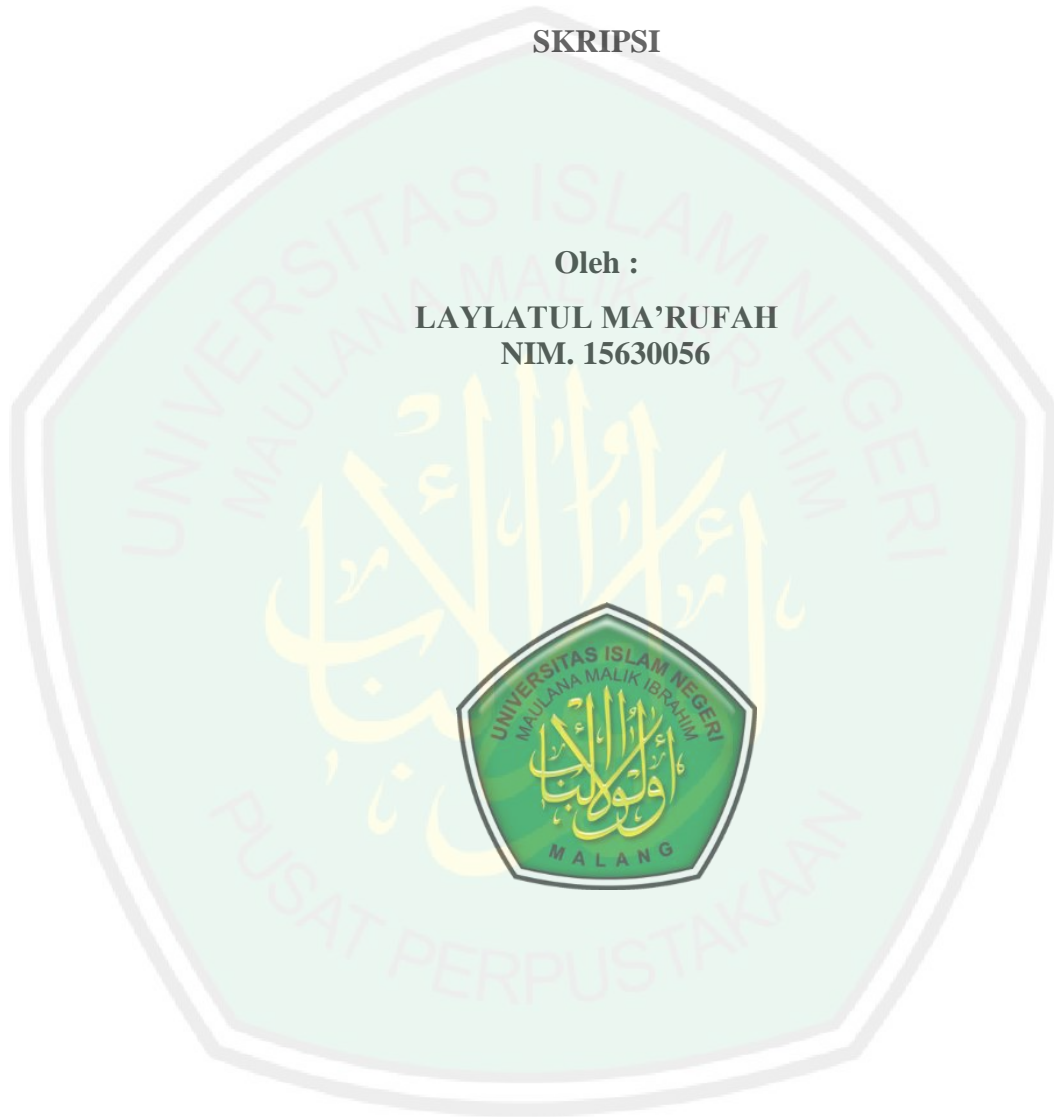


**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOASETOFENON DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS ASAM
ALAMI JUS JERUK NIPIS SERTA PEMANFAATANNYA SEBAGAI
INHIBITOR KOROSI**

SKRIPSI

Oleh :

**LAYLATUL MA'RUFAH
NIM. 15630056**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020**

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOASETOFENON DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS ASAM
ALAMI JUS JERUK NIPIS SERTA PEMANFAATANNYA SEBAGAI
INHIBITOR KOROSI**

SKRIPSI

**Oleh:
LAYLATUL MA'RUFAH
NIM. 15630056**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri 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
2020**

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOASETOFENON DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS ASAM
ALAMI JUS JERUK NIPIS SERTA PEMANFAATANNYA SEBAGAI
INHIBITOR KOROSI**

SKRIPSI

Oleh:
LAYLATUL MA'RUFAH
NIM. 15630056

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 8 Oktober 2020

Pembimbing I

Pembimbing II

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

Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068

Mengesahkan,
Ketua Jurusan

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

**SINTESIS SENYAWA BASA SCHIFF DARI VANILIN DAN
P-AMINOASETOFENON DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS ASAM
ALAMI JUS JERUK NIPIS SERTA PEMANFAATANNYA SEBAGAI
INHIBITOR KOROSI**

SKRIPSI

Oleh:
LAYLATUL MA'RUFAH
NIM. 15630056

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S. Si)
Tanggal: 8 Oktober 2020**

**Penguji Utama : A. Ghanaim Fasya, M. Si (.....)
NIP. 19820616 200604 1 002**

**Ketua Penguji : Febi Yusniyanti, S.Si. M. Sc (.....)
LB. 68004**

**Sekretaris Penguji : Ahmad Hanapi, M. Sc (.....)
NIDT. 19851225 20160801 1 069**

**Anggota Penguji : Rif'atul Mahmudah, M. Si (.....)
NIDT. 19830125 20160801 2 068**

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan**

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

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Laylatul Ma'rufah
NIM : 15630056
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : "Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon dengan Menggunakan Katalis Asam Alami Jus Jeruk Nipis serta Pemanfaatannya sebagai Inhibitor Korosi"

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggung jawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 8 Oktober 2020
Yang membuat pernyataan,



Laylatul Ma'rufah
NIM. 15630056

HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

Terimakasih kepada Allah SWT yang telah memberikan kekuatan, kesabaran serta ketabahan. Sehingga diri ini dapat menyelesaikan segala drama yang telah diberikan. Mulai dari drama kehidupan sapai drama perskripsian ☺

Diri saya sendiri yang telah bekerja keras untuk menghadapi dan menyelesaikan ini semua. Kau sudah berjuang untuk menyelesaikan semua ini sebaik mungkin. Kerja bagus! You should be love and appreciate your self. Good job!

Kepada keluarga saya (abah abdul wahab, almh ibuk Nurul Azizah, mbak ulul, mas lutfi dan mbak yaya) yang tiada henti-hentinya memberikan support berupa moril maupun materiil dan terutama doa yang tak henti-hentinya mengalir untuk adikmu dan anakmu yang tak tau diri ini. Terimakasih banyak ☺

Seluruh Dosen terutama pak hanapi, bu feby dan pak naim selaku pembimbing, penguji dan dosen wali. Terimakasih telah sabar mengingatkan, menasihati, mengajari, bahkan menjadi pendengar kegalauan saya. Tak lupa pula Laboran Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan banyak sekali ilmu kepada saya baik ilmu kimia, agama maupun ilmu kehidupan.

Untuk seluruh keluarga besar kimia angkatan 2015 terutama keluarga kimia B yang sudah mewarnai masa perkuliahan saya dengan suka, duka, tangis, canda dan tawa. Semoga kita selalu menjalin tali silaturahmi sampai kapan pun.

Basa Schiff team Arini, evitri, mbak ruroh, shafira, nada, mas faris, mas huda, vivi ambar, ani dan ainun. Yang telah banyak membantu dalam hal penelitian maupun menjadi teman diskusi perbasa Schiff.an. tanpa kalian mungkin skripsi dan jurnal ini akan selesai dengan apa adanya tanpa ada usaha lebih untuk memperbaiki

Roommatekuuu (mbak chaca, mbak mia, icem, mbak nay) yang telah sabar menemani dan mau menjadi pendengar semua keabsurdku, selalu menyemangati aku dalam keadaan apapun dan selalu memberikan sudut pangan lain tentang kehidupan.

Sobat **SOLID** (sherly, ais, elis, jeihan, pace, cak ardi, deni, ambon, dawud, trio) yang selalu memberikan support, do'a dan hiburan. Teimakasih atas semua cerita pun ketidakjelasan yang telah kalian berikan. Karenanya kehidupanku semakin berwarna.

Untuk Sobat **NORMAL** tercinta (Aldi, fatachi, hasal, fiddien, dan suki). Berawal dari ketidaksengajaan berkumpul hingga menjadi kebiasaan. Ketika ada satu malam yang terlewat tanpa ngopi dengan kalian akan menjadi suatu keanehan. Terimakasih telah bertahan hingga akhir, mau menjadi tempat pelarian apapun keadaanku dan selalu memberikan sudut pandang lain terhadap semua masalahku. Sekali lagi teimakasih telah mau menjadi patner organisasi maupun patner kehidupan. Panjang umur untuk persahabatan kita.

Dan yang terakhir skripsi ini aku persembahkan untuk kalian semua yang bertanya kepadaku

“KAPAN LULUS ?”

Motto

“Sebaik-baiknya manusia adalah ia yang membawa manfaat untuk orang lain”

&

“It’s great to be ambitious and aim for more and more to be happy in the future, as I’ve lived up until now, but I think it’s one of the nicest ways to live life if you know how to enjoy what is in the present”

R.M BTS



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Puji syukur kehadiran Allah SWT, karena dengan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi, dengan judul **“Sintesis Senyawa Basa Schiff Dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon dengan Menggunakan Katalis Asam Alami Jus Jeruk Nipis serta Pemanfaatannya Sebagai Inhibitor Korosi”**. Skripsi ini telah memberikan banyak manfaat baik dari segi keilmuan maupun pengalaman yang sangat diperlukan bagi penulis. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, khususnya kepada:

1. Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia.
4. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku pembimbing utama dan Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat dalam menyelesaikan penelitian ini.
5. Orang tua dan seluruh kerabat yang telah memberikan *support* dan semangat.
6. Semua pihak yang membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis sadar bahwa masih banyak kesalahan dan kekurangan yang tidak lain disebabkan oleh keterbatasan pengetahuan penulis, sehingga penulis memohon

maaf yang sebesar-besarnya jika dalam penulisan skripsi yang telah disusun terdapat banyak kesalahan dan kekurangan.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb

Malang, 16 Agustus 2020

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
مستخلص البحث	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Vanilin	8
2.2 <i>p</i> -Aminoasetofenon	9
2.3 Basa Schiff	10
2.3.1 Metode Penggerusan (<i>Grinding Method</i>).....	12
2.4 Katalis Asam Alami dari Jus Jeruk Nipis	13
2.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis	15
2.5.1 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometri FTIR	15
2.5.2 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometri ¹ H-NMR	16
2.6 Korosi	18
2.6.1 Inhibitor korosi	19
2.6.2 Metode Gravimetri (<i>Weight Loss Measurements</i>).....	20
2.7 Sintesis Senyawa Basa Schiff dalam Perspektif Islam.....	21
BAB III METODOLOGI	
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian	24
3.2 Alat dan Bahan	24
3.2.1 Alat	24
3.2.2 Bahan.....	24
3.3 Tahapan Penelitian	24
3.4 Cara Kerja	25
3.4.1 Preparasi Katalis Asam Alami dari Air Jus Jeruk Nipis	25

3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan <i>p</i> -AminoAsetofenon dengan Katalis Jus Jeruk Nipis Menggunakan Metode Penggerusan	25
3.4.3 Monitoring Hasil Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	26
3.4.4 Uji Titik Lebur Senyawa Hasil Sintesis	26
3.4.5 Uji Sifat Kimia Senyawa Hasil Sintesis dengan NaOH	27
3.4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR	27
3.4.7 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan ¹ H-NMR	27
3.4.8 Uji Efisiensi Inhibitor	28
3.4.8.1 Pembuatan spesimen uji	28
3.4.8.2 Pembuatan larutan inhibitor	28
3.4.8.3 Pengujian efisiensi inhibitor	28
BAB IV PEMBAHASAN	
4.1. Sintesis Senyawa Basa Schiff 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon	30
4.2. Monitoring Hasil Sintesis 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis	32
4.3. Uji Sifat Kimia Senyawa Hasil Sintesis dengan NaOH	34
4.4. Karakterisasi Senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon Menggunakan FTIR	36
4.5. Karakterisasi Senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon Menggunakan ¹ H-NMR	38
4.6. Uji Efisiensi Inhibisi Korosi Senyawa Basa Schiff 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon	41
4.7. Integrasi Islam dan Sains dalam Sintesis Senyawa Basa Schiff 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon	43
BAB V PENUTUP	
5.1. Kesimpulan	48
5.2. Saran	48
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN	57

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil pengamatan sifat fisik senyawa hasil sintesis.....	31
Tabel 4.2 Hasil KLT produk sintesis dan reaktan.....	34
Tabel 4.3 Gugus Fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk sintesis	37
Tabel 4.4 Jenis proton dan pergeseran kimia senyawa produk sintesis	39
Tabel 4.5 Hasil pengujian XRF pada <i>cutter</i> joyko L-150	41
Tabel 4.6 Efisiensi inhibisi reaktan dan basa Schiff.....	42



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Senyawa Vanilin	8
Gambar 2.2	Struktur Senyawa <i>p</i> -Aminoasetofenon	9
Gambar 2.3	Reaksi pembentukan basa schiff	11
Gambar 2.4	Mekanisme reaksi pembentukan basa Schiff	13
Gambar 2.5	Reaksi Pembentukan Senyawa Basa Schiff Menggunakan Katalis Asam	15
Gambar 2.6	Spektra FTIR senyawa basa Schiff	16
Gambar 2.7	Spektra ¹ H-NMR senyawa basa Schiff	17
Gambar 4.1	Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff	31
Gambar 4.2	Hasil kromatografi lapis tipis	33
Gambar 4.3	Hasil uji kelarutan produk sintesis	35
Gambar 4.4	Reaksi asam basa Bronsted- Lowry	35
Gambar 4.5	Spektra FTIR senyawa hasil sintesis	36
Gambar 4.6	Spektra ¹ H-NMR Senyawa Basa Schiff	38
Gambar 4.7	Dugaan struktur senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon	41

ABSTRAK

Ma'rufah, Laylatul. 2019. **Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon dengan Menggunakan Katalis Asam Alami Jus Jeruk Nipis serta Pemanfaatannya sebagai Inhibitor Korosi**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing 1: Ahmad Hanapi, M.Sc; Pembimbing 2: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata Kunci: Basa *Schiff*, vanilin, *p*-aminoasetofenon, teknik penggerusan, inhibitor korosi

Basa Schiff, pertama kali ditemukan oleh Hugo Schiff pada tahun 1864. Basa Schiff dapat disintesis dari amina primer yang bereaksi dengan aldehida atau keton. Senyawa basa Schiff juga dikenal sebagai anils, imina atau azometin dengan struktur umum $RHC=N-R_1$. Basa Schiff dapat disintesis dengan mereaksikan vanilin dan *p*-aminoasetofenon dengan menggunakan katalis asam alami berupa jus jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*) dengan metode penggerusan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui hasil karakterisasi produk sintesis dan mengetahui aktivitasnya sebagai inhibitor korosi pada logam besi dengan media asam. Sintesis dilakukan dengan cara menggerus vanilin (7,5 mmol) dan *p*-aminoasetofenon (7,5 mmol) selama 50 menit dengan jus jeruk nipis 0,25 mL sebagai katalis asam alami. Senyawa hasil sintesis ditentukan randemennya dan dikarakterisasi secara fisik meliputi warna dan titik lelehnya. Kemudian dikarakterisasi secara kimia dengan reaksi dengan NaOH. Karakterisasi lebih lanjut dilakukan dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan 1H -NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*). Setelah itu dilanjutkan dengan uji efisiensinya sebagai inhibitor korosi pada logam besi di dalam media asam HCl 1M.

Senyawa hasil sintesis berupa padatan berwarna kuning, sedikit larut dalam air, dan memiliki titik lebur 160-162 °C. Massa yang didapatkan adalah 1,9459 g dengan persen rendemen sebesar 94,45%. Senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon bereaksi terhadap NaOH membentuk warna kuning cerah. Senyawa ini memiliki ikatan imina ($-C=N-$) yang terbaca pada bilangan gelombang 1583 cm^{-1} . Karakterisasi 1H -NMR menunjukkan pergeseran kimia yang khas dari $HC=N-$ yaitu pada 8,5 ppm. Efisiensi inhibisi senyawa hasil sintesis berkisar 23,11-86,16 %.

ABSTRACT

Ma'rufah, Laylatul. 2019. **Synthesis of Schiff Base Compounds from Vanillin and *p*-Aminoacetophenone Using Lime Juice as a Natural Acid Catalyst and Their Utilization as Corrosion Inhibitors.** Undergraduate Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor 1: Ahmad Hanapi, M. Sc; Supervisor 2: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata Kunci: Schiff base, vanillin, *p*-aminoacetophenone, grinding methods, corrosion inhibitor

Schiff bases, was discovered by Hugo Schiff in 1864. Schiff bases can be synthesized from primary amines that react with aldehydes or ketones. Schiff's basic compounds are also known as anils, imines, or azometines with the general structure $RHC = N - R1$. Schiff bases can be synthesized by reacting vanillin and *p*-aminoacetophenone using a natural acid catalyst such as of lime juice (*Citrus aurantifolia*) with the grinding method. The purposes of this study were to determine the characterization results of synthesis products and to determine their activity as a corrosion inhibitor of ferrous metal in the acid medium. The Synthesis was carried out by grinding vanillin (7.5 mmol) and *p*-aminoacetophenone (7.5 mmol) for 50 minutes with 0.25 mL of lime juice as a natural acid catalyst. The yield of synthesized compounds calculated and also determined the physical properties such as color and melting point. The product also characterized using NaOH reaction. Further characterization was carried out using FTIR (Fourier Transform InfraRed) and 1H -NMR (Nuclear Magnetic Resonance). After that, proceed with the efficiency test as a corrosion inhibitor on ferrous metal in 1M HCl.

The synthesized compound is a yellow solid, slightly soluble in water, and has a melting point of 160-162 °C. The mass obtained is 1.9459 g with a percentage yield of 94.45%. The compound 1- {4 - [(4-hydroxy-3-methoxy-benzylidene) -amino] -phenyl} -etanone reacts with NaOH to form a bright yellow color. This compound has an imine bond ($-C = N-$) which showed in the wave number 1583 cm^{-1} . 1H -NMR characterization showed a typical chemical shifting of $HC = N-$ at 8.5 ppm. The inhibition efficiency of these compounds ranged from 23.11-86.16%.

مستخلص البحث

المعرفة، ليلة. ٢٠٢٠. توليف مركب قلوي شيف من الفانيلين مع ف - أمينوأستيتوفنون للحمض محفز الحمضي الطبيعي كالعصير الليمون و الإنتفاعه كمثبطات التآكل. البحث الجامعي. قسم الكيمياء ، كلية العلوم والتكنولوجيا ، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأولى : أحمد حنفي الماجستير العالمي، المشرفة الثاني: رفعة المحمدا الماجستير العالمية.

الكلمات الرئيسية: قلوي شيف، الفانيلين، ف - أمينوأستيتوفنون، تقنية الطحن، مثبطات التآكل
مركب قلوي شيف يوجد هغا شيف في السنة ١٨٦٤. قلوي شيف يستطيع أن يوليف من المركب الأمينية الأولية الذي يتفاعل مع الأدهيد أو الكيتون. مركب قلوي شيف المعروف باسم أنيلس، إميناء، أو أزومتين مع بنية RHC=N-R. مركب قلوي شيف تستطيع أن تولف بالتفاعل الفانيلين و ف - أمينوأستيتوفنون للحمض محفز الحمضي الطبيعي كالعصير الليمون (*Citrus aurantifolia*) بالطريقة الطحن. يهدف هذا البحث ليعرف خصائص منتج التوليف ونشاطه كمثبطات التآكل في معدن السحم بالوسط الحمض. يتم التوليف عن طريق الطحن الفانيلين (ميلمول ٧,٥) و ف - أمينوأستيتوفنون (ميلمول ٧,٥) لمدة ٥٠ دقائق بالعصير الليمون (مل ٠,٢٥) كمحفز الحمضي الطبيعي. المركب التوليف عن مواد عائد القلوويه و توليف بالجسد وتشمل اللون، تفاعل من NaOH ونقطة الانصهارها. والتوليف بالتفاعل FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) و (*Nuclear Magnetic Resonance*) $^1\text{H-NMR}$. تم باختبار الكفاءة ته كمثبطات التآكل عن معدن السحم في وسيلة المحلولة HCl ١ متر.

المركب التوليف عن مواد صلبة بلون أبيض مصفر ، وتتلاشى في الماء قليلا، ولها نقطة انصهار تتراوح بين ١٦٠ - ١٦٢ درجة مئوية. الحصول على الكتلة ١,٩٦٤٥ غرام بنسبه مئوية العائد ٩٤,٤٥ نسبة مئوية. التوليف ١ - (٤) - [٤-هيدروكسي-٣-ميثوكسي-بنزيلدين) -امينو] -فينيل) -يتانون يتفاعل NaOH بلون أصفر فاقع. المركب التوليف رابطة إميناء (-C=N-) الذي مقروء رقم الموجة ١٥٨٣ سنتمتر⁻¹. التوصف $^1\text{H-NMR}$ تبين على تحول كيميائي نموذجي من HC=N- هو ٨,٥ ppm. كفاءة تثبيط المركب نتائج التوليف تتراوح ٢٣,١١ - ٨٦,١٦ نسبة مئوية

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Perkembangan teknologi dan industri di era modern ini sangatlah pesat. Material berbasis polimer, keramik, logam dan komposit mengambil andil penting dalam perkembangan tersebut. Logam menempati persentase terbesar sebagai material penunjang dalam industri. Logam memiliki nilai *cost* yang relatif rendah, sehingga banyak industri menggunakannya (Van, 1992). Akan tetapi logam dapat mengalami penurunan kualitas menjadi cepat lemah dan rusak yang diakibatkan oleh korosi. Korosi adalah proses degradasi /deteriorasi /perusakan material yang disebabkan oleh pengaruh lingkungan dan sekitarnya. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi oksidasi logam oleh udara atau oksigen pada lingkungan sekitarnya (Utomo, 2009). Selain itu, korosi pada logam juga dapat diartikan sebagai reaksi kebalikan dari pemurnian logam (Awad, 2013; Callister, 2001).

Penurunan kualitas pada logam atau korosi akan menyebabkan kerugian pada pemakainya. Penelitian oleh Indocor (2017) menunjukkan angka \$ 276 miliar atau sekitar Rp. 3700 Triliun setiap tahunnya di Amerika Serikat. Sedangkan di Indonesia belum ada data yang cukup akurat untuk menghitung kerugian yang diakibatkan masalah korosi. Namun, kerugian diperkirakan mencapai angka triliunan rupiah setiap tahunnya.

Korosi dapat diatasi dengan beberapa cara pencegahan, yaitu (1) pengubahan media, (2) seleksi material, (3) proteksi katodik, (4) proteksi anodik, (5) penggunaan inhibitor korosi, serta (6) pelapisan (Sidiq, 2013). Inhibitor korosi

yang digunakan umumnya berasal dari senyawa-senyawa organik dan juga anorganik seperti nitrit, kromat, fosfat, urea, fenilalanin, imidazolin, dan senyawa-senyawa amina karena mempunyai pasangan elektron bebas di dalam senyawanya. Pasangan elektron bebas inilah yang nantinya akan berperan sebagai ligan yang membentuk senyawa kompleks dengan logam sehingga dapat melindungi logam dari aktivitas pengkaratan (Haryono, dkk., 2010). Salah satu senyawa yang banyak digunakan sebagai inhibitor korosi adalah senyawa basa Schiff. Chitra, dkk. (2010) menyebutkan bahwa senyawa basa Schiff adalah senyawa terbaik yang telah diketahui mempunyai kemampuan menghambat laju korosi beberapa logam pada media asam.

Basa Schiff merupakan senyawa produk kondensasi dari amina primer dengan senyawa karbonil seperti aldehida yang juga disebut dengan anil (Chitra, dkk., 2010) yang mempunyai karakteristik ikatan ($RCH=NR'$) di dalam struktur senyawanya (Jain dan Mishra, 2012). Chitra, dkk. (2010) menyebutkan bahwa akibat adanya gugus $C=N$ inilah yang menyebabkan senyawa basa Schiff bisa menjadi inhibitor korosi yang cukup baik dan efektif karena adanya pasangan elektron bebas dari unsur N dalam ikatan $C=N$ basa Schiff.

Pada tahun 2009 Ghani dan Khaleel telah mensintesis basa Schiff menggunakan refluks yang sekarang dikenal dengan metode konvensional. Metode konvensional meliputi sintesis menggunakan pelarut organik dan katalis yang relatif berbahaya. Namun, beberapa tahun terakhir basa Schiff disintesis dengan metode yang relatif ramah lingkungan, seperti menggunakan pelarut air, penggerusan (*grinding*), dan penggunaan katalis alami yang lebih dikenal dengan sebutan *green synthesis* (Rao, dkk., 2016). Yorur-goreci, dkk. (2016) melakukan

sintesis basa Schiff menggunakan metode refluks selama 4-8,5 jam dengan mereaksikan aldehida aromatis dan 2-fenilglisin metil ester hidroklorida. Sehingga diperoleh rendemen sebesar 37%. Savalia, dkk. (2013) juga mensintesis Basa Schiff dari reaktan aldehida salisilat dengan *p*-aminofenol yang sebelumnya dilarutkan terlebih dahulu dalam 8 ml metanol yang kemudian direfluks selama 4 jam dan diperoleh rendemen sebesar 78%. Metode konvensional memiliki beberapa kelemahan, yakni % rendemen yang dihasilkan cenderung lebih rendah. Waktu sintesis yang relatif lama dan pelarut yang dapat menjadi polutan bagi lingkungan dan berbahaya bagi kesehatan (Zarei dan Jarrahpour, 2011).

Penelitian basa Schiff kini lebih diarahkan pada *green synthesis*. Hal ini dilakukan untuk meminimalisir kerusakan alam yang diakibatkan produk samping sintesis yang berupa limbah-limbah yang beracun dan berbahaya bagi manusia dan alam. Hal ini diterangkan pula oleh Allah SWT dalam surat al A'raf ayat 56 yang berbunyi:

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

“Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”. (QS: al A'raf: 56).

Firman Allah tersebut merupakan suatu larangan bagi manusia untuk berbuat kerusakan pada lingkungannya dan senantiasa untuk tetap menjaga lingkungannya. baik untuk memenuhi kebutuhan manusia atau untuk mencari suatu ilmu pengetahuan. Larangan tersebut diberikan semata-mata agar manusia bisa bersyukur terhadap rahmat Allah Swt yang amat dekat seperti alam sekitar. Sehingga kita sebagai kimiawan muda dituntut untuk mencegah terjadinya

kerusakan alam yang mungkin terjadi selama penelitian. Salah satu caranya adalah meminimalisir penggunaan reagen atau pelarut yang berbahaya bagi lingkungan beserta limbah-limbah yang dihasilkan. Maka dari itu, pentingnya menerapkan penelitian-penelitian yang berbasis *green chemistry* untuk menanggulangi kerusakan pada lingkungan yang disebabkan oleh limbah-limbah yang berbahaya dan beracun.

Dalam beberapa tahun terakhir rancangan reaksi bebas pelarut organik banyak digunakan (Dev dan Dhaneshwar, 2013). *Green synthesis* merupakan salah satu metode sintesis yang sesuai dengan prinsip *green chemistry*. Salah satu metode ini adalah penggerusan (*Grindstone methods*). Teknik penggerusan efektif digunakan dalam sintesis suatu senyawa karena waktu reaksi yang relatif singkat (2-30 menit), rendemen yang baik, lebih ramah lingkungan karena mengurangi penggunaan pelarut dalam pencampuran (Susanti, dkk., 2014). Selain itu, tidak bersifat toksik sehingga aman, meminimalisir terbentuknya limbah (Himaja, dkk., 2011) dan mudah dilakukan yaitu dengan cara menumbuk reaktan di dalam mortar (Hasanah, 2017). Yadav dan Mani (2015) mensintesis basa Schiff dengan mereaksikan N-benzaldehid dan anilina dengan variasi katalis asam alami jus anggur; jus lemon; air ekstrak mangga dengan rendemen berturut-turut 93,60%; 88,13%; 91,11%. Wahab, dkk. (2014) juga mensintesis basa Schiff menggunakan katalis asam alami berupa air asam jawa yang ditambahkan dalam reaktan benzaldehid dan anilin dengan perolehan rendemen sebesar 85%.

Senyawa basa Schiff yang berhasil disintesis dapat diaplikasikan sebagai inhibitor korosi pada beberapa logam. Seperti yang telah dilakukan oleh Ginting, dkk (2017) yang telah mensintesis senyawa basa Schiff dari asam oleat dan

diaplikasikan sebagai inhibitor korosi terhadap logam seng dalam media larutan HCl 0,1 N dan memberikan nilai efisiensi rata-rata sebesar 51,489 - 80,094%. Chitra, dkk. (2010) juga melakukan sintesis senyawa basa Schiff dianilina dan mengaplikasikannya sebagai inhibitor korosi pada baja ringan di dalam media asam sulfat 1 M dan didapatkan efisiensi inhibisi maksimumnya terletak pada rentang 81,86 - 99,23% menggunakan metode kehilangan berat (*weight loss method*).

Berdasarkan uraian tersebut, peneliti tertarik untuk melakukan sintesis senyawa basa Schiff dengan menerapkan prinsip-prinsip *green synthesis* dari bahan dasar vanilin dan *p*-aminoasetofenon menggunakan katalis asam alami jus jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*). Jeruk nipis digunakan pada sintesis ini karena mengandung beberapa asam organik seperti asam sitrat yang dapat bertindak sebagai katalis dalam proses sintesis (Al-Hakimi, dkk., 2017). Sintesis dilakukan dengan metode penggerusan (*grinding*) tanpa menggunakan pelarut (*solvent free*). Kemudian senyawa basa Schiff hasil sintesis yang didapatkan akan dikarakterisasi menggunakan FTIR dan ¹H-NMR untuk selanjutnya diaplikasikan sebagai inhibitor korosi pada lempeng besi di dalam media asam HCl 1 M.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana karakteristik produk hasil reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon dengan katalis asam alami jus jeruk nipis 0,25 mL?
2. Bagaimana efisiensi senyawa basa Schiff hasil sintesis yang diaplikasikan sebagai inhibitor korosi terhadap logam besi pada media asam?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui karakteristik produk hasil reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon dengan variasi jumlah katalis asam alami jus jeruk nipis.
2. Untuk mengetahui efisiensi senyawa basa Schiff hasil sintesis yang diaplikasikan sebagai inhibitor korosi terhadap logam besi pada media asam.

1.4 Batasan Masalah

Batasan permasalahan dalam penelitian ini adalah:

1. Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon dilakukan dalam kondisi tanpa pelarut (*solvent free*).
2. Sintesis pembentukan imina dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon dilakukan dengan metode penggerusan.
3. Jeruk nipis yang digunakan merupakan jeruk nipis lokal yang banyak dijual di pasaran.
4. Volume katalis asam alami yang digunakan sebesar 0,25 mL.
5. Karakterisasi senyawa produk terbatas hanya pada pengamatan wujud, warna, titik lebur, serta identifikasi menggunakan FTIR dan ¹H-NMR.
6. Media asam yang digunakan sebagai agen pengkorosi adalah larutan HCl 1M.
7. Metode yang digunakan untuk menentukan efisiensi inhibisi pada logam besi adalah metode kehilangan berat (*weight loss method*).

1. 5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah tentang sintesis senyawa basa Schiff dengan metode *Green Synthesis* dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon menggunakan katalis asam alami jus jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*.) dengan metode penggerusan yang lebih mudah, murah, dan ramah lingkungan. Selain itu juga dapat memberikan informasi karakteristik dari senyawa basa Schiff hasil sintesis dan juga efisiensi inhibisinya sebagai inhibitor korosi terhadap logam besi pada media asam.



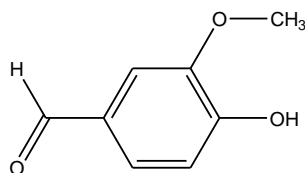
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Vanilin

Vanilin merupakan salah satu senyawa yang terdapat dalam tanaman vanili (*Vanilli planifolia*). Vanilin dapat diekstrak dari kayu lunak yang dioksidasi dengan nitrobenzena dalam alkali dengan pelarut etanol (Sjostrom, 1998). Secara sintetik vanilin dapat dibuat dari guaiakol, safrol, protokatekuat aldehida, glukosida koniferin, dan eugenol. Vanilin juga dapat diperoleh dari degradasi oksidatif lignin dalam suasana basa dan diperoleh hasil 21-23%. Theresia (1999) juga telah berhasil mensintesis vanilin dari degradasi kurkumin yang diperoleh dari ekstrak kunyit.

Vanilin memiliki nama kimia 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida ($C_8H_8O_3$) dengan bobot molekul 152,14 g/mol dan titik leleh 82 °C. Vanilin berbentuk serbuk putih yang menjarum. Secara umum, vanilin digunakan sebagai bahan tambahan pada makanan dan minuman karena vanillin memiliki aroma buah vanilla (Shyamala, dkk., 2007). Titik didih vanilin sebesar 284 °C, sedangkan titik lelehnya sebesar 80-83,5 °C. Dilihat dari strukturnya vanilin mempunyai gugus fungsi metoksi ($-OCH_3$) pada posisi orto dan gugus aldehida ($-COH$) pada posisi para (Kumar, dkk. 2012; Sastrapradja, dkk., 1978).

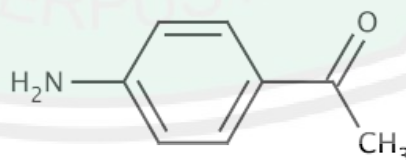


Gambar 2.1 Struktur senyawa vanilin (Kumar, dkk., 2012)

Sesuai gambar 2.1 senyawa vanilim memiliki 3 gugus fungsi yakni aldehida, eter dan hidroksi. Kumar, dkk. (2012) menyatakan bahwa ketiga gugus tersebut dapat membentuk ikatan hidrogen antarmolekul maupun intramolekul. Dari ketiga gugus diatas gugus aldehyd (C=O) merupakan gugus yang paling reaktif terhadap reaksi adisi. Gugus karbon pada karbonil aldehida memiliki parsial positif. Sehingga karbon memiliki kemampuan menarik elektron yang lebih kuat dan lebih mudah untuk bereaksi dengan nukleofilik dari amina primer untuk membentuk ikatan C=N dalam senyawa basa Schiff. Pembentukan ikatan C=N tersebut terjadi melalui reaksi Adisi-Eliminasi (Zarei dan Jarrahpour, 2011).

2.2 *p*-Aminoasetofenon

p-Aminoasetofenon memiliki nama lain 4-aminoasetofenon serta nama IUPAC-nya yaitu 1-(4-aminophenyl)-ethanone dengan rumus kimia C₈H₉ON. Senyawa ini berasal dari Jiangsu, China. Berbentuk Kristal warna kuning kecoklatan dengan berat molekul sebesar 135,16 g/mol, memiliki titik leleh 103-107 °C dan titik didih 293 °C. Struktur dari senyawa *p*-aminoasetofenon adalah sebagai berikut:



Gambar 2.2 Struktur *p*-aminoasetofenon (O'Neil, 2013)

Senyawa *p*-aminoasetofenon dapat digunakan sebagai obat-obatan dan produk organik lainnya. Senyawa tersebut dapat digunakan juga sebagai reagen

untuk penentuan kalorimetri cerium (IV) (Somidevamma dan Sarma, 1967). Selain itu, juga digunakan dalam penentuan paladium dan vitamin B1 (O'Neil, 2013). Senyawa *p*-aminoasetofenon memiliki gugus amina primer (H_2N-R) yang dapat berperan sebagai nukleofil dalam pembentukan basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982).

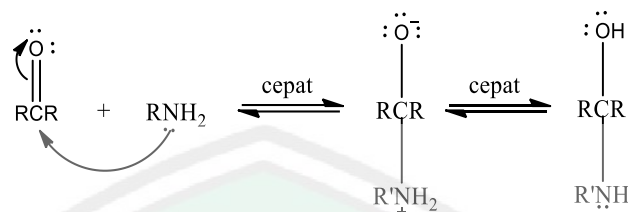
2.3 Basa Schiff

Basa Schiff, pertama kali ditemukan oleh Hugo Schiff pada tahun 1864. Basa Schiff dapat disintesis dari amina primer yang bereaksi dengan aldehida atau keton. Senyawa basa Schiff juga dikenal sebagai anils, imina atau azometin dengan struktur umum $RHC=N-R_1$, dengan R dan R1 adalah alkil aril, siklo alkil atau kelompok heterosiklik (Abirami dan Nadaraj, 2014). Basa Schiff memiliki aktivitas farmakologis sebagai antioksidan (Shaikh, dkk., 2013), antikanker (Gupta, dkk., 2016), antitumor, antiinflamasi, insektisida, antibakteri, dan antituberkulosis (Patil, dkk., 2012). Senyawa basa Schiff juga bekerja sebagai ligan untuk senyawa kompleks yang digunakan sebagai sensor (Bader, 2010), katalis, dan inhibitor korosi (Ashraf, dkk., 2011).

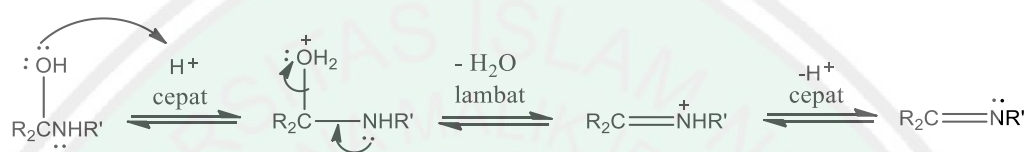
Basa Schiff yang disintesis dari aldehida aromatis dan amina primer akan lebih stabil karena memiliki sistem konjugasi yang lebih panjang (Hasan, 2014). Selain itu pereaktan tersebut juga akan menghasilkan % rendemen lebih tinggi karena amina primer yang bertindak sebagai nukleofil akan menyerang karbonil yang ada pada aldehida aromatis sehingga kesetimbangan akan bergeser ke arah produk. Sintesis senyawa basa Schiff melalui 2 tahapan reaksi yakni adisi dan

eliminasi. Secara umum reaksi basa Schiff di tuliskan sebagai berikut (Fessenden dan Fessenden, 1982):

Tahap 1:



Tahap 2:



Gambar 2.3 Reaksi pembentukan basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982)

Pada reaksi tahap pertama, reaksi yang terjadi adalah reaksi adisi amina. Amina primer akan bertindak sebagai nukleofilik yang akan menyerang karbon yang memiliki parsial positif pada karbonil aldehida. Reaksi ini menyebabkan terprotonasinya atom oksigen pada karbonil dan lepasnya proton dari atom nitrogen pada amina primer (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Reaksi tahap kedua adalah reaksi eliminasi. Reaksi ini menghasilkan produk samping berupa H_2O yang terbentuk dari $-\text{OH}$ terprotonasi. Laju pembentukan basa Schiff optimal pada kisaran pH 3-4, sehingga pada laju tahap kedua meningkat yang disebabkan oleh konsentrasi asam yang meningkat sedangkan tahap pertama lebih lambat (Fessenden dan Fessenden, 1982).

Senyawa basa Schiff dapat disintesis secara konvensional maupun dengan *green synthesis*. Secara konvensional dapat dilakukan dengan refluks amina primer dan aldehida/keton dengan pelarut yang mudah menguap dan katalis asam (Sembiring, dkk., 2013; Bhai, dkk., 2014). Umumnya, sintesis dengan metode

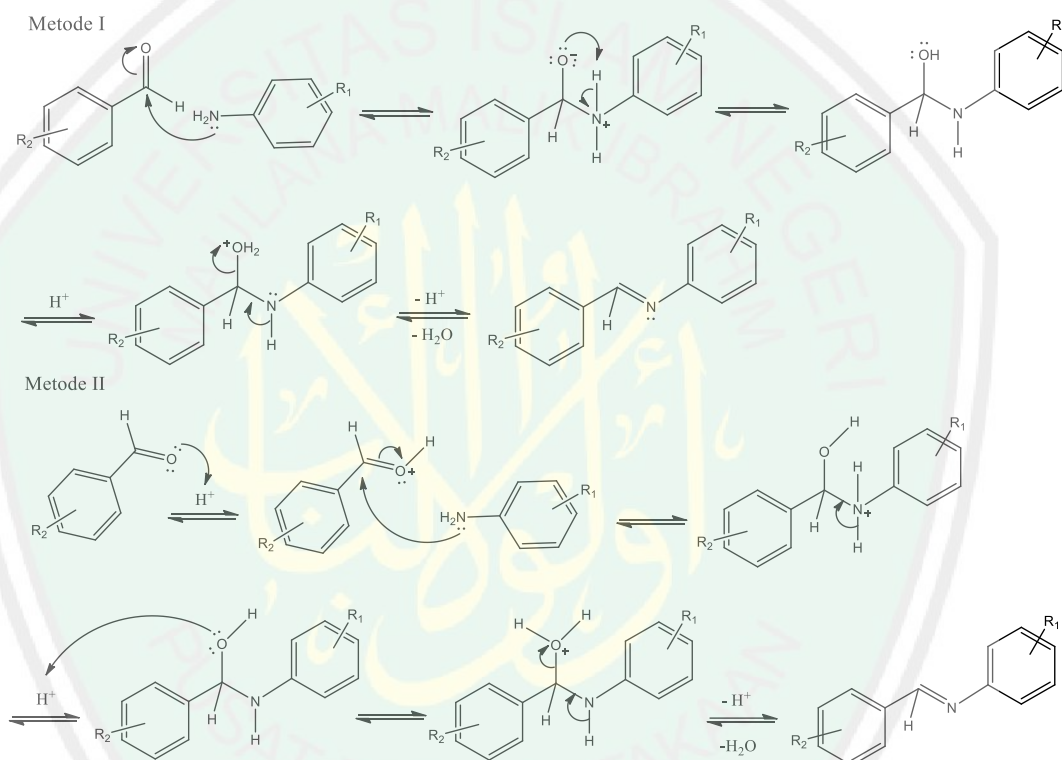
konvensional membutuhkan waktu yang lebih lama, katalis asam yang bersifat toksik yang dalam penggunaan berlebih dapat menyebabkan protonasi amina yang mengurangi kemampuan amina sebagai nukleofil sehingga produk yang dihasilkan akan turun. Selain itu, metode ini juga membutuhkan energi yang relatif lebih tinggi (Yadav dan Mani, 2015; Al-Hakimi, dkk., 2017). Sedangkan *Green Synthesis* dapat dilakukan dengan stirrer dalam pelarut air, maupun tanpa pelarut (*solvent free*) (Zarei dan Jarrahpour, 2011), penggerusan (Rahman, dkk., 2012), dan penggunaan katalis alami (Patil, dkk., 2012). Metode sintesis ini lebih ramah lingkungan karena tidak menggunakan pelarut-pelarut kimia yang berbahaya, lebih ekonomis, lebih sederhana, dan rendemen yang dihasilkan lebih tinggi (Himaja, dkk., 2011).

2.3.1 Metode Penggerusan (*Grinding Method*)

Metode penggerusan atau *Grinding Method* merupakan salah satu metode yang sesuai dengan prinsip *green chemistry*. Teknik penggerusan efektif digunakan karena teknik ini tidak melibatkan senyawa lain kecuali reaktan. Sehingga limbah yang dihasilkan pun dapat berkurang (Naqvi, dkk., 2009; Maila, 2016). Tanaka dan Shiraishi (2000) menjelaskan reaksi yang terjadi pada saat penggerusan berjalan secara eksotermik. Gesekan pada saat penggerusan mengakibatkan adanya transfer energi, selanjutnya reaksi akan berjalan dengan sendirinya.

Metode ini memberikan beberapa keuntungan seperti ramah lingkungan, prosedur kerja sederhana, waktu reaksi singkat dengan hasil yang sangat baik (Chavan, dkk., 2010), aman, murah, tidak toksik, dan meminimalisir terbentuknya limbah (Himaja, dkk., 2011). Metode ini sering dikombinasikan dengan penambahan katalis asam alami seperti pada penelitian Yadav dan Mani (2015)

yang mensintesis basa Schiff dengan mereaksikan N-benzaldehida dan anilina dengan variasi katalis asam alami jus anggur; jus lemon; air ekstrak mangga dengan rendemen yang didapat berturut-turut sebesar 93,60%;88,13%;91,11%. Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari senyawa aldehyd dan amina primer menggunakan katalis asam ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.4 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari senyawa aldehyd dan amina primer menggunakan katalis asam (Patil dkk., 2012)

2.4 Katalis Asam Alami dari Jus Jeruk Nipis

Jeruk nipis termasuk jenis tumbuhan perdu yang banyak memiliki dahan dan ranting. Tinggi tanaman jeruk sekitar 0.5-3,5 m. Batang pohonnya berkayu ulet,

berduri dan keras. Sedangkan permukaan kulit luarnya berwarna hijau tua dan kusam, daunnya berbentuk elips (Sholihin, dkk., 2010).

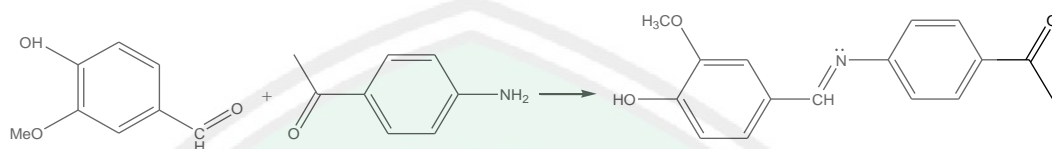
Tanaman jeruk nipis merupakan pohon yang berukuran kecil. Buahnya berbentuk agak bulat dengan ujungnya sedikit menguncup dan berdiameter 3-6 cm dengan kulit yang cukup tebal. Saat masih muda, buah berwarna kuning. Semakin tua, warna buah semakin hijau muda atau kekuningan. Rasa buahnya asam segar. Bijinya berbentuk bulat telur, pipih, dan berwarna putih kehijauan. Akar tunggangnya berbentuk bulat dan berwarna putih kekuningan (Astarini, dkk., 2010). Morfologi jeruk nipis adalah sebagai berikut:

Kingdom	: <i>Plantae</i> (Tumbuhan)
Sub kingdom	: <i>Tracheobionta</i> (Tumbuhan berpembuluh)
Super Divisi	: <i>Spermatophyta</i> (Menghasilkan biji)
Divisi	: <i>Magnoliophyta</i> (Tumbuhan berbunga)
Kelas	: <i>Magnoliopsida</i> (berkeping dua / dikotil)
Sub Kelas	: <i>Roidae</i>
Ordo	: Sapindales
Famili	: Rutaceae
Genus	: Citrus
Spesies	: <i>Citrus aurantifolia</i> .

Jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*.) merupakan salah satu tanaman toga yang di gunakan pada masyarakat, baik untuk bumbu masakan maupun untuk obat – obatan dari bagian perasan air buah jeruk nipisnya. Untuk obat, jeruk nipis digunakan sebagai penambah nafsu makan, penurun panas (antipireutik), diare, menguruskan badan, anti inflamasi, dan antibakteri (Razak, dkk., 2013).

Jeruk nipis memiliki sejumlah kandungan bahan kimia diantaranya adalah asam sitrat (7-7,6%), mineral, vitamin B1, minyak atsiri, vitamin C 27 mg/100g jeruk nipis, Ca sebanyak 40 mg/100 g jeruk nipis dan fosfat sebanyak 22 mg (Hariana dalam Ernawati, 2008). Jumlah total komponen asam dari jeruk nipis

bervariasi dari 5-7%, dan komponen utama asam organik dari jeruk nipis adalah asam sitrat (Shrestha, dkk., 2012). Asam sitrat inilah yang akan menjadi katalis asam alami pada sintesis basa Schiff, seperti pada reaksi pada gambar 2.5.



Gambar 2.5 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff menggunakan katalis asam (Khasanudin, 2018)

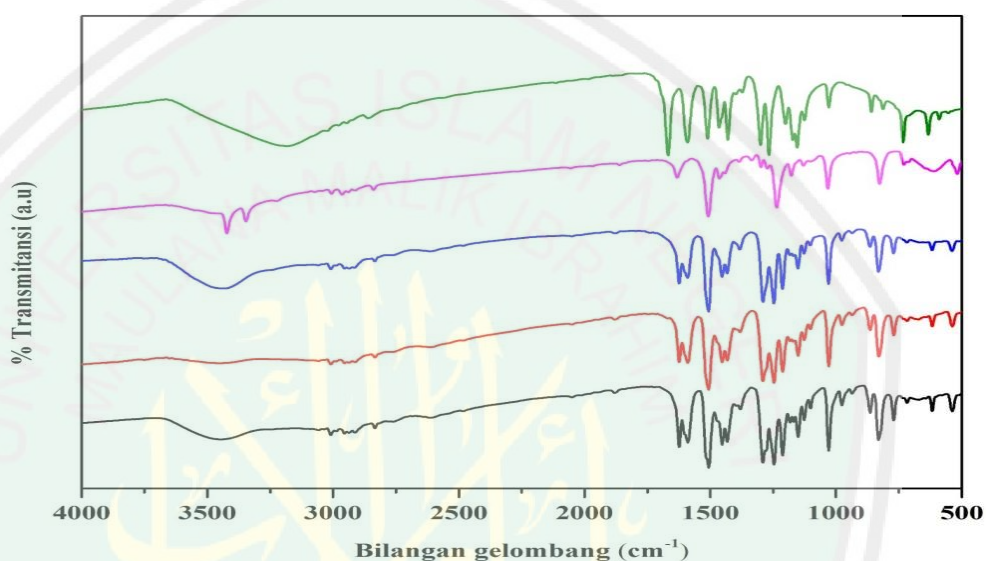
2.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

2.5.1 Identifikasi Senyawa Hasil Menggunakan FTIR

Identifikasi senyawa menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat pada suatu senyawa. Pembacaan spektra inframerah dilakukan pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Kemudian hasil puncak-puncak yang muncul pada spektra dibandingkan dengan literatur yang sudah ada (Khasanudin, 2018). Basa Schiff memiliki gugus $-\text{C}=\text{N}-$ yang akan memunculkan serapan kuat pada daerah 1550 – 1600 cm^{-1} (Ummathur, dkk., 2009).

Adawiyah (2017) telah melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidin menggunakan teknik penggerusan dengan variasi waktu penggerusan 10, 15 dan 20 menit. Spektra yang didapatkan dari hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 2.6. serapan khas terdapat pada Gugus fungsi imina ($-\text{C}=\text{N}-$) dari senyawa hasil sintesis yang ditandai dengan serapan yang tajam dan kuat pada bilangan gelombang 1590 cm^{-1} . Terdeteksi pula serapan pada daerah 3441-3451 cm^{-1} yang merupakan serapan gugus $-\text{OH}$ *stretch* yang melebar,

kemudian pada daerah 3009 cm^{-1} terdeteksi serapan, $\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H stretch}$ aromatik dengan didukung adanya *overtone* fenil pada daerah $2051\text{-}1878\text{ cm}^{-1}$ dan serapat tajam pada 1623 cm^{-1} dan 1507 cm^{-1} yang menandakan adanya ikatan $\text{C}=\text{C}$ aromatic, dan pada daerah $1212\text{-}1213\text{ cm}^{-1}$ terdapat serapan C-O stretch fenol.



Gambar 2.6 Spektra FTIR senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol (Adawiyah, 2017).

2.5.2 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer $^1\text{H-NMR}$

Spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ memberikan informasi mengenai jumlah atom hidrogen dengan lingkungan dan tipe inti dari masing-masing tipe hidrogen. Spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ menggunakan radiasi sekitar 60 MHz yang berada di daerah frekuensi radio dan kekuatan medan magnet sebesar 14.100 Gauss. Tiap lingkungan yang berbeda akan menghasilkan spectra dengan pergeseran yang berbeda yang disebabkan oleh resonansi oleh molekul organik pada frekuensi spesifik dalam kondisi medan magnet yang kuat (Sitorus, 2009).

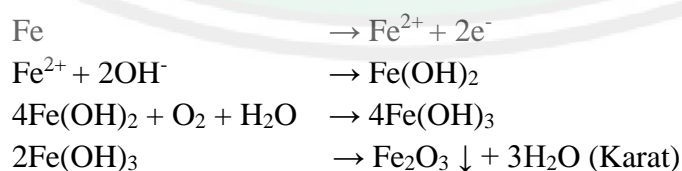
aromatis. Selain itu juga muncul signal pada $\delta=7,8$ ppm yang menandakan adanya gugus imin (-HC=N-).

2.6 Korosi

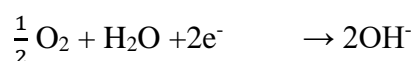
Korosi adalah proses degradasi/deteorisasi/perusakan material yang disebabkan oleh pengaruh lingkungan dan sekitarnya. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi oksidasi logam oleh udara atau oksigen pada lingkungan sekitarnya (Utomo, 2009). Lingkungan yang dapat mempengaruhi penurunan kualitas logam adalah lingkungan yang bersifat korosif seperti pada larutan yang bersifat asam atau basa, air laut ataupun udara yang lembab (Fontana, 1986). Selain itu, korosi pada logam juga dapat diartikan sebagai reaksi kebalikan dari pemurnian logam (Awad, 2013; Callister, 2001).

Fontana (1986) menyebutkan bahwa laju korosi sangat dipengaruhi oleh lingkungan. Lingkungan berair dan udara merupakan media pengkorosif yang baik karena udara yang jenuh dengan uap air banyak mengandung garam-garam, asam, zat-zat kimia dan gas-gas. Revie (2011) menggambarkan proses korosi baja pada beton dengan persamaan reaksi sebagai berikut:

Reaksi Anoda:



Reaksi Katoda



Proses korosi logam dimulai dengan oksigen yang mengoksidasi logam dan membentuk Ferro hidroksida $[\text{Fe}(\text{OH})_2]$. Ferro hidroksida yang terbentuk merupakan hasil sementara yang dapat teroksidasi lagi secara alami oleh air dan udara menjadi ferri hidroksida $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$, kemudian Ferri hidroksida yang terbentuk akan berubah menjadi Fe_2O_3 yang berwarna merah kecoklatan yang biasa kita sebut karat. (Svehla, 1990).

2.5.1 Inhibitor Korosi

Korosi dapat diatasi dengan beberapa cara pencegahan, yaitu (1) pengubahan media, (2) seleksi material, (3) proteksi katodik, (4) proteksi anodik, (5) penggunaan inhibitor korosi, serta (6) pelapisan (Sidiq, 2013). Pada penelitian ini pencegahan korosi akan dilakukan dengan pemakaian inhibitor korosi. Inhibitor korosi yang digunakan umumnya berasal dari senyawa-senyawa organik dan juga anorganik seperti nitrit, kromat, fosfat, urea, fenilalanin, imidazolin, dan senyawa-senyawa amina karena mempunyai pasangan elektron bebas di dalam senyawanya. Pasangan elektron bebas inilah yang nantinya akan berperan sebagai ligan yang membentuk senyawa kompleks dengan logam sehingga dapat melindungi logam dari aktivitas pengkaratan (Haryono, dkk., 2010). Salah satu senyawa yang banyak digunakan sebagai inhibitor korosi adalah senyawa basa Schiff. Chitra dkk (2010) menyebutkan bahwa senyawa basa Schiff adalah senyawa terbaik yang telah diketahui mempunyai kemampuan menghambat laju korosi beberapa logam pada media asam.

Senyawa basa schiff sering digunakan sebagai inhibitor korosi karena (Gupta dkk., 2016):

- a. Dapat disintesis dari bahan komersial yang murah dan ramah lingkungan.
- b. Cenderung menunjukkan efisiensi inhibisi yang baik.
- c. Memiliki cincin aromatik, gugus azometin ($C\equiv N$), dan heteroatom (N, O) yang dapat terserap pada permukaan logam dan menghambat korosi.
- d. Keberadaan gugus azometin ($C\equiv N$) pada senyawa basa Schiff meningkatkan kemampuan adsorpsi.

Basa Schiff memiliki elektron phi (π) serta lebih dari satu heteroatom menunjukkan sifat penghambat yang tinggi. Hal ini terjadi karena adanya elektron yang berinteraksi dengan permukaan logam, interaksi ini akan memisahkan permukaan logam dengan media pengkorosif (Tigineh, dkk., 2015).

Secara umum, inhibitor organik menghambat laju korosi dengan cara membentuk lapisan pelindung diantara permukaan logam dan larutan elektrolit (Gupta, dkk., 2016). Efisiensi dari inhibitor organik berhubungan dengan adanya gugus fungsi yang polar dengan adanya atom S, O atau N dalam molekul, senyawa heterosiklik dan adanya elektron phi (Gupta, dkk., 2016). Ada beberapa kemungkinan mekanisme adsorpsi senyawa basa Schiff pada permukaan logam dalam menghambat laju korosi, yaitu salah satunya adalah orientasi datar dari seluruh molekul dengan adanya ketertarikan dari permukaan logam yang menyebabkan interaksi elektron pi dari cincin aromatik dan gugus $-CH=N-$ dengan permukaan logam (Chitra, dkk., 2010).

2.5.2 Metode Gravimetri (*Weight Loss Measurements*)

Untuk mengetahui efisiensi inhibisi suatu inhibitor dapat dilihat dari beberapa metode, yaitu metode kehilangan berat (*Weight Loss Measurements*) atau

metode gravimetri, teknik gasometrik, teknik elektrokimia, pengukuran polarisasi dan spektroskopi impedansi. Diantara teknik-teknik tersebut teknik yang paling umum dan paling sederhana adalah metode gravimetri. Metode ini cukup efektif untuk mengetahui efisiensi inhibisi dan juga memiliki beberapa keuntungan, seperti biaya yang cukup murah, mudah, dan membutuhkan sample uji dalam skala kecil. Metode gravimetri dilakukan dengan cara merendam logam dengan larutan pengkorosi dalam waktu tertentu dan kemudian dipindahkan dari media pengkorosi (Abbas, dkk., 2015). Persentase efisiensi inhibisi dapat diketahui dengan menggunakan rumus berikut (Chitra, dkk., 2010) :

$$\%EI = \frac{W_0 - W_1}{W_0} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

dimana,

EI = Efisiensi Inhibitor

W_0 = Kehilangan berat tanpa menggunakan inhibitor

W_1 = Kehilangan berat menggunakan inhibitor

2.7 Sintesis Senyawa Basa Schiff dalam Perspektif Islam

Allah Swt. menunjukkan banyak kekuasaannya, salah satunya dengan diturunkannya rahmat berupa hujan. Hujan merupakan sumber kehidupan karena adanya air hujan dapat menghidupkan lahan-lahan yang mati. Allah Swt. berfirman pada surat An-Nahl ayat 11 yang berbunyi.

يُنَبِّئُكُمْ بِهِ الْزَّرْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ ۗ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ

يَتَفَكَّرُونَ

"Dia menumbuhkan bagi kamu dengan air hujan itu tanam-tanaman; zaitun, korma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan".(QS: An-Nahl :11)

Dengan air hujan itu pula dia menumbuhkan untuk kamu beragam tanam-tanaman yang dapat kamu manfaatkan untuk memenuhi kebutuhan kamu. Dengan air hujan itu pula dia menumbuhkan pohon-pohon penghasil buah, seperti zaitun, kurma, anggur, dan segala macam buah-buahan dari pohon-pohon yang tidak disebutkan. Sungguh, pada yang demikian itu, yakni turunnya hujan dan kenikmatan yang ditimbulkannya, benar-benar terdapat tanda yang nyata mengenai kebesaran, keagungan, dan kekuasaan Allah. Tumbuh-tumbuhan tersebut diciptakan agar manusia dapat mengambil manfaat darinya.

Pada era sekarang pemanfaatan tumbuhan berada pada puncaknya, karena tumbuhan merupakan rahasia kehidupan di muka bumi. Apabila tumbuhan tidak ada, maka keseimbangan ekosistem pun akan terganggu karena hilangnya produsen. Alasan lain adalah tumbuhan menyerap energi dari atas, kemudian menghubungkannya dengan langit dan bumi, serta lingkungannya (Thalbah, 2009). Sebagaimana diterangkan dalam surat 'Abasa ayat 27-32 yang berbunyi:

فَأَنْبَتْنَا فِيهَا حَبًّا ○ وَعِنَبًا وَقَضْبًا ○ وَزَيْتُونًا وَنَخْلًا ○ وَحَدَائِقَ غُلْبًا ○ وَفَاكِهَةً وَأَبًّا ○ مَتَاعًا

لَكُمْ ○ ولأنعامكم

"lalu Kami tumbuhkan biji-bijian di bumi itu, anggur dan sayur-sayuran, zaitun dan kurma, kebun-kebun (yang) lebat, dan buah-buahan serta rumput-rumputan, untuk kesenanganmu dan untuk hewan-hewan ternakmu" ('Abasa: 27-32).

Dalam tafsir ilmiah ayat-ayat tersebut diatas ditafsirkan sebagai berikut

"Ayat-ayat ini memberitahukan bahwa Allah menciptakan tumbuhan sebagai

sumber makanan bagi manusia dan hewan. Melalui tumbuhan, tubuh manusia dan hewan mendapat semua elemen yang diperlukan bagi eksistensi biologisnya. Selanjutnya, Allah menciptakan beragam rasa pada hasil tumbuhan yang dimakan itu” (Tim Penyusun Tafsir Ilmi, 2011). Selain itu, manusia yang diberikan kemampuan berpikirnya dapat menjadikan tumbuhan menjadi sesuatu yang lain. Seperti sebagai sumber pangan, bahan bakar, bahan bangunan, bahan baku industri obat, dan penelitian (Hikmah, 2018). Pada penelitian ini buah dimanfaatkan sebagai katalis asam alami yang tidak berbahaya bagi lingkungan. Metode *green synthesis* dengan menggunakan katalis asam alami dianggap metode paling baik untuk mencegah kerusakan alam yang akan disebabkan oleh limbah-limbah hasil penelitian. Asam dari buah jeruk nipis dapat berperan sebagai katalis asam alami yang tidak berbahaya bagi lingkungan untuk menggantikan keberadaan katalis asam atau basa yang berbahaya dan beracun bagi lingkungan seperti HCl, H₂SO₄ dan lainnya. Sehingga dapat disimpulkan bahwa metode *green synthesis* sesuai dengan anjuran Allah Swt. untuk memanfaatkan ciptaannya, menjaga lingkungannya dan tidak menambah kerusakan alam yang sudah ada.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan akan pada bulan November 2019 – Juli 2020 di Laboratorium Organik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, bola hisap, mortar dan alu, neraca analitik, desikator, cawan porselen, *melting point apparatus* STUART tipe SMP11, termometer, pH universal, kertas saring, plat KLT GF₂₅₄, pipa kapiler, lampu UV 254 nm, spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000, ¹HNMR VARIAN AGILENT DD2 dan XRF *P-ANalytical Minipal 4*.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah vanilin p.a (Merck), p-Aminoasetofenon p.a (Merck), jeruk nipis lokal, lempeng besi, aseton, kloroform, NaOH 2 M, HCl 1 M, DMSO 2% dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:

1. Preparasi jus jeruk nipis sebagai katalis asam alami

2. Sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminoasetofenon (mol 1:1) dengan katalis jus jeruk nipis sebesar 0,25 mL
3. Monitoring produk sintesis menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)
4. Uji titik lebur senyawa produk sintesis
5. Uji sifat kimia senyawa produk sintesis dengan NaOH
6. Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan FTIR
7. Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan ¹HNMR
8. Uji efisiensi inhibitor dalam media asam HCL 1 M.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Katalis Asam Alami dari jus jeruk nipis

Jeruk nipis segar yang digunakan merupakan jeruk nipis lokal yang didapatkan dari pasar sayur di kota Malang. Kemudian jeruk nipis diperas untuk mendapatkan air sari jeruk nipis. Jus jeruk nipis yang dihasilkan kemudian disaring dengan kertas saring hingga mendapatkan jus jeruk nipis yang bersih dari padatan-padatan buah. Jus jeruk nipis siap digunakan sebagai katalis (Al-Hakimi, dkk., 2017). Jus jeruk nipis diukur menggunakan pH universal dan dikondisikan nilai pHnya pada rentang 3-4 dengan akuades. Jus jeruk nipis siap digunakan sebagai katalis (Pal, 2013).

3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon dengan Katalis Jus jeruk nipis Menggunakan 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 0,25 mL jus jeruk nipis sebagai katalis, lalu digerus pada suhu ruang (28-30 °C). Proses penggerusan

dilakukan selama 50 menit hingga terbentuk padatan yang berwarna kuning kecokelatan. 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 (Chavan, dkk., 2010).

3.4.3 Monitoring Hasil Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) (Maila, 2016)

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 5x10 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 1 kali menggunakan pipa kapiler. Kemudian reaktan juga ditotolkan bersebelahan pada plat KLT menggunakan pipa kapiler sebanyak 1 totolan. Kemudian plat KLT dimasukkan ke dalam bejana pengembang yang berisikan eluen yang telah disediakan. Senyawa dielusi hingga eluen mencapai batas atas. Selanjutnya, plat KLT diangkat dan dikeringkan. Plat disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 254 nm. Spot yang terbentuk ditandai dan ditentukan nilai Rf masing-masing. Jika pada senyawa hasil sintesis terdapat spot yang identik dengan spot reaktan, maka dilakukan pencucian kembali dengan akuades.

3.4.4 Uji Titik Lebur Senyawa Hasil Sintesis

Titik lebur senyawa hasil sintesis ditentukan dengan menggunakan *melting point apparatus*. Padatan dimasukkan dalam pipa kapiler lalu dimasukkan dalam blok kecil di atas blok termometer pada alat. Penentuan titik lebur dibuat dengan

sistem *range* dimana titik bawah terukur sejak sampel pertama kali melebur dan titik atas terukur ketika sampel melebur sempurna. Perlakuan diulangi sebanyak tiga kali pada masing-masing produk.

3.4.5 Uji Sifat Kimia Senyawa Hasil Sintesis dengan NaOH

Kelarutan senyawa hasil sintesis diujikan dalam pelarut air, NaOH 2 M dan kloroform. Sebanyak 0,002 gram senyawa hasil sintesis dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda, kemudian ditambahkan 5 mL akuades pada tabung 1, 5 mL NaOH pada tabung 2, dan 5 mL kloroform pada tabung 3. Campuran dikocok dengan jarak pengocokan sepanjang 10 cm dan diamati kelarutannya.

3.4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Gugus fungsi ketiga senyawa hasil sintesis diidentifikasi dengan spektrofotometer FT-IR VARIAN tipe FT 1000. Senyawa produk dicampur dengan KBr lalu digerus dalam mortar agate. Selanjutnya campuran dipress dan dibentuk pelet, lalu pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$.

3.4.7 Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan ^1H NMR

Karakterisasi lain yang untuk mengidentifikasi senyawa hasil sintesis adalah dengan menggunakan ^1H NMR. Senyawa basa Schiff hasil sintesis sebelumnya dilarutkan dalam DMSO- d_6 . ^1H NMR yang digunakan merupakan VARIAN AGILENT DD2 yang berada di laboratorium Kimia Institut Teknologi Bandung (ITB). Spectra ^1H NMR akan dicatat dalam spectrometer JNM-ECZ500R pada frekuensi 500 MHz. dan pergeseran kimianya akan dicatat dalam bentuk ppm.

3.4.8 Uji Efisiensi Inhibitor

3.4.8.1 Pembuatan Spesimen Uji

Pembuatan spesimen uji dilakukan sebelum perendaman dalam larutan pengkorosi. Logam besi dipotong berbentuk lempengan dengan ukuran 5cm x 2cm x 0,05cm. Setelah lempeng besi terbentuk selanjutnya dirapikan permukaan sampingnya dengan cara diampelas sampai halus. Lempeng besi yang sudah sesuai ukuran dicuci dengan aseton dan dikeringkan pada suhu ruang (Chitra, dkk., 2010). Kemudian, lempeng besi dilakukan uji XRF terlebih dahulu untuk mengetahui kandungan unsur-unsur di dalam lempeng besi. Lempeng besi diletakkan dalam sample holder menggunakan radiasi foton 20 kV, arus 128 μ A selama 60 detik dan dianalisa menggunakan XRF.

3.4.8.2 Pembuatan Larutan Inhibitor

Larutan inhibitor korosi basa Schiff 10.000 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,25 g basa Schiff hasil sintesis di dalam 0,5 mL DMSO 2%, kemudian ditandabatkan dengan larutan HCl 1 M menggunakan labu takar 25 mL. Larutan inhibitor dengan konsentrasi yang diinginkan dibuat dengan cara mengencerkan larutan induk 10.000 ppm menggunakan larutan HCl 1 M. Variasi larutan inhibitor yang digunakan yaitu 2000 ppm, 3000 ppm, 4000 ppm, dan 5000 ppm (Ginting, dkk., 2017; Safak, dkk., 2012)

3.4.8.3 Pengujian Efisiensi Inhibitor

Empat lempeng besi direndam dalam larutan inhibitor 2000; 3000; 4000 dan 5000 ppm sebanyak 5 mL dalam tabung reaksi. Lempeng besi yang telah disiapkan sebelumnya kemudian ditimbang beratnya untuk mengetahui berat awal dari lempeng besi. Setelah itu lempeng besi direndam dalam larutan inhibitor selama 48

jam. Lempeng besi diangkat dari media pengkorosi dan dicuci sampai bersih, kemudian lempeng besi dikeringkan dan ditimbang berat akhirnya. Sebagai pembanding (kontrol) digunakan larutan HCl 1 M tanpa penambahan inhibitor dan dilakukan pengujian dengan prosedur yang sama. Dihitung efisiensi inhibitor korosinya (Chitra, dkk., 2010).



BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

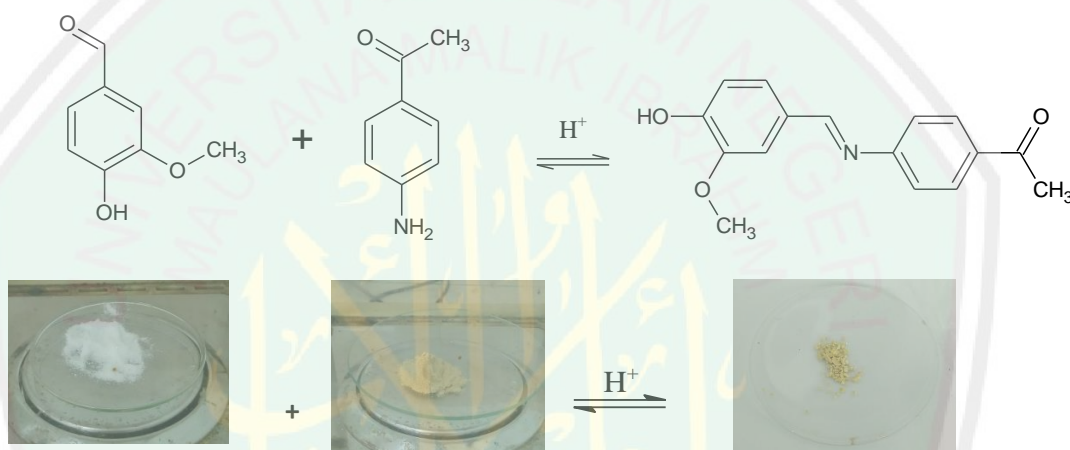
4.1. Sintesis Senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon dengan Katalis Jus jeruk nipis Menggunakan Metode Penggerusan

Senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon disintesis menggunakan metode penggerusan dengan mereaksikan vanillin yang memiliki gugus -C=O yang bertindak sebagai elektrofil dan *p*-aminoasetofenon yang memiliki gugus -NH_2 yang bertindak sebagai nukleofil. Sintesis ini menggunakan metode penggerusan dengan penambahan katalis asam alami berupa jus jeruk nipis. Jeruk nipis mengandung sejumlah asam organik, dan yang paling dominan adalah asam sitrat (Shrestha, dkk., 2012). Asam inilah yang dapat dijadikan sebagai katalis asam alami dari jeruk nipis. Katalis berfungsi untuk menurunkan energi aktivasi dalam suatu reaksi, energi aktivasi yang rendah akan membuat proses reaksi berjalan lebih cepat dibandingkan dengan tanpa katalis. Sebelum digunakan sebagai katalis, dilakukan pengondisian pH pada jus jeruk nipis pada rentang 3-4 karena pH yang terlalu asam akan menurunkan kebasaaan amina primer sehingga akan mempengaruhi kemampuan amina primer sebagai nukleofil (Pal, 2013).

Metode yang digunakan dalam sintesis senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon adalah penggerusan. Penggerusan yang dilakukan akan menginisiasi terjadinya proses tumbukan antar partikel sehingga transfer energi akan terjadi dan produk akan terbentuk (Tanaka dan Shiraishi, 2000). Selain itu, Sana dkk. (2012) juga menyebutkan proses pembentukan produk

terjadi lebih cepat karena adanya panas yang disebabkan oleh gesekan yang terjadi pada saat proses penggerusan.

Produk sintesis yang telah terbentuk kemudian dicuci menggunakan aquades dingin, pencucian bertujuan untuk menghilangkan katalis yang masih tersisa. Persamaan reaksi pembentukan senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon ditunjukkan pada gambar 4.1



Gambar. 4.1 Reaksi pembentukan 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon beserta gambar reaktan dan produk

Tabel 4.1 Hasil pengamatan fisik senyawa produk

Pengamatan	R1	R2	P
Wujud	Padatan	Padatan	Padatan
Warna	Putih	coklat	kuning
Massa (gram)	1,1411	1,0138	1,9459
% Hasil	-	-	94,45%
Titik Lebur	80 °C	106 °C	160-162 °C

Keterangan : R1 : Vanilin

R2 : P-Aminoasetofenon

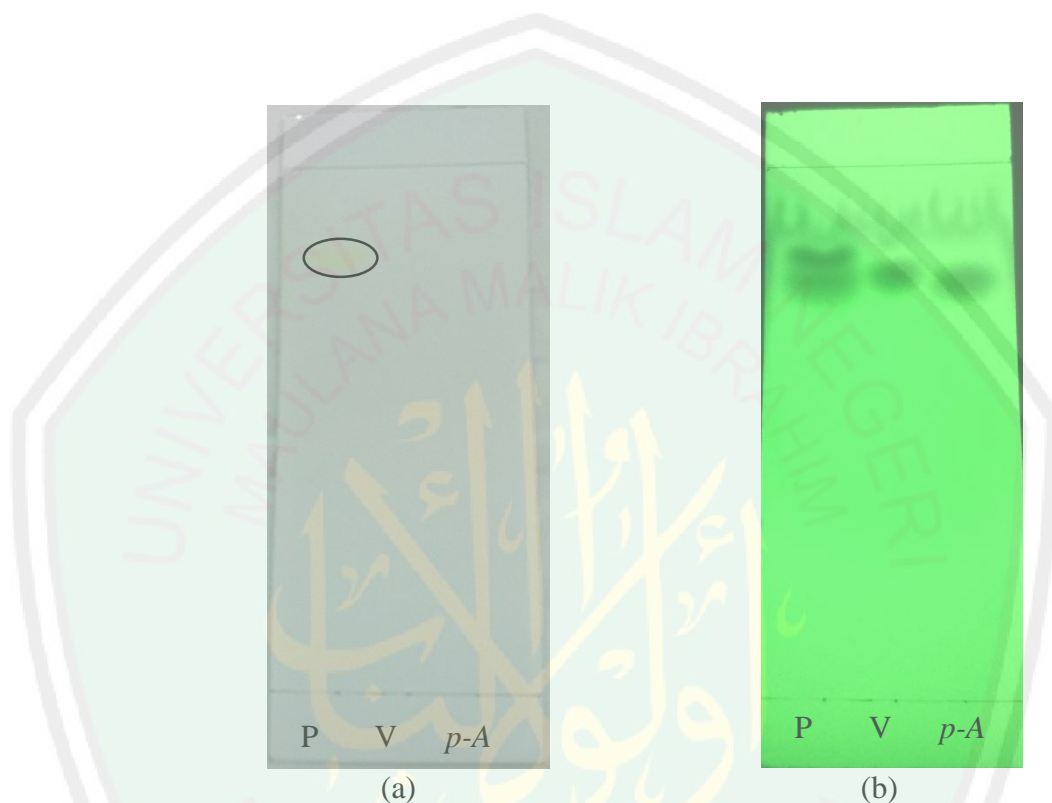
P : 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon

Berdasarkan hasil pengamatan fisik produk pada tabel 4.1, produk sintesis 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon memiliki karakter berbentuk padatan berwarna kuning seperti pada gambar 4.1. Hal ini sesuai dengan Ghofur (2019) yang menyatakan bahwa produk sintesis 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon berwarna kuning cerah. Kemudian diperkuat dengan adanya uji titik leleh menggunakan *Melting Point Apparatus (MPA)* yang menghasilkan titik leleh produk pada rentang 160-162 °C. Titik leleh tersebut berbeda dengan titik leleh dari reaktan, yakni 80 °C untuk vanillin dan 106 °C untuk *p*-aminoasetofenon. Perbedaan titik leleh tersebut disebabkan karena adanya senyawa baru yang dihasilkan dari reaksi dari vanillin dan *p*-aminoasetofenon. Pada penelitian Ghofur (2019) didapatkan rentang titik leleh produk sintesis 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon sebesar 161-164 °C, rentang ini mendekati pada titik leleh produk sintesis yang didapat. Sehingga dapat diasumsikan bahwa produk 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon telah terbentuk.

4.2 Monitoring Hasil Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Monitoring hasil sintesis menggunakan kromatografi lapis tipis bertujuan untuk mengetahui terbentuknya produk yang telah didapat dilihat dari spot atau noda yang muncul dan memiliki *R_f* atau jarak yang berbeda dari reaktan. Monitoring ini menggunakan fasa diam berupa plat KLT GF₂₅₄ yang memiliki sifat polar dan fasa gerak berupa kloroform : metanol dengan perbandingan 9:1 yang memiliki sifat semi-polar cenderung ke nonpolar. Kepolaran eluen harus didasarkan pada kepolaran produk sehingga pada saat elusi produk akan memunculkan noda

yang jelas dan tidak berekor. Masing-masing sampel yang berupa reaktan dan produk akan dipreparasi dengan melarutkannya pada kloroform dengan konsentrasi 10.000 ppm. Kemudian ditotolkan pada plat dengan 1 totolan. Hasil monitoring KLT tersaji pada gambar 4.3.



Gambar 4.2 (a) Hasil Monitoring KLT tanpa Penyinaran Lampu UV 254 nm
(b) Hasil Monitoring KLT dengan Penyinaran Lampu UV 254 nm

Hasil monitoring KLT pada gambar 4.2 menunjukkan adanya 3 noda pada produk dan satu noda pada masing-masing reaktan. Noda 1 yang ada pada produk merupakan noda dengan R_f baru yang dapat diasumsikan noda dari 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon yang terbentuk. Kemudian dua noda yang lain merupakan noda dari reaktan yang belum bereaksi sempurna. Dua noda tersebut memiliki selisih R_f yang sangat rendah yakni 0,02. Sehingga noda yang dihasilkan tumpang tindih antar reaktan satu dengan yang lain. Selain

dari R_f dapat dilihat pula karakteristik warna pada produk. Noda yang muncul pada hasil monitoring KLT tanpa penyinaran lampu UV 254 nm menunjukkan warna kuning pada noda 1 produk. Warna tersebut merupakan karakter fisik dari 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon. Hasil perhitungan nilai R_f dari monitoring produk sintesis dengan KLT disajikan pada table 4.2

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

Sampel	R_f		
	Noda 1	Noda 2	Noda 3
Vanilin	-	0,80	-
<i>p</i> -Aminoasetofenon	-	-	0,78
Produk	0,84	0,80	0,79

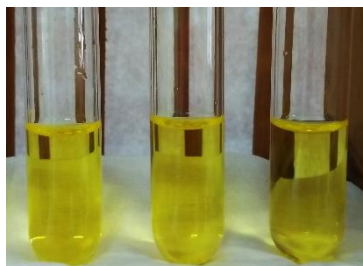
4.3 Uji Sifat Kimia dengan Larutan NaOH

Senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon merupakan senyawa fenolat yang akan bereaksi dengan NaOH membentuk Na-fenolat. Senyawa fenolat memiliki gugus -OH yang akan melepaskan H^+ dan NaOH yang akan melepaskan OH^- sehingga terbentuklah Na-fenolat yang larut dalam air (Chang, 2005). Hasil uji kelarutan senyawa hasil sintesis tersaji pada gambar 4.4



(a)

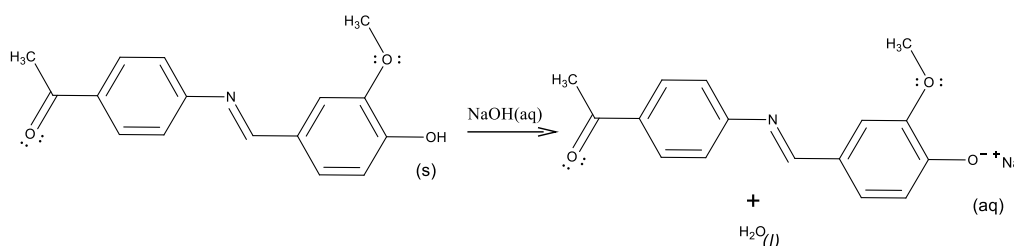
(b)



(c)

Gambar 4.3 hasil uji kelarutan produk sintesis menggunakan (a) aquades (b) kloroform (c) NaOH

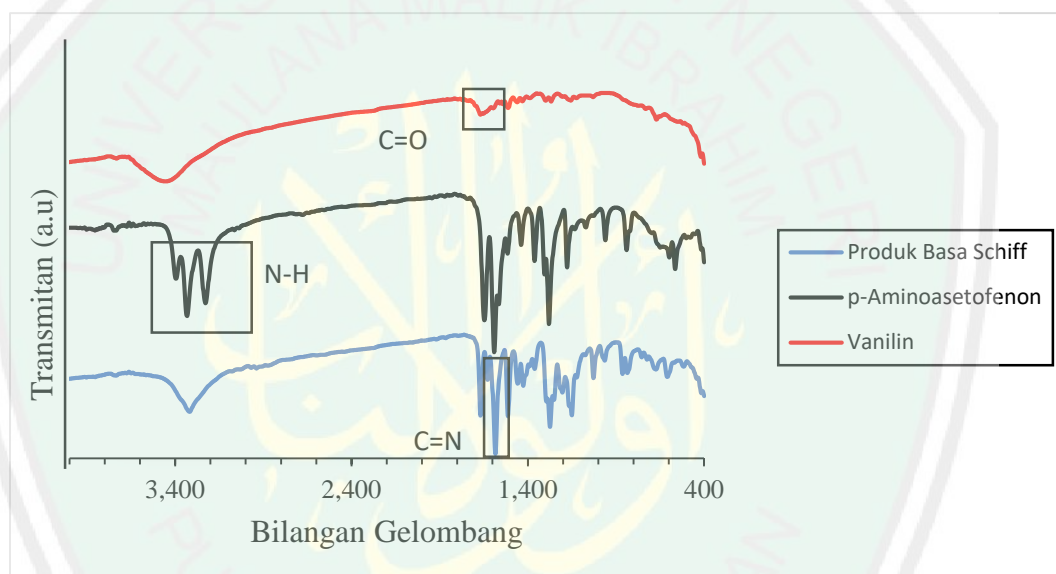
Pada saat senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon dilarutkan pada aquades seperti gambar 4.3 (a) menunjukkan bahwa senyawa tersebut tidak larut pada aquades. Hal ini terlihat dari endapan yang terdapat pada dasar tabung reaksi. Selanjutnya senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon dilarutkan pada kloroform seperti gambar 4.3 (b), dari gambar tersebut terlihat bahwa senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon larut sempurna pada kloroform berwarna bening kekuningan. Gambar 4.3 (c) menunjukkan senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon yang larut sempurna pada NaOH dan memberikan warna kuning cerah. Warna tersebut terbentuk karena adanya reaksi antara senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon dengan NaOH.



Gambar 4.4 Reaksi asam basa Bronsted- Lowry

4.4 Karakterisasi produk sintesis menggunakan spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer FTIR (*Fourrier Transform Infrared*) digunakan untuk mengidentifikasi adanya gugus-gugus fungsi yang terkandung dalam suatu senyawa. Gugus fungsi tersebut dapat diketahui dari bilangan gelombang yang dihasilkan dari masing-masing gugus yang bervibrasi pada saat dikenai sinar inframerah. Karakter khas dari senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon adalah terbentuknya gugus fungsi $-C=N-$ dan tidak ditemukannya puncak khas reaktan pada spektra.



Gambar 4.5 Hasil spectra FTIR produk sintesis dan reaktan

Berdasarkan Gambar 4.5, hasil karakterisasi produk sintesis menggunakan FTIR didapatkan serapan khas pada bilangan gelombang 1583 cm^{-1} yang merupakan serapan dari gugus fungsi $-C=N-$. Hal ini mengindikasikan bahwa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon terbentuk. Hasil ini sesuai dengan penelitian Ghofur (2019) yang mensintesis 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon dengan katalis belimbing wuluh $0,5\text{ mL}$

yang juga menunjukkan adanya serapan khas gugus imin pada 1583 cm^{-1} . Selain itu, hilangnya serapan khas -NH_2 dan serapan khas -C=O pada daerah bilangan gelombang $3200\text{-}3400\text{ cm}^{-1}$ dan 1700 cm^{-1} mengindikasikan bahwa reaktan sudah bereaksi dan membentuk senyawa baru. Serapan gugus fungsi lain produk hasil sintesis tersaji pada tabel 4.3

Table 4.3 Gugus fungsi dan bilangan gelombang produk hasil sintesis

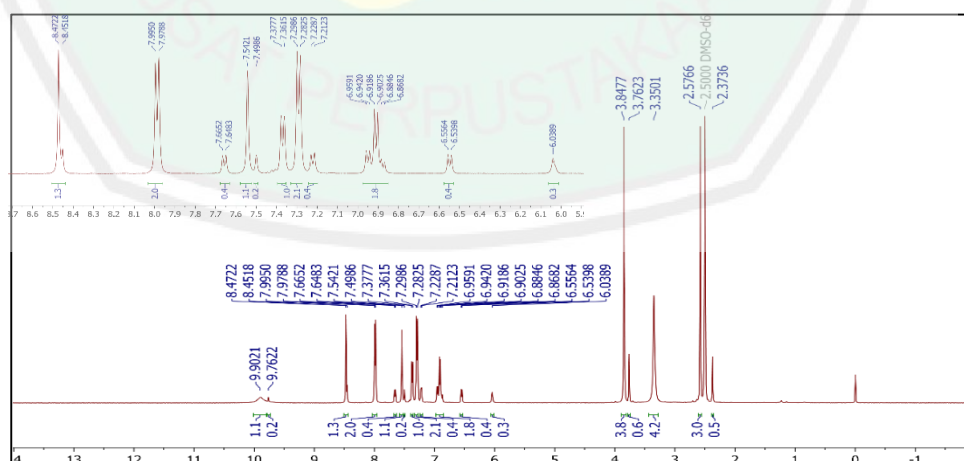
Gugus Fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})
-O-H stretch	3319
$\text{-C}_{\text{sp}2}\text{-H stretch}$	3062
$\text{-C}_{\text{sp}3}\text{-H stretch}$	2924
Overton aromatic	2000-1700
-C=O stretch	1667
-C=C stretch	1628
-C=N	1583
$\text{-CH}_3\text{ stretch}$ asimetrik	1456
$\text{-CH}_3\text{ stretch}$ simetrik	1425
C-O-C stretch asimetrik	1274
-C-O fenol	1203
C-O-C stretch simetrik	1150
$\text{C}_{\text{sp}2}\text{-H bending}$	672

Table 4.3 menunjukkan gugus-gugus yang terdeteksi pada spektrofotometer FTIR mulai daerah $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$. Pada bilangan gelombang 3319 cm^{-1} terdapat serapan khas -OH stretching dengan ciri serapan melebar dan tajam. Kemudian pada 3062 cm^{-1} dan 2924 cm^{-1} berturut-turut menunjukkan adanya $\text{stretching -C}_{\text{sp}2}\text{-H}$ dan $\text{-C}_{\text{sp}3}\text{-H}$ dengan intensitas yang sangat rendah. Overtone aromatic ditunjukkan oleh bilangan gelombang $2000\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$ didukung pula dengan adanya stretching C=C pada 1628 cm^{-1} . $\text{-CH}_3\text{ stretch}$ simetrik dan asimetrik

ditemukan berturut-turut pada 1456 cm^{-1} dan 1425 cm^{-1} . Pada 1274 cm^{-1} dan 1150 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus berturut-turut C-O-C *stretch* asimetrik dan C-O-C *stretch* simetrik gugus tersebut mengindikasikan adanya gugus metoksi pada struktur basa Schiff hasil sintesis. Selain itu, adanya serapan tajam pada daerah 1667 cm^{-1} menandakan adanya gugus C=O yang terdeteksi sehingga dapat disimpulkan bahwa basa Schiff yang terbentuk termasuk ke dalam golongan keton.

4.5 Karakterisasi produk sintesis menggunakan spektroskopi $^1\text{H-NMR}$

Karakterisasi produk sintesis menggunakan spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ bertujuan untuk menentukan struktur produk sintesis yang terbentuk melalui banyaknya lingkungan proton atau jumlah proton, pergesean kimia proton, serta bentuk signal dari proton yang terdeteksi. Hasil spektra Senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon dalam DMSO- d_6 dapat dilihat pada gambar 4.6



Gambar 4.6 spektra $^1\text{H-NMR}$ senyawa basa Schiff

Table 4.4 Jenis proton dan pergeseran kimia senyawa produk sintesis

No	δH (ppm)	ΣH	Splitting	Jenis proton
1.	2,3736	0,5H	S	-CH ₃ (R2)
2.	2,5000		S	DMSO-d ₆
3.	2,5691	3H	S	-COCH ₃ (P)
4.	3,3501	4H	S	-dCH ₂
5.	3,7623	0,6H	S	R-O-CH ₃ (R1)
6.	3,8475	3H	S	-OCH ₃ (P)
7.	6,0389	0,3H	S	-NH ₂ (R2)
8.	6,5398	0,4H	D	=CH Aromatis R2)
	6,5564			
9.	6,9070	1H	D	=CH Aromatis (P)
	6,9232			
10.	7,2123	0,4H	D	=CH Aromatis (R1)
	7,2287			
11.	7,2745	2H	D	=CH Aromatis (P)
	7,2905			
12.	7,3625	1H	D	=CH Aromatis (P)
	7,3787			
13.	7,4986	0,2H	S	=CH Aromatis (R1)
14.	7,5434	1H	S	=CH Aromatis (P)
15.	7,6483	0,4H	D	=CH Aromatis R2)
	7,6652			
16.	7,9717	2H	D	=CH Aromatis (P)
	7,9878			
17.	8,4631	1H	S	-HC=N (P)
18.	9,7622	1H	S	-COH (R1)
19.	9,8714	1H	S	-OH (P)

Keterangan : s = *singlet*

d = *doublet*

R1 = Vanilin

R2 = *p*-Aminoasetofenon

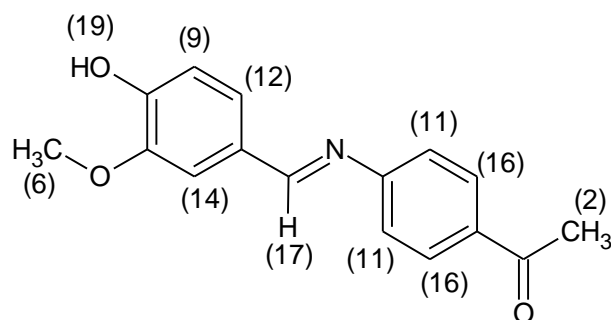
P = 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon

Pada tabel 4.4, menjelaskan banyaknya atom H yang terkandung dalam suatu senyawa. Senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon dilarutkan dalam pelarut DMSO-d₆, pelarut ini mengeluarkan signal pada daerah 2,5000 ppm. Hal ini sesuai dengan penelitian Dachriyanus (2004) yang

menyebutkan bahwa pelarut DMSO-d₆ akan memiliki puncak singlet dengan luas area 6H karena memiliki 6H yang ekuivalen. Ciri khas terbentuknya senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon adalah terbentuknya gugus imin yang memiliki pergeseran kimia (δ) 8,4631 ppm, pergeseran ini sesuai dengan (Aranha, dkk., 2006).

1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon disintesis menggunakan 2 senyawa aromatik yang direaksikan, sehingga senyawa produk yang terbentuk memiliki beberapa ciri khas proton senyawa aromatik yang berada pada rentang pergeseran kimia (δ) 6,9070- 7,9878 ppm. Hal ini memiliki kesamaan pada penelitian Young (1996) yang menyatakan bahwa senyawa aromatik akan mengeluarkan signal pada daerah 6,5 – 8,0 ppm. Sehingga dapat disimpulkan bahwa *range* produk pada pergeseran kimia tersebut merupakan *range* pergeseran kimia dari senyawa aromatis.

Pada tabel 4.6, selain signal senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon juga ditemukan signal dari reaktan. Pada daerah (δ) 6,0389 ditemukan signal khas dari *p*-Aminoasetofenon -NH₂. Kemudian pada daerah (δ) 9,7622 ditemukan -COH milik vanillin. Selain itu pada rentang aromatic juga ditemukan =CH vanillin maupun *p*-Aminoasetofenon. Hal ini dapat terjadi karena adanya sisa reaktan yang tidak bereaksi sempurna. Sehingga produk sintesis yang didapat tidak murni. Data tersebut juga didukung hasil monitoring KLT yang memunculkan noda lebih dari 1 pada produk.



Gambar 4.7 Dugaan struktur senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil)-etanon.

4.6 Uji Efisiensi Inhibitor

Uji efisiensi inhibitor korosi pada produk sintesis dilakukan dengan *weight lost method*. Yaitu dengan cara merendam lempeng besi pada media asam HCl 1 M selama 48 jam. Lempeng besi yang digunakan adalah *cutter joyko L-150* dengan komposisi yang tersaji pada tabel 4.5

Tabel 4.5 Hasil pengujian XRF pada *cutter joyko L-150*

Unsur	P	Ca	Cr	Mn	Fe	Rb	La
Kadar (%)	0,2	0,14	0,3	0,53	97,86	0,64	0,06

Agen pengkorosi yang digunakan adalah HCl 1 M. Sebelum basa Schiff ditandabatkan menggunakan HCl 1 M, basa Schiff dilarutkan terlebih dahulu dengan DMSO. DMSO digunakan untuk melarutkan basa Schiff terlebih dahulu sebelum nantinya ditandabatkan dengan HCl. Hal ini dikarenakan basa Schiff tidak larut pada larutan HCl 1 M karena memiliki perbedaan kepolaran. Sehingga, ketika basa Schiff dilarutkan langsung pada HCl 1M akan terbentuk endapan yang

tidak larut akibat perbedaan kepolaran. Hasil pengujian inhibitor korosi pada senyawa basa Schiff ditampilkan pada table 4.6

Tabel 4.6 nilai efisiensi inhibitor senyawa basa Schiff dan reaktan

Sampel	<i>EI</i> rata-rata (%)
Vanillin 2000 ppm	-80,31
Vanillin 3000 ppm	1,99
Vanillin 4000 ppm	23,54
Vanillin 5000 ppm	33,38
<i>p</i> -Aminoasetofenon 2000 ppm	-14,69
<i>p</i> -Aminoasetofenon 3000 ppm	-12,98
<i>p</i> -Aminoasetofenon 4000 ppm	7,98
<i>p</i> -Aminoasetofenon 5000 ppm	36,09
Basa Schiff 2000 ppm	23,11
Basa Schiff 3000 ppm	51,17
Basa Schiff 4000 ppm	52,50
Basa Schiff 5000 ppm	86,16

Pada tabel 4.6 vanilin memiliki %*EI* yang paling rendah yakni berkisar (-80,31) – 33,38%. Kemudian nilai efisiensi inhibitor pada *p*-Aminoasetofenon menunjukkan rentang yang tidak jauh berbeda yakni (-14,69) – 36,09%. Aktivitas inhibisi dari vanillin dan *p*-Aminoasetofenon memiliki persen inhibisi yang cukup rendah. Sedangkan pada senyawa basa Schiff memiliki aktivitas inhibitor paling tinggi dengan rentang 23,11-86,16%. Aktivitas inhibisi basa Schiff dipengaruhi oleh PEB yang ada pada atom N dan atom O yang terkandung dalam senyawa basa

Schiff. Selain itu, basa Schiff memiliki sistem konjugasi yang panjang yang membuat senyawa basa Schiff memiliki ikatan (π) lebih banyak daripada reaktan. Pada saat proses korosi lempeng besi akan bermuatan positif menjadi Fe^{2+} , kemudian ion besi akan berinteraksi dengan PEB dan ikatan (π) yang ada pada senyawa basa Schiff membentuk ion-dipol yang akan menyelimuti logam besi. Sehingga laju korosi akan terhambat dengan adanya interaksi yang terjadi (Chitra, dkk., 2010).

4.7 Integrasi sains dan islam dalam sintesis senyawa basa Schiff 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon

Sintesis senyawa basa Schiff Sampel 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon menggunakan metode penggerusan dengan penambahan katalis asam alami jus jeruk nipis. Metode penggerusan digunakan untuk mengurangi produksi limbah yang beracun dan berbahaya bagi lingkungan. Sehingga perlu adanya pengurangan produksi limbah yang ada. Dalam surat Ar-Rum ayat 41-42 yang berbunyi :

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ (٤١) قُلْ سِيرُوا فِي الْأَرْضِ فَانظُرُوا كَيْفَ كَانَ عَاقِبَةُ الَّذِينَ مِنْ قَبْلُ ۚ كَانَتْ أَكْثَرُهُمْ
مُشْرِكِينَ (٤٢)

“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar). Katakanlah: “Adakanlah perjalanan di muka bumi dan perhatikanlah bagaimana kesudahan orang-orang yang terdahulu. kebanyakan dari mereka itu adalah orang-orang yang mempersekutukan (Allah).” (QS. Ar Rum 41-42)

Dalam ayat tersebut dijelaskan larangan untuk merusak lingkungan. Maksud dari “*Telah nampak kerusakan di darat dan di laut....*” Adalah mulai berkurangnya populasi tumbuh-tumbuhan dan binatang yang disebabkan oleh manusia yang tidak bertanggung jawab (Abdullah, 2007). Beberapa ulama mengaitkan kata *fasad* dengan kata *barri* dan *bahri* dan memaknainya sebagai kerusakan lingkungan yang ditampakkan secara langsung. Kerusakan lingkungan yang dimaksud juga merujuk pada hilangnya keseimbangan yang mengakibatkan bencana (Shihab, 2003).

Limbah hasil produksi juga merupakan salah satu permasalahan yang dapat merusak lingkungan yang juga berdampak pada tumbuh-tumbuhan dan binatang yang ada pada lingkungan tersebut. Sintesis menggunakan metode konvensional akan menyebabkan produksi limbah yang beracun dan berbahaya bagi lingkungan seperti limbah pelarut organik yang dapat merusak lingkungan. Sehingga, sintesis menggunakan metode penggerusan merupakan solusi untuk menanggulangi produksi limbah yang beracun dan berbahaya. Metode penggerusan merupakan salah satu dari rumusan *green synthesis* yang mana adalah hasil dari buah pikir manusia. Hal ini berkaitan dengan manusia sebagai ulul albab seperti pada surat al-imran ayat 190 yang berbunyi :

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاجْتِذَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِأُولِي الْأَبْصَارِ

“*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal*” (Q.S. Ali-Imran : 190)

Dalam ayat tersebut dijelaskan Semua yang ada dan terjadi di muka bumi ini tidak berjalan dengan sendirinya, melainkan dengan kehendak Allah SWT

seperti manfaat serta perubahan yang terkandung dalam ciptaanNya. Melalui berfikir, merenungkan dan menganalisis ciptaan-ciptaan Allah SWT maka akan tumbuh rasa tawakal dan berserah diri terhadap kekuasaan dan kebesaran Allah SWT. Perumusan metode green sintesis dimulai dari adanya para ilmuwan yang mulai menyadari dampak penelitian yang mereka lakukan bagi lingkungan maupun peneliti yang melakukan. Sehingga dirumuskanlah metode ini yang dapat menanggulangi pencemaran lingkungan maupun bahaya bagi penelitiannya. Perumusan ini merupakan buah pikir manusia sebagai ulul albab seperti yang disebutkan pada ayat diatas dimana manusia merenungkan hikmah yang terkandung dalam ciptaan Allah Swt. Gelar Ulul Albab diberikan oleh Allah Swt kepada orang yang berfikir melalui aspek mata akal (fikir dan nadzar), observasi (pengamatan), mata hati (dzikir) dan intropeksi (muhasabah, pengayatan dan perenungan) (Al-Maraghi, 1993).

Senyawa basa Schiff memiliki beberapa aktivitas, uji yang dilakukan pada senyawa ini bertujuan untuk mengetahui manfaatnya untuk kemaslahatan manusia. Allah SWT menciptakan manusia sebagai makhluk yang sempurna yang mempunyai akal. Melalui akal, manusia dapat memperhatikan, menganalisa sesuatu yang menghasilkan pengetahuan dan hikmah, serta mengamalkan apa yang telah diketahui. Berkaitan dengan hal tersebut, Allah SWT berfirman dalam surat al-Hasyr ayat 18:

يَا أَيُّهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا اتَّقُوا اللَّهَ وَلْتَنْظُرْ نَفْسٌ مَّا قَدَّمَتْ لِغَدٍ ؕ وَاتَّقُوا اللَّهَ ۚ إِنَّ اللَّهَ خَبِيرٌ بِمَا

تَعْمَلُونَ

“Hai orang-orang yang beriman, bertakwalah kepada Allah dan hendaklah setiap diri memperhatikan apa yang telah dikedepankannya untuk hari esok (akhirat), dan bertakwalah kepada Allah, sesungguhnya Allah maha mengetahui apa yang kamu kerjakan” (Q.S. Al-Hasyr : 18)

Kata قدمت (dikedepankannya) menurut Shihab (2003) memiliki arti amal perbuatan. Amal yang dilakukan untuk meraih manfaat di masa depan seperti mengkaji dan mengeksplorasi ilmu pengetahuan sehingga dapat berguna dalam waktu panjang, seperti penelitian tentang sintesis senyawa basa Schiff. Penggunaan kata نفس (diri) yang berbentuk tunggal menyiratkan bahwa tidak cukup penilaian dari sebagian atas yang lain, tetapi masing-masing orang harus melakukannya sendiri-sendiri atas dirinya. Oleh karena itu, islam menganjurkan umatnya untuk mengamalkan hal baik yang diketahuinya. Penelitian mengenai sintesis senyawa basa Schiff ini merupakan bentuk amal sholeh, sebab senyawa basa Schiff memiliki banyak manfaat. Manfaat yang ada dalam basa schiff merupakan bukti langsung bahwa Allah Swt. tidak menciptakan apapun yang ada dimuka bumi ini dengan kesia-siaan, sebagaimana firman Allah SWT dalam QS. Shad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۗ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۗ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا
مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir; maka celakalah orang-orang kafir itu, karena mereka akan masuk neraka”. (Q.S. Shad : 27)

Menurut tafsir Al-Muyassar (Kemenag Saudi Arabia, 2007) ayat diatas menjelaskan bahwa Allah SWT tidak menciptakan langit dan bumi dengan sia-sia, melainkan selalu ada hikmah dibalik penciptaan-Nya. Sedangkan menurut tafsir Tafheem (Al Maududi, 1984), firman Allah SWT tersebut juga menjelaskan bahwa

Allah tidak hanya menciptakan segala sesuatu di alam semesta tapi juga menentukan bentuk, ukuran, kemampuan, sifat, masa kehidupan, dan segala sesuatu berkaitan dengannya. Kemudian Dia menciptakannya dengan tujuan yang baik untuk lingkungannya. QS. Shad ayat 27 di atas juga menjelaskan bahwa Allah menciptakan makhluk hidup memuat rahasia-rahasia serta kemaslahatan yang banyak (Al-Maraghi, 1993). Salah satu contoh pemanfaatannya yaitu senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon yang dapat digunakan sebagai antikorosi (Jamil dkk., 2018).



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Sintesis senyawa basa Schiff 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon menghasilkan produk dengan ciri-ciri fisik padatan kuning, sedikit larut dalam air, dan memiliki titik leleh 160-162 °C. Massa produk sintesis yang dihasilkan adalah 1,9459 gram dan kadar 96,45%.
2. Karakterisasi dengan spektrofotometer FTIR menghasilkan spektra gugus khas imina (C=N) pada bilangan gelombang 1583,909 cm^{-1} . Karakterisasi menggunakan $^1\text{H-NMR}$ menghasilkan 9 signal dari senyawa 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon. Kemudian didukung pula dengan adanya pergeseran kimia pada gugus imin pada 8,4722 ppm.
3. Efisiensi inhibisi senyawa basa Schiff 1-{4-[(4-hidroksi-3-metoksi-benzilidena)-amino]-fenil}-etanon dalam larutan asam klorida sebesar 23,11-86,16%.

5.2 Saran

1. Sintesis dilakukan dengan *mortar agate* untuk memaksimalkan rendemen yang didapat dan proses pengambilan produk lebih mudah. Kemudian, Perlu dilakukan pemurnian senyawa hasil sintesis dengan metode tertentu agar produk yang dihasilkan lebih murni.
2. Perlu dilakukan uji KG-SM dan $^{13}\text{C-NMR}$ untuk senyawa basa Schiff yang telah disintesis.

3. Perlu dilakukan uji inhibitor menggunakan metode elektrokimia dan penggunaan senyawa basa Schiff lain.



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.rh
- Abdullah, M. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 5*. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i
- Abirami, M., dan Nadaraj, V. 2014. Synthesis of Schiff Base Under Solvent-free Condition: As a Green Approach. *International Journal of ChemTech Research*. Vol. 6, No. 4, pp 2534-2538.
- 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.
- Al-Hakimi, N.S., Hanapi, A., dan Fasya, A.G. 2017. *Green Synthesis* Senyawa Imina dari Vanillin dan Anililna dengan Katalis Alami Air Jeruk Nipis (*Citrus surantifolia*). *ALCHEMY: Journal of Chemistry*. 5(4):120-124.
- Al-Maraghi, A.M. 1993. *Terjemahan Tafsir Al-Maraghi*, Jilid III, Semarang: PT Karya Thoha Putra.
- Aranha, P.E., Mirian P.S., Romera, S., dan Dockal, E.R. 2006. Synthesis, Characterization, and Spectroscopic Studies of Tetradentate Schiff Base Chromium(III) Complexes. *Polyhedron*. 26.1373–1382
- Ashraf, M.A., Mahmoud, K., dan Wajid, A. 2011. *Synthesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases*. Singapore: IACSIT Press. Vol. 10.
- Astarini, N. P. F., Burhan R.Y.P., dan Zetra, Y. 2010, Minyak Atsiri dari Kulit Buah *Citrus grandis*, *Citrus aurantium (L.)* dan *Citrus Aurantifolia (Rutaceae)* Sebagai Senyawa Antibakteri dan Insektisida. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Awad, A. 2013. Mechanical and Surface Properties of Dental Resin Composite. *Thesis*. England University of Manchester.
- Bader, N.R. 2010. Applications of Schiff Bases Chelates in Quantitative analysis: Review. *Journal of Chemistry*, 3(4): 660-670

- Bhai, D., Giriya, C.R., dan Reddy, R. 2014. Green Synthesis of Novel Schiff Bases Derived from 2,6 Diamino Pyridine Characterization and Biological Activity, *Journal of Advances in chemistry*, 10(5): 2705-2710.
- Callister, W.D. 2001. *Fundamental of Materials Science and Engoneering, Departement of Metallurgical Engineering, fifth edition*. John Wiley & Sons inc: New York.
- Chang, R. 2005. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Chavan, S.B., Zangade, S.B., Mokle, S.S., dan Vibhute, Y.B. 2010. Synthesis of New Bis-Schiff Bases via Enviromentally 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. *International Journal Electrochemistry. Sci.*,5: 1675–1697.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: Multipedia LPTIK.
- Dev, S., dan Dhaneshwar, S.R. 2013. A Solvent-Free for The Green Synthesis of Heterocyclic Chalcones. *Journal of Der Pharmacia Lettre*. Vol. 5, No. 5, Page 219-223.
- Dewi, P.S. 2014. Sintesis 4-[(4'-Hidroksi-3'-Metoksibenzilidena)-Amino]-Benzensulfonamida dari Sulfanilamida dan Vanilin dengan Katalis Asam Sulfat Pada Ph 4-5. *Skripsi*. Jurusan Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Sanata Dharma Yogyakarta.
- Ernawati, D. 2008. Pengaruh Penggunaan Ekstrak Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia* Swingle) Terhadap Residu Nitrit Daging Curing Selama Proses Curing. *Tesis*. Fakultas Pertanian Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- Fessenden, R.J., dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik Edisi Kedua Jilid 1*. Diterjemahkan Oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga.
- Fessenden, R.J., dan Fessenden J.S. 1986. *Kimia Organik Dasar Edisi Ketiga Jilid 2*. Diterjemahkan Oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga.
- Fontana, M.G. 1986. *Corrosion Engineering*. Third Edition. Singapura: McGraw Hill Book Company.
- Ghani, A.J.A., dan Khaleel, A.M.N. 2009. Synthesis and Characterization of New Schiff Bases Derived from N (1)-Substituted Isatin with Dithioamide and Their Co(II), Ni(II), Cu(II), Pd(II), and Pt(IV) Complexes. *Bioinorganic Chemistry and Applications* (1565-3633):12.

- Ghofur, A.N. 2019. Green Synthesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Aminoasetofenon Serta Aplikasinya sebagai Inhibitor Korosi Terhadap Logam Besi dalam Media Larutan NaCl. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 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.
- Haryono, G., Sugiarto, B., Farid, H., dan Tanoto, Y. 2010. Ekstrak Bahan Alam sebagai Inhibitor Korosi. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan"*. ISSN 1693-4393.
- Hasan, F. 2014. Synthesis, Characterization and Antioxidant of Some 4-aminophenyl-4h-1,2,4-Triazole-3-hiol Derivatives. *International Journal of Applied Science and Technology*, 4(2): 202-211.
- 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.
- Hikmah, B. 2018. Manfaat Tumbuhan Bagi Manusia (Studi Sains atas Surah 'Abasa 24-32). *Skripsi*. Prodi Ilmu Alquran dan Tafsir Fakultas Ushuluddin dan Filsafat Universitas Islam Negeri Sunan Ampel Surabaya.
- Himaja, M., Poppy, D., dan Asif, K. 2011. Green Technique-Solvent Free Synthesis and it is Advantages. Review. *International Journal of Research in Ayurveda and Pharmacy*, 2 (4): 1079-1086.
- Indocor. 2017. Indonesian Corrosion Association. *Seminar Korosi*. Tangerang Selatan.
- Jain, R dan Mishra, A.P. 2012. Microwave Assisted Synthesis, Spectroscopic, Thermal and Antimicrobial Studies of Some Transition Metal Complexes of Schiff Base Ligands Containing Thiazole Moiet. *Journal of Chemistry*, 7, 9-21.

- Jamil, D. M., Ahmed, K. A., Shaimaa, B. A., Ahmed, A. A., Abdulhadi, K., Tayser, S. G., Abdul, A. H. K., dan Abu, B. M. 2018. Experimental and Theoretical Studies of Schiff Bases as Corrosion Inhibitors. *Chemistry Central Journal* (2018) 12:7.
- Kementerian Agama Saudi Arabia. 2007. *Tafsir Al-Muyassar* (Kementerian Agama Saudi Arabia). Jakarta: Qisthi Press.
- 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.
- Kumar, R., Sharma, P.K., dan Mishra, P.S. 2012. A Review on the Vanillin Derivatives Showing Various Biological Activities. *International Journal of PharmTech Research*, 4(1): 266 - 279.
- Maila, W. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanillin dan *p*-Toluidin Menggunakan Katalis Asam Jeruk Nipis (*Citrus surantifolia*). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Naqvi, A., Shahnawaaz, M., Aritkala, V.R., Seth, D.S. dan N.K. Sharma. 2009. Synthesis of Schiff Bases via Environmentally Benign and Energy Efficient Greener Methodologies. *E-Journal of Chemistry*, 6(S1),S75-S78.
- O'Neil, M.J. 2013. *The Merck Index – An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biological*. Cambridge. UK: Royal Society of Chemistry, p. 1843.
- Pal, R. 2013. Fruit Juice: A Natural, Green and Biocatalyst System in Organic Synthesis. *Open Journal of Organic Chemistry*, 1(4): 47-56.
- Patil, S., Jahdavi, S.D., dan Patil, U.P. 2012. Natural Acid Catalyzed Synthesis of Schiff Base Under Solvent-Free Condition: As a Green Approach. *Archives of Applied Science Research*. 4(2):1074-1078.
- Rahman, A.F.M.M., Ali, R., Jahng, Y., and Kadi, A.A.A. 2012. Facile Solvent Free Claisen-Schmidt Reaction: Synthesis of $\alpha\alpha'$ -bis (Substitutedbenzylidene)cycloalkanones and $\alpha\alpha'$ -bis (Substitutedalkylidene)-cycloalkanones. *Journal Molecules*. Vol. 17, Page 571-583.
- Rao, V. K., Reddy, S.S., Krishna, B.S., Naidu, K.R.M., Raju, C.N., and Ghosh, S.K. 2016. Synthesis of Schiff's Base in Aqueous Medium: A green Alternative Approach with Effective Mass Yield and High Reaction Rates. *Green Chemistry Letters and Reviews*, 3(3): 217-223.

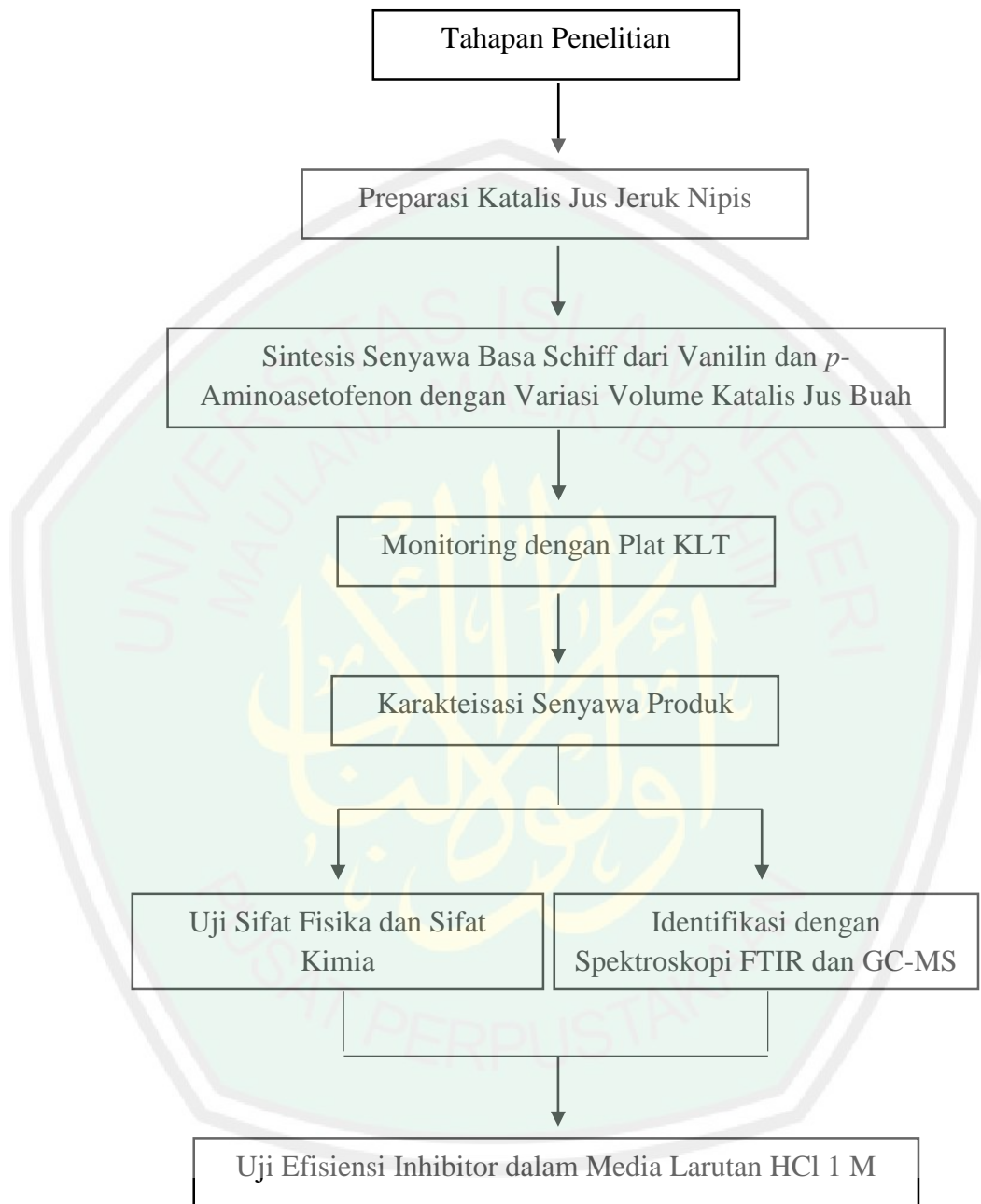
- Razak, A., Djamal, A., dan Revilla, G. 2013. Uji Daya Hambat Air Perasan Buah Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*.) Terhadap Pertumbuhan Bakteri *Staphylococcus Aureus* Secara in Vitro. *Jurnal Kesehatan Andalas*. 2013; 2(1).
- Revie, R.W. 2011. *Uhlig's Corrosion Handbook*. USA: Wiley.
- Safak, S., 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
- Sastrapradja, S.J.P, Moge, Murni, S., dan Jumiati, J.A. 1978. *Palem Indonesia*. Lembaga Biologi Nasional.
- Savalia R.V, Patel A.P, Trivedi P.T, Gobel H.R, dan Khetani D.B. 2013. Rapid and Economic of Schiff Base of Salicylaldehyde by Microwave Irradiation. *Research Journal of Chemical Sciences*. Vol. 3(10), 97-99.
- Sembiring Z., Hastiawan, I., Zainuddin, A., and Bahti, H.H. 2013. Sintesis Basa Schiff Karbazona Variasi Gugus Fungsi: Uji Kelarutan dan Analisis Struktur Spektroskopi UV-Vis. *Semirata FMIPA UNILA*, 484-487
- Shaikh, R.U., Shaikh, N.S., dan Tayade, D.T. 2013. Eco-friendly Synthesis of Schiff Bases. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science Research*, 3(3): 100-102.
- Shihab, Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Penerbit Lentera Hati
- Sholihin, H., Haq, G.T., dan Permanasari, A., 2010. Efektivitas Penggunaan Sari Buah Jeruk Nipis Terhadap Ketahanan Nasi. *Jurnal Sains dan Teknologi Kimia*. 1 (1): 44-58.
- Shrestha, R.L., Datta, D.D., Mani, D.G., dan Prasad, K.P. 2012. Variation of Physiochemical Components of Acid Lime (*Citrus Aurantifolia* Swingle) Fruits at Different Sides of the Tree in Nepal. *American Journal of Plant Sciences*; 3: 1688-92.
- Shyamala, B.N., Naidu, M., Sulochannama, dan G.S., Srinivas, P. 2007. Studies on the Antioxidant Activities of Natural Vanilla Extract and its Constituent Compounds Through in Vitro Models. *Journal Agricultural and Food Chemistry*. Vol. 55. 7738-7743

- Sidiq, M.F. 2013. Analisa Korosi dan Pengendaliannya. *Jurnal Foundry*. Vol. 3 No. 1.
- Sitorus, M. 2009. *Spektroskopi Eludasi Struktur Molekul Organik*. Yogyakarta: Graha Ilmu
- Sjostrom, E. 1998. *Kimia Kayu Dasar-dasar dan Penggunaan Edisi kedua* (Terjemahan Dr. Hardjono Sastrohamidjojo). Yogyakarta. Penerbit: Gadjah Mada University Press.
- Somidevamma, G., dan Sarma, M.S. 1967. *p*-Aminoacetophenone as A Reagent for the Colorimetric Determination of Cerium(IV). *Talanta*, Vol. 14 pp 861-863.
- Susanti, E.V.H., Matsjeh, S., Mustofa, dan Wahyuningsih, T.D. 2014. Improved Synthesis of 2',6'-dihydroxy-3,4-dimethoxychalcone by Grinding Technique to Synthesize 5-hydroxy-3',4'-dimethoxyflavone. *Journal of Chemistry*., Vol. 14, No. 2: 174 – 178.
- Svehla, G. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, Edisi kelima*. Terjemahan Setiono, L., dan Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Tanaka, K., dan Shiraishi, R. 2000. Clean and Efficient Condensation Reactions of Aldehydes and Amines in A Water Suspension Medium. *Green Chemistry*. 2. pp 272–273.
- Thalbah, H. 2009. *Ensiklopedia Mukjizat Al-Qur'an dan Hadist*. Terjemahan Syarif Hade Masyah. Jakarta: PT. SAPA SENTOSA.
- Theresia, H.U. 1999. Penggunaan Adsorben Kanji untuk Pemisahan Kurkumin dari Kunyit Melalui Kromatografi Kolom dan Pembuatan Vanilin Melalui Degradasi Kurkumin. *Skripsi*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Tigineh, G.T., Wen, Y.S., dan Liu, L.K. 2015. Solvent-Free Mechanochemical Conversion of 3-Ethoxysalicylaldehyde and Primary Aromatic Aminesto Corresponding Schiff –Bases. *Tetrahedron*, 71(1): 1-32.
- Tim Penyusun Tafsir Ilmi. 2011. *Tafsir Ilmi: Tumbuhan dalam Perspektif Al-Quran dan Sains Jilid 4*. Jakarta: Lajnah Pentashihan Mushaf Al-Qur'an.
- Ummathur, M.B., Sayudevi, P., dan Krishnankutty, K. 2009. Schiff Bases of 3-[2-(1,3-Benzothiazol-2-Yl)-Hydrazinylidene]-Pentane-2,4-Dione with Aliphatic Diamines and Their Metal Complexes. *Journal of the Argentine Chemical Society*. 97(2), 31-39.

- Utomo, B. 2009. Jenis Korosi dan Penanggulangannya. *KAPAL: Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Kelautan*. Vol 6 No. 2.
- Van, V.L.H. 1992, *Ilmu dan Teknologi Bahan*, Terj. Sriati D, Edisi Ke Lima. Jakarta: Erlangga.
- Wahab, A., Haider, S.S., Mahmood, I., Mahmood, T., Sherwani, S.K., dan Kanwal, S. 2014. Synthesis of Schiff Bases from Natural Products and Their Remarkable Antimicrobial and Antioxidant Activity. *Journal of Biological Chemistry*. 4(1): 27-32.
- Yadav, G dan Mani J.V. 2015. Green Synthesis of Schiff Bases by Using Natural Acid Catalysts. *International Journal of Science and Research*. 4(2). ISSN : 2319-7064.
- Yorur-Goreci, C., Demir, Z., dan Altas, N. 2016. Green Synthesis of New Amino Acid Schiff Bases and Their Biological Activities. *Journal of The Turkish Chemical Society*. 3(3):13-22.
- Young, P. R. 1996. *Organic Chemistry Online 2.0 Workbook 5th Edition*. United Kingdom: Brooks Cole.
- Zarei, M. dan Jarrahpour, A. 2011. Green and Efficient Synthesis of Azo Schiff Bases. *Iranian Journal of Science & Tsechnology*, A, 235 – 242

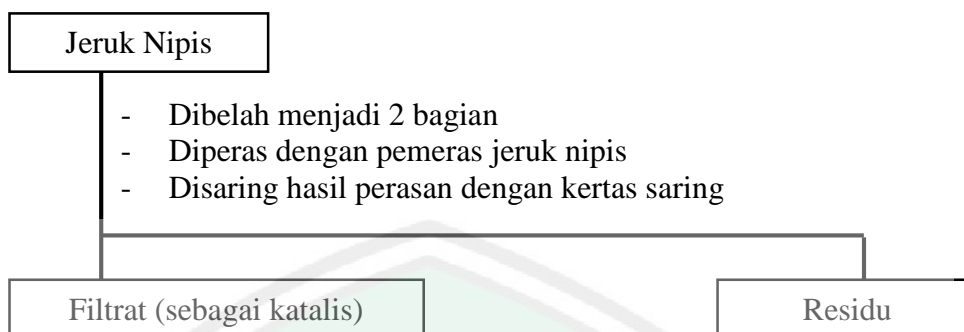
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

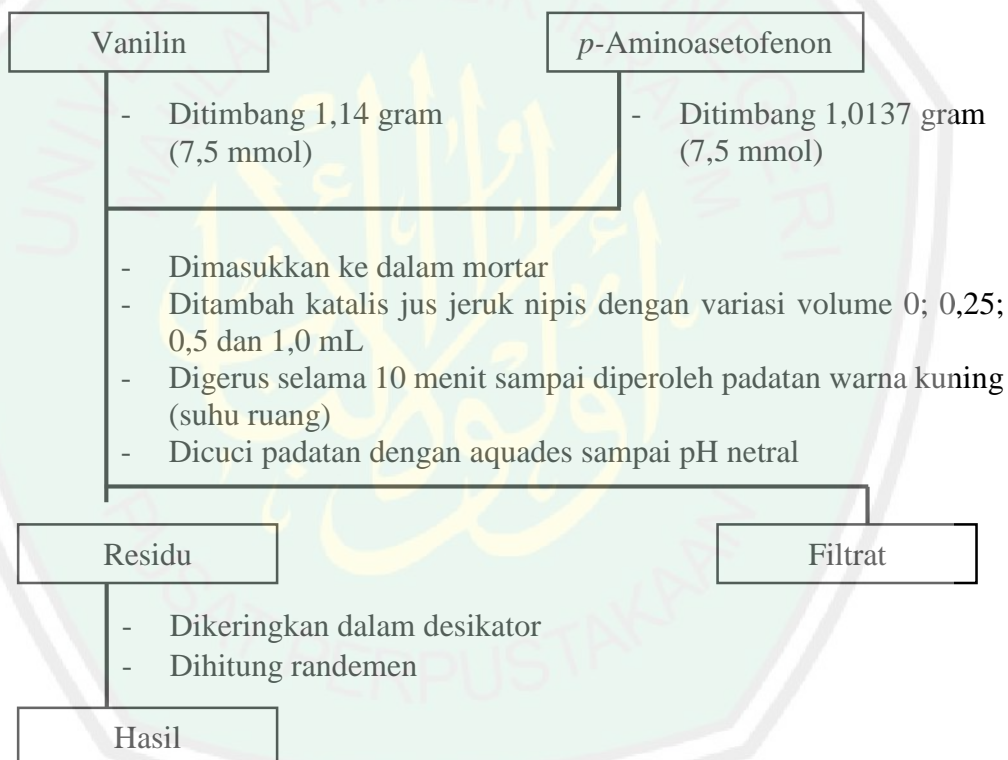


Lampiran 2. Diagram Alir

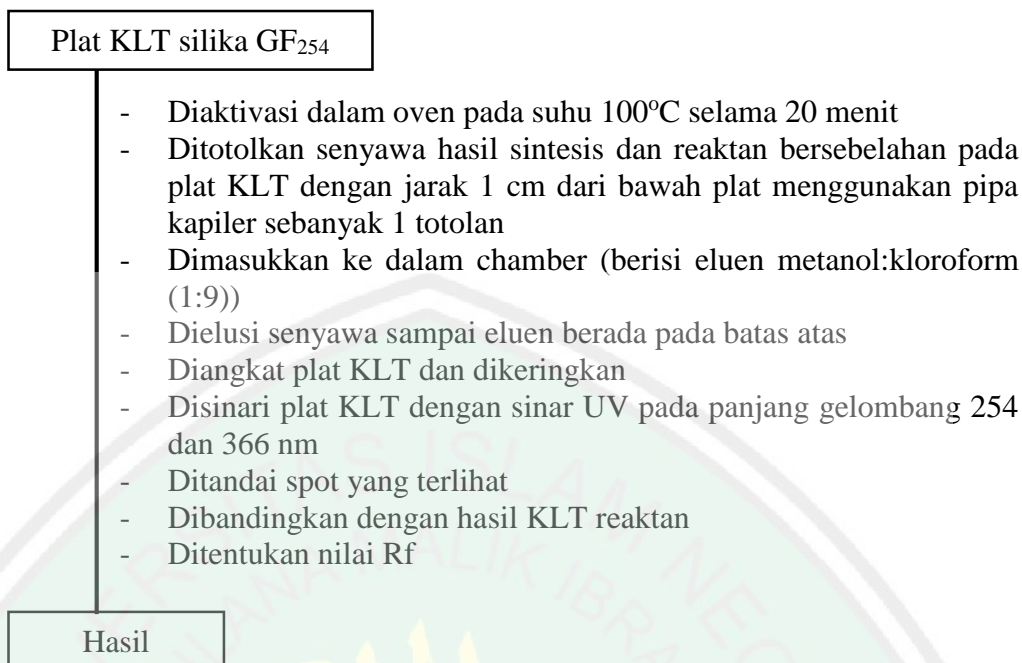
2.1 Preparasi Katalis Asam Jus jeruk Nipis



2.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan p-Aminoasetofenon dengan Variasi Waktu Katalis Jus Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*)

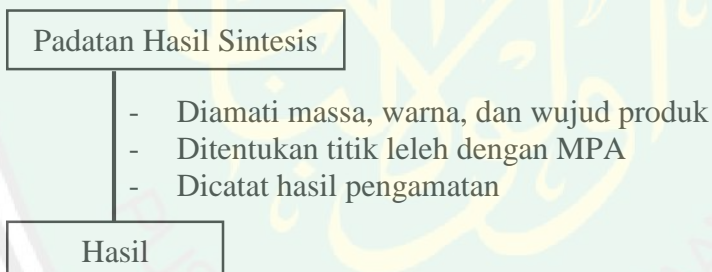


2.3 Monitoring Menggunakan Plat KLT

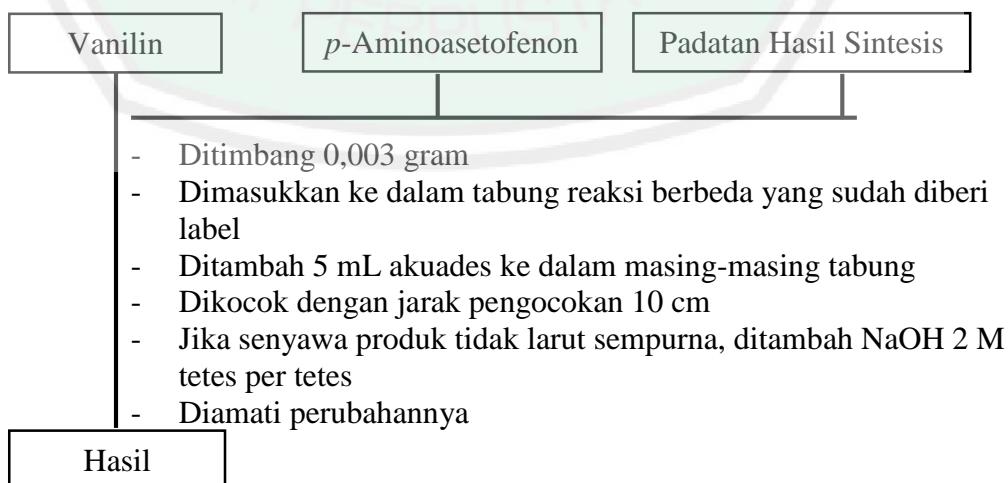


2.4 Karakterisasi Senyawa Produk

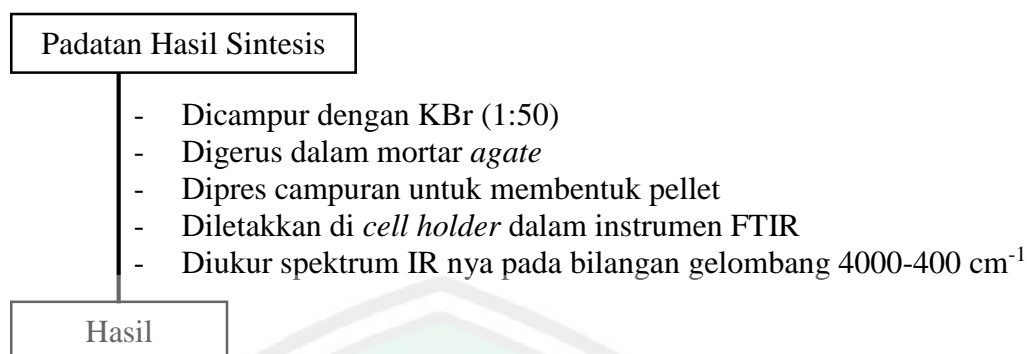
2.4.1 Pengamatan Sifat Fisik



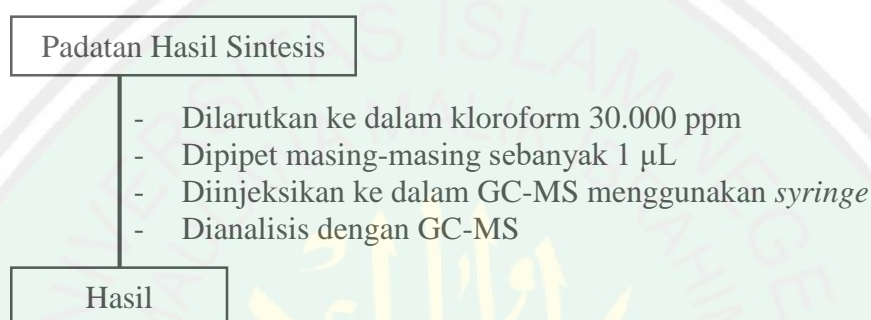
2.4.2 Pengamatan Sifat Kimia



2.4.3 Identifikasi Menggunakan FTIR

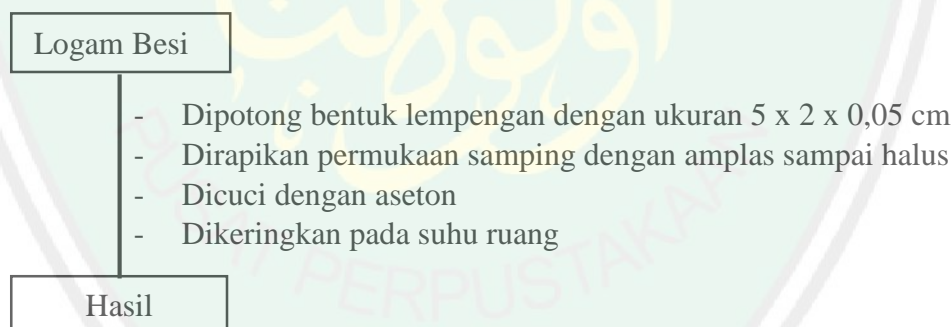


2.4.4 Identifikasi Menggunakan GC-MS

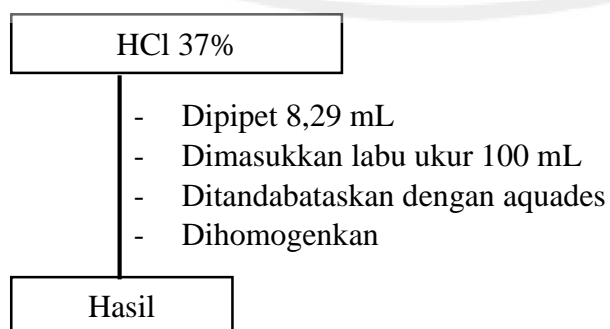


2.5 Uji Efisiensi Inhibisi

2.5.1 Pembuatan Spesimen Uji



2.5.2 Pembuatan Larutan HCl 1 M



2.5.3 Pembuatan Larutan Inhibitor

Padatan Hasil Sintesis

- Ditimbang 0,25 gram
- Ditambah 0,5 mL larutan DMSO 2%
- Dimasukkan labu ukur 25 mL
- Ditandabatkan dengan larutan HCl
- Dihomogenkan

Larutan Inhibitor 10.000 ppm

- Dipipet masing-masing 20; 40; 60; dan 80 mL
- Dimasukkan ke dalam labu ukur yang berbeda
- Diberi label 2.000; 4.000; 6.000; dan 8.000 ppm
- Ditandabatkan dengan larutan HCl
- Dihomogenkan

Hasil

2.5.4 Pengujian Efisiensi Inhibitor

Larutan Inhibitor

- Dipipet masing-masing sebanyak 50 mL
- Dimasukkan ke dalam beaker glass yang sudah diberi label
- Digunakan larutan HCl tanpa inhibitor sebagai pembanding
- Ditimbang lempeng besi yang sudah siap sebagai berat awal
- Direndam ke dalam masing-masing larutan selama 24 jam
- Diangkat lempeng besi
- Dicuci sampai bersih
- Dikeringkan
- Ditimbang sebagai berat akhir
- Dihitung efisiensi inhibisinya

Hasil

Lampiran 3. Perhitungan

3.1 Preparasi Sampel

3.1.1 Vanilin

Diketahui : MR = 152,15 gr/mol

$$\text{Mmol} = 7,5 \text{ mmol} = 7,5 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

Ditanya : Massa.....?

$$\text{Jawab : Mol} = \frac{\text{Massa}}{\text{MR}}$$

$$7,5 \times 10^{-3} \text{ mol} = \frac{\text{Massa}}{152,15 \text{ gr/mol}}$$

$$\text{Massa} = 1,14 \text{ gram}$$

3.1.2 p-Aminoasetofenon

Diketahui : MR = 135.16 gr/mol

$$\text{Mmol} = 7,5 \text{ mmol} = 7,5 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

Ditanya : Massa.....?

$$\text{Jawab : Mol} = \frac{\text{Massa}}{\text{MR}}$$

$$7,5 \times 10^{-3} \text{ mol} = \frac{\text{Massa}}{135,16 \text{ gr/mol}}$$

$$\text{Massa} = 1,0137 \text{ gram}$$

3.1.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon (3) yang diharapkan terbentuk

Reaksi = vanilin (1) + *p*-aminoasetofenon (2) \longrightarrow 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon (3) + air

Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	\longrightarrow	Senyawa (3)
Mula-mula	0,0075 mol		0,0075 mol		-
Bereaksi	0,0075 mol		0,0075 mol		0,0075 mol
Setimbang	-		-		0,0075 mol

Rumus molekul senyawa (3) = $\text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{NO}_3$

BM senyawa (3) = 269 g/mol

Mol senyawa (3) = 0,0075 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa senyawa (3)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 269 \text{ g/mol} \\ &= 2,0175 \text{ g} \end{aligned}$$

3.2 Perhitungan Rendemen Biasa Senyawa Produk Sintesis

$$\text{Massa basa Schiff} = 1,9459 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,9459 \text{ g}}{2,0175 \text{ g}} \times 100 \% = 96,45 \% \end{aligned}$$

3.3 Perhitungan Rf Hasil KLT

$$\text{Rf Vanilin} = \frac{6,4}{8} = 0,80$$

$$\text{Rf } p\text{-Aminoasetofenon} = \frac{6,2}{8} = 0,78$$

$$\text{Rf Basa Schiff} = \frac{6,7}{8} = 0,84$$

3.4 Pergeseran Kimia Hasil HNMR

$$\begin{aligned} \text{a. } \delta \text{ CH}_3 &= 0,9 + \alpha \\ &= 0,9 + \Sigma(\beta + \gamma) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 1. \delta \text{ CH}_3 &= 0,9 + \alpha (\text{ArO-}) \\ &= 0,9 + 2,8 \\ &= 3,7 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 2. \delta \text{ CH}_3 &= 0,9 + \alpha (\text{ArCO-}) \\ &= 0,9 + 1,7 \\ &= 2,6 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{b. } \delta \text{ Aromatik} = 7,3 + \alpha_o + \alpha_m + \alpha_p$$

$$\begin{aligned} 1. \text{CH} &= 7,3 + (\text{ArO-})_o + (\text{Ar-OH})_m + (\text{Ar-H})_p \\ &= 7,3 + (-0,5) + (-0,1) + 0 = 6,7 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 2. \text{CH} &= 7,3 + (\text{Ar-OH})_o + (\text{ArO-})_m + (\text{Ar-H})_p \\ &= 7,3 + (-0,6) + (-0,1) + 0 = 6,6 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 3. \text{CH} &= 7,3 + (\text{ArNC-})_o + (\text{Ar-H})_m + (\text{ArO-})_p \\ &= 7,3 + 0,4 + 0 + (-0,4) = 7,3 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 4. \text{CH} &= 7,3 + (\text{Ar-H})_o + (\text{Ar-CO})_m + (\text{Ar-H})_p \\ &= 7,3 + 0 + 0,1 + 0 = 7,4 \text{ ppm} \end{aligned}$$

5. $CH = 7,3 + (Ar-CO)_o + (Ar-H)_m + (Ar-H)_p$
 $= 7,3 + 0,6 + 0 + 0 = 7,9 \text{ ppm}$
6. $CH = 7,3 + (Ar-CO)_o + (ArH-)_m + (Ar-H)_p$
 $= 7,3 + 0,6 + 0 + 0 = 7,9 \text{ ppm}$
7. $CH = 7,3 + (Ar-H)_o + (ArCO-)_m + (Ar-H)_p$
 $= 7,3 + 0 + 0,1 + 0 = 7,4 \text{ ppm}$

3.5 Preparasi Inhibitor Korosi

3.5.1 Pembuatan Larutan HCl 1 M

Diketahui : $M (\%) = 37\%$

$$V_{\text{lar}} = 100 \text{ mL}$$

Ditanya : Massa.....?

$$\text{Jawab : } M = \frac{\% M \times 10 \times \rho}{\text{Berat Molekul}}$$

$$M = \frac{37 \times 10 \times 1.19 \text{ g/mL}}{36,5 \text{ gr/mol}}$$

$$M = 12,06 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,06 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8,29 \text{ mL.}$$

3.5.2 Pembuatan Larutan Inhibitor 10.000 ppm

Diketahui : Berat pelarut = 100 mL = 100 gr

$$M_{\text{inh}} = 10.000 \text{ ppm}$$

Ditanya : Massa_{produk}.....?

$$\text{Jawab : } \text{Kadar Zat A} = \frac{\text{Berat Zat A}}{\text{Berat Pelarut}} \times 10^6 \text{ ppm}$$

$$10.000 \text{ ppm} = \frac{\text{Massa Produk}}{100 \text{ gr}} \times 10^6 \text{ ppm}$$

$$\text{Massa Produk} = 1 \text{ gram}$$

3.5.3 Pembuatan Larutan 2.000; 3.000; 4.000; dan 5.000 ppm

Diketahui : $M_1 = 10.000 \text{ ppm}$

$$V_2 = 100 \text{ mL}$$

Ditanya : V_1?

$$\text{Jawab : } M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

3.5.3.1 Larutan 2.000 ppm

Diketahui : $M_2 = 2.000 \text{ ppm}$

Jawab : $10.000 \text{ ppm} \times V_1 = 2.000 \text{ ppm} \times 5 \text{ mL}$

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

3.5.3.2 Larutan 3.000 ppm

Diketahui : $M_2 = 3.000 \text{ ppm}$

Jawab : $10.000 \text{ ppm} \times V_1 = 3.000 \text{ ppm} \times 5 \text{ mL}$

$$V_1 = 1,5 \text{ mL}$$

3.5.3.3 Larutan 4.000 ppm

Diketahui : $M_2 = 4.000 \text{ ppm}$

Jawab : $10.000 \text{ ppm} \times V_1 = 4.000 \text{ ppm} \times 5 \text{ mL}$

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

3.5.3.4 Larutan 5.000 ppm

Diketahui : $M_2 = 5.000 \text{ ppm}$

Jawab : $10.000 \text{ ppm} \times V_1 = 5.000 \text{ ppm} \times 5 \text{ mL}$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

3.6 Randemen

Tgl	Kertas Saring (gr)	Kertas saring + produk (gr)	Produk (gr)	Randemen (%)
19-12-19	0.8609	2.8267	1.9658	97.43
20-12-19	0.8609	2.8214	1.9605	97.17
23-12-19	0.8609	2.8142	1.9533	96.68
26-12-19	0.8609	2.8177	1.9568	96.99
31-12-19	0.8609	2.7976	1.9367	95.60
2-01-20	0.8609	2.8132	1.9523	96.79
3-01-20	0.8609	2.8058	1.9449	96.40
6-01-20	0.8609	2.8068	1.9459	96.45

3.8 Pengamatan Titik Lebur Produk

Titik Lebur (°C)	Ulangan			
	1	2	3	Rata-rata
Produk	160-161	160-162	161-163	160-162

3.9 Hasil uji senyawa reaktan sebagai inhibitor korosi dalam media HCl

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	Ulangan	M ₁ (g)	M ₂ (g)	W _{inh} (g)	W ₀ (