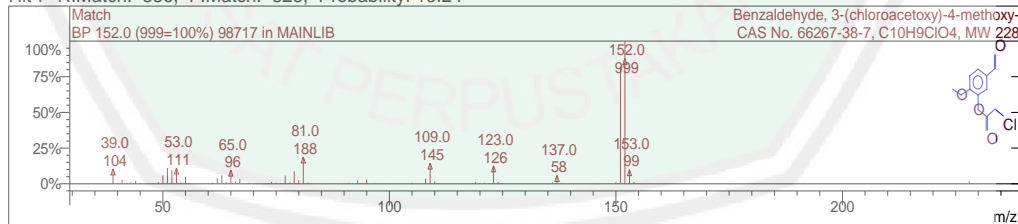
Spectrum 20018 from REPLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-
Pair Count: 49 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 14.0 - 153.0 m/z

Hit 6 R.Match: 839, F.Match: 831, Probability: 35.93



Spectrum 98716 from MAINLIB Library
Name: Vanillin
Pair Count: 86 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃
CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 13.0 - 154.0 m/z

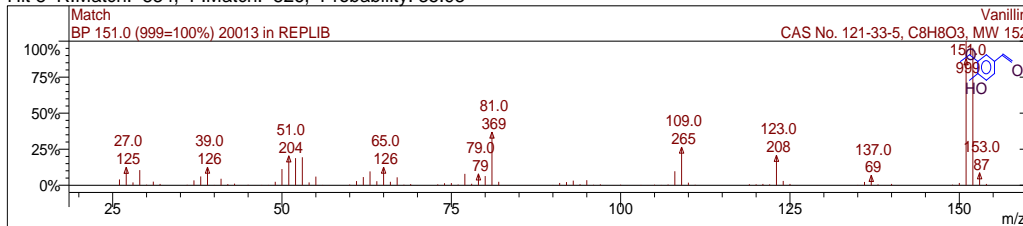
Hit 7 R.Match: 836, F.Match: 828, Probability: 13.24



Spectrum 98717 from MAINLIB Library
Name: Benzaldehyde, 3-(chloroacetoxy)-4-methoxy-
Pair Count: 65 MW: 228 Formula: C₁₀H₉ClO₄
CAS No: 66267-38-7 Acquired Range: 39.0 - 230.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 834, F.Match: 826, Probability: 35.93



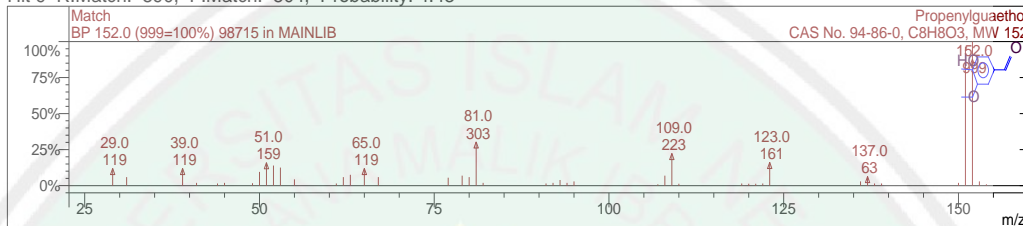
Spectrum 20013 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 106 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

Hit 9 R.Match: 890, F.Match: 804, Probability: 4.43



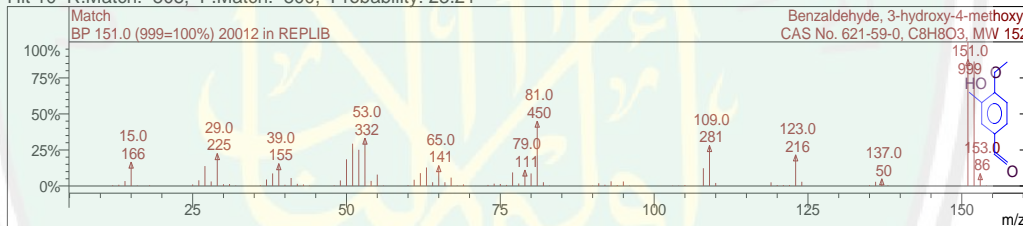
Spectrum 98715 from MAINLIB Library

Name: Propenylguaethol

Pair Count: 45 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 94-86-0 Acquired Range: 29.0 - 154.0 m/z

Hit 10 R.Match: 808, F.Match: 800, Probability: 23.21



Spectrum 20012 from REPLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-

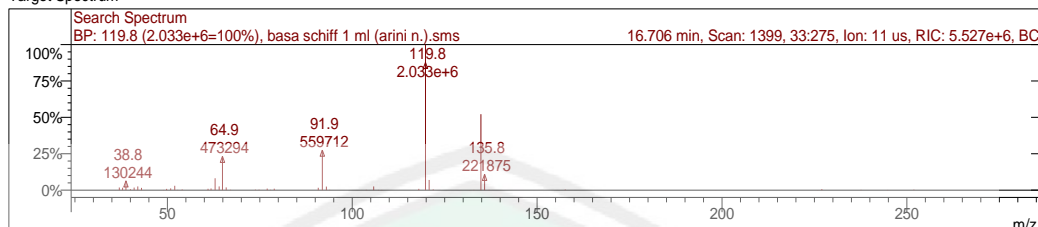
Pair Count: 80 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

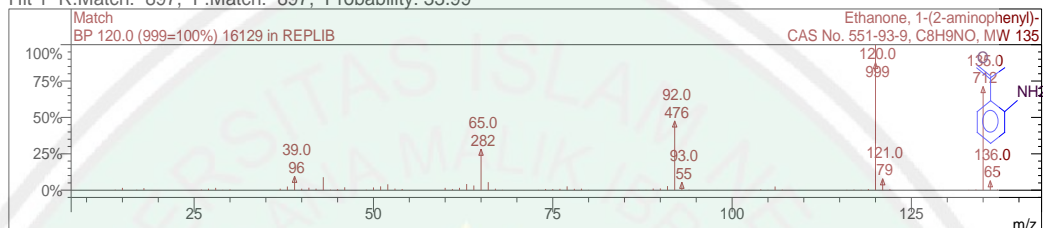
L4.2.8.2 Hasil Spektroskopi Massa P₁ pada Puncak 2

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum

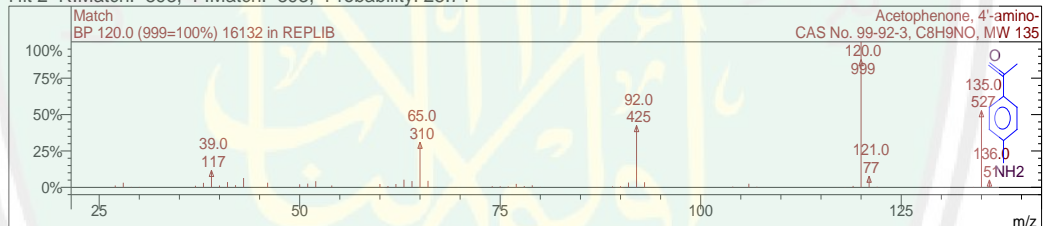


Hit 1 R.Match: 897, F.Match: 897, Probability: 33.99



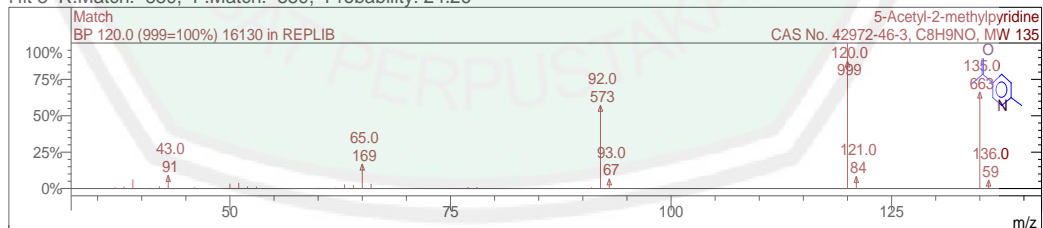
Spectrum 16129 from REPLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 72 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 2 R.Match: 893, F.Match: 893, Probability: 28.71



Spectrum 16132 from REPLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 73 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 27.0 - 137.0 m/z

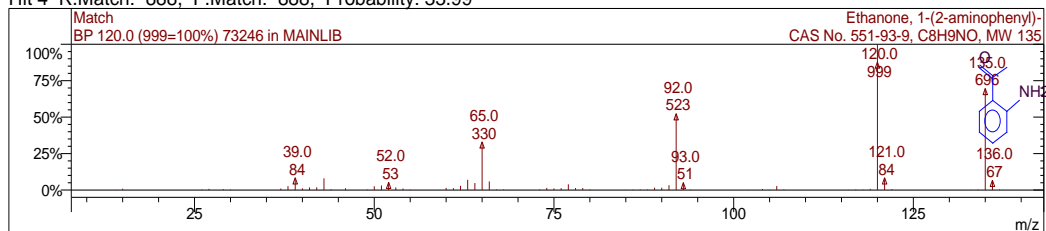
Hit 3 R.Match: 889, F.Match: 889, Probability: 24.26



Spectrum 16130 from REPLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 54 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

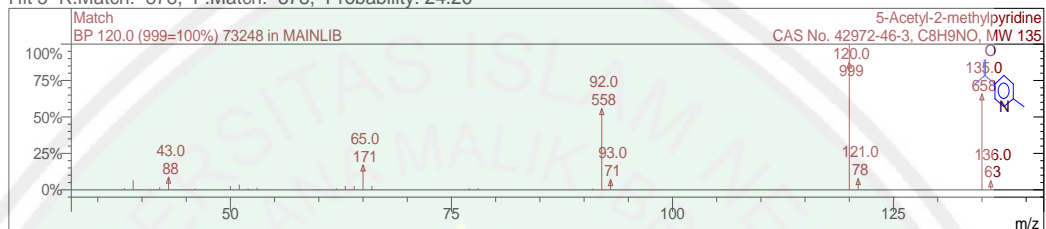
Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 2

Hit 4 R.Match: 888, F.Match: 888, Probability: 33.99



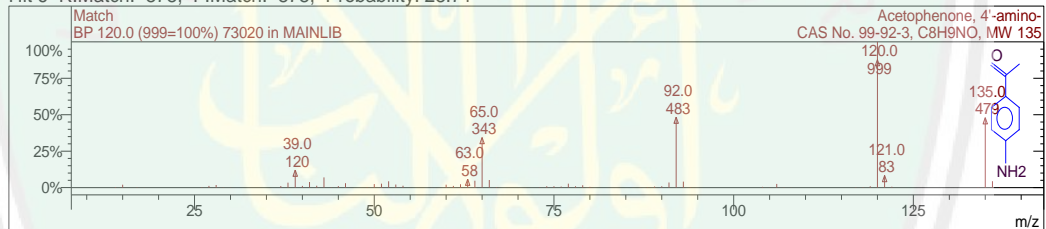
Spectrum 73246 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-
Pair Count: 66 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 5 R.Match: 878, F.Match: 878, Probability: 24.26



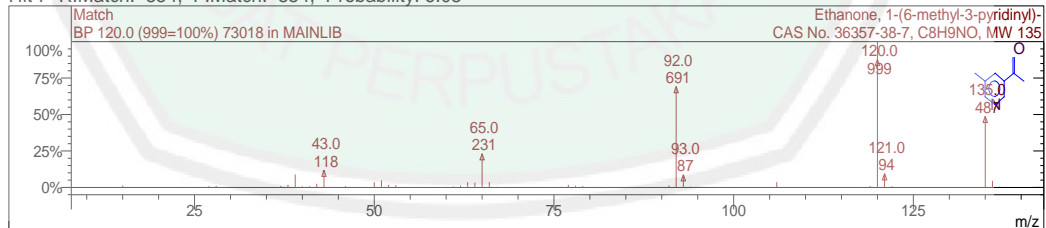
Spectrum 73248 from MAINLIB Library
Name: 5-Acetyl-2-methylpyridine
Pair Count: 58 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 42972-46-3 Acquired Range: 37.0 - 137.0 m/z

Hit 6 R.Match: 878, F.Match: 878, Probability: 28.71



Spectrum 73020 from MAINLIB Library
Name: Acetophenone, 4'-amino-
Pair Count: 68 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

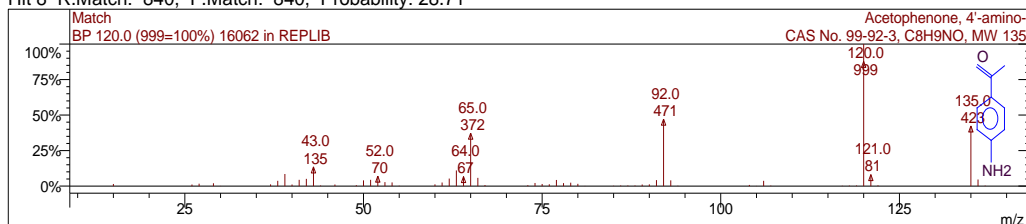
Hit 7 R.Match: 854, F.Match: 854, Probability: 6.08



Spectrum 73018 from MAINLIB Library
Name: Ethanone, 1-(6-methyl-3-pyridinyl)-
Pair Count: 59 MW: 135 Formula: C₈H₉NO
CAS No: 36357-38-7 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum - Page 3

Hit 8 R.Match: 840, F.Match: 840, Probability: 28.71



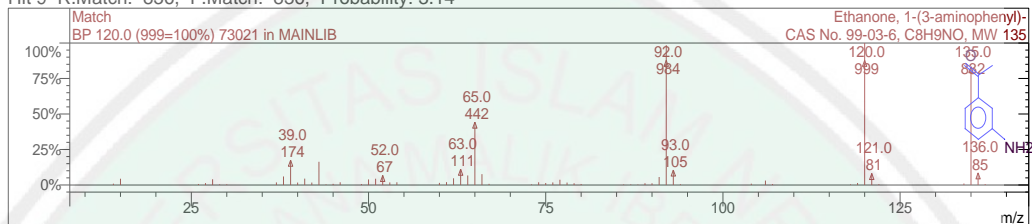
Spectrum 16062 from REPLIB Library

Name: Acetophenone, 4'-amino-

Pair Count: 61 MW: 135 Formula: C₈H₉NO

CAS No: 99-92-3 Acquired Range: 15.0 - 137.0 m/z

Hit 9 R.Match: 836, F.Match: 836, Probability: 3.14



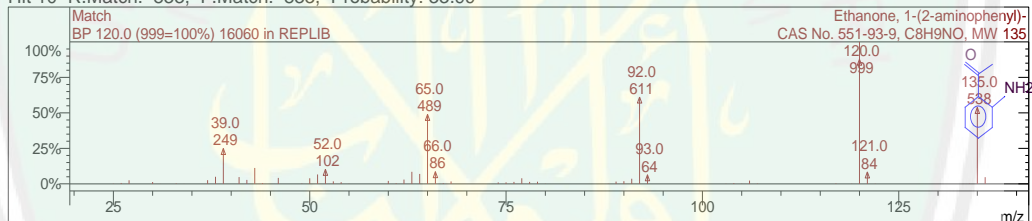
Spectrum 73021 from MAINLIB Library

Name: Ethanone, 1-(3-aminophenyl)-

Pair Count: 60 MW: 135 Formula: C₈H₉NO

CAS No: 99-03-6 Acquired Range: 14.0 - 137.0 m/z

Hit 10 R.Match: 833, F.Match: 833, Probability: 33.99



Spectrum 16060 from REPLIB Library

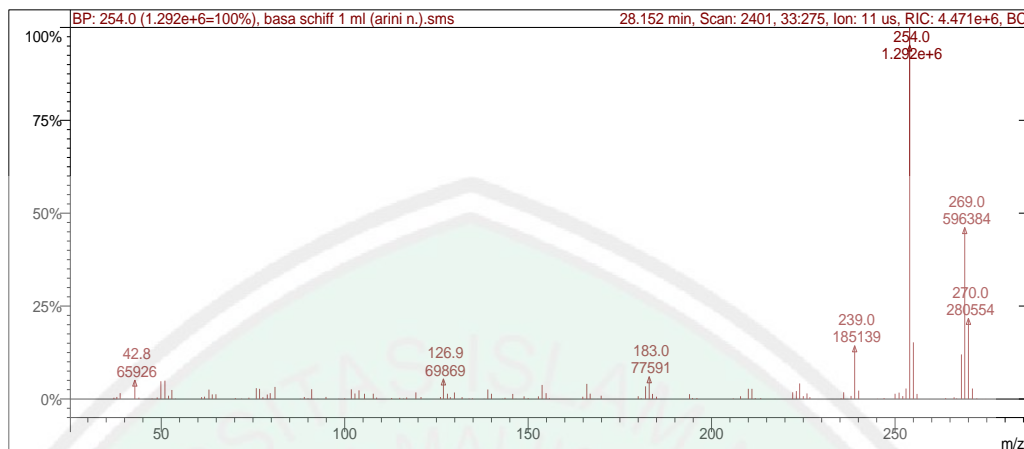
Name: Ethanone, 1-(2-aminophenyl)-

Pair Count: 57 MW: 135 Formula: C₈H₉NO

CAS No: 551-93-9 Acquired Range: 25.0 - 136.0 m/z

L4.2.8.3 Hasil Spektroskopi Massa P₁ pada Puncak 3

Scan 2401 from c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 1 ml (arini n.).sms



Spectrum from ...ata_xyz\analisa\basa schiff 1 ml (arini n.).sms
 Scan No: 2401, Time: 28.152 minutes
 No averaging. Background corrected.
 Comment: 28.152 min. Scan: 2401 33:275 Ion: 11 us RIC: 6.191e+6
 Pair Count: 122 MW: 0 Formula: None
 CAS No: None Acquired Range: 32.5 - 275.5 m/z

MDT: Centroid, Time: 0.00 - 53.00
 Seg 1, FIL/MUL DELAY, Time: 0.00- 3.20, Filament Off
 Chan 1, 40-650 m/z
 Seg 2, Analysis, Time: 3.20-53.00, EI-Auto-Full
 Chan 1, 33-275 m/z
 Product Mass Range: 32.5 - 275.5 m/z

Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
37.1	4378	3	112.8	3372	3	194.8	2980	2
37.9	6877	5	115.0	3845	3	196.0	3137	2
38.8	20269	16	116.0	1222	1	205.9	1675	1
40.9	67	0	116.9	5291	4	207.9	9512	7
42.8	65926	51	119.4	22747	18	210.0	35462	27
43.9	4574	4	120.8	6736	5	211.0	35180	27
47.5	1168	1	126.1	6770	5	211.9	2925	2
48.9	5240	4	126.9	69869	54	213.4	2772	2
49.9	61748	48	128.0	18413	14	217.3	377	0
51.0	63664	49	128.8	6114	5	222.1	23205	18
52.0	11491	9	129.9	22679	18	223.1	27426	21
52.9	31399	24	132.0	6281	5	224.0	53994	42
53.9	1029	1	133.0	171	0	225.0	9803	8
61.0	6324	5	133.9	1397	1	226.0	19276	15
61.8	8145	6	134.8	1934	1	226.8	6120	5
63.0	32563	25	138.0	677	1	235.3	1753	1
63.9	16050	12	139.0	32811	25	236.0	23201	18
64.9	16334	13	140.0	18081	14	238.0	10750	8
70.2	2848	2	143.0	693	1	239.0	185139	143
71.9	920	1	143.7	4050	3	240.1	29017	22
73.9	4424	3	145.8	17602	14	245.2	713	1
75.9	37645	29	146.7	569	0	247.0	3054	2
76.8	35261	27	148.9	9140	7	250.0	18203	14
77.7	5854	5	150.0	2764	2	251.1	22109	17
78.9	15525	12	150.9	48	0	252.1	9987	8
79.7	20174	16	152.8	9122	7	253.0	36212	28
81.0	42041	33	153.8	48817	38	254.0	1.292e+6	999
87.9	825	1	154.9	20302	16	255.0	196831	152
89.0	6846	5	155.8	1969	2	256.0	17544	14
90.0	1826	1	164.9	7995	6	259.4	3	0
91.0	34007	26	166.0	52662	41	263.8	2833	2

Scan 2401 from c:\varianws\data_xyz\analisa\basa schiff 1 ml (arini n.).sms

Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm	Ion	Int	Norm
92.7	473	0	166.9	18582	14	266.1	5815	4
94.9	7314	6	169.0	311	0	266.8	1565	1
98.4	892	1	169.9	11541	9	268.1	154905	120
100.0	1751	1	180.0	9626	7	269.0	596384	461
101.8	33539	26	180.8	2267	2	270.0	280554	217
102.8	19090	15	182.0	43751	34	271.1	36285	28
103.9	29983	23	183.0	77591	60	272.3	2243	2
105.4	17966	14	183.9	17563	14	273.8	61	0
107.8	18356	14	185.0	7997	6	274.7	172	0
108.7	4952	4	194.0	16714	13			



Keterangan (Watson, J.T dan Sparkman, O.D, 2013):

a. *F. Match* (*Factor Match*)

Nilai yang menunjukkan seberapa dekat kesesuaian spektra massa sampel dengan spektra massa *library* berdasarkan perbandingan puncak-puncak antara dua spektra tersebut. Di mana :

- >900 = sangat sesuai
- 800-900 = sesuai
- 700-799 = cukup sesuai
- <700 = kurang sesuai

b. *R. Match* (*Reverse Match*)

Faktor kecocokan yang dihitung dengan mengabaikan semua puncak pada spektra sampel yang tidak sesuai dengan spektra *library*. Puncak-puncak yang tidak sesuai dalam spektra dianggap berasal dari senyawa atau substansi lain selama proses identifikasi pada kromatografi gas. Rentang nilai *R. Match* sama dengan nilai *F. Match*.

c. *Probability*

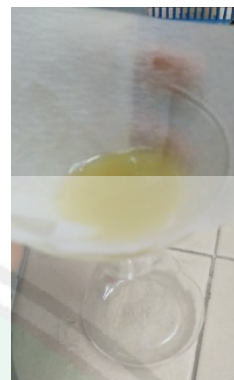
Nilai yang menunjukkan probabilitas spektra massa sampel dan *library* berasal dari senyawa yang sama berdasarkan *database* pada *software*. Nilai ini ditunjukkan sebagai persentase. Jika pada *hit* pertama memiliki nilai *F. Match* sangat tinggi (>900) dan *hit* selanjutnya memiliki nilai *F. Match* 800 atau kurang, maka probabilitas kebenaran identifikasi senyawa dan pada *library* sangat besar. Namun, nilai ini tidak dapat dijadikan sebagai acuan kebenaran suatu senyawa karena nilai *probability* juga bergantung pada keunikan suatu spektra senyawa, yang mana dapat ditentukan dengan membandingkan bentuk spektra pada *library* dengan sampel. Misalnya, pada spektra sampel vanilin yang memiliki nilai *F. Match* lebih dari 800 (>800) dan nilai *probability* yang relatif sangat rendah. Hal ini disebabkan adanya kemiripan atau kesamaan spektra massa isomer vanilin. Nilai *probability* akan bernilai tinggi apabila senyawa pada sampel memiliki tingkat kesamaan spektra massa yang rendah dengan senyawa lain.

Lampiran 4. Dokumentasi

L4.1 Preparasi Katalis Asam Alami dari Ekstrak Belimbing Wuluh

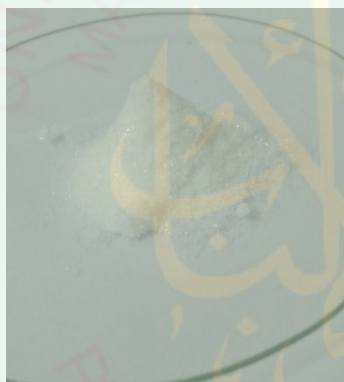


Pengambilan ekstrak belimbing wuluh



Penyaringan ekstrak belimbing wuluh

L4.2 Sintesis Senyawa 1-(4-((4-Hidroksi-3-Metoksibenzilidene)amino)fenil)- etanon



Vanilin



p-Aminoasetofenon



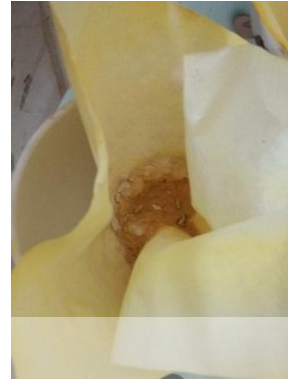
Pencampuran kedua reaktan dengan katalis



Sintesis basa Schiff dengan metode penggerusan



Pencucian produk menggunakan akuades dingin



Tampak produk setelah pengeringan dalam desikator

L4.3 Monitoring Produk Sintesis dengan KLT dan Uji Titik Lebur Produk Sintesis



Proses elusi senyawa

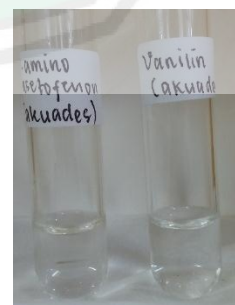


Hasil uji titik lebur produk sintesis

L4.4 Uji Kelarutan Produk Sintesis



Uji kelarutan reaktan dalam NaOH



Uji kelarutan reaktan dalam akuades



Uji kelarutan reaktan dalam kloroform

L4.5 Uji Efisiensi Inhibitor



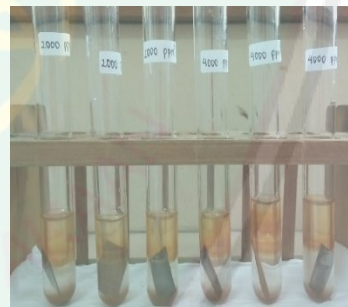
Lempeng besi setelah disiapkan



Produk basa Schiff larut dalam DMSO



Spesimen uji dalam media NaCl
(pembanding)



Uji efisiensi inhibitor senyawa basa
Schiff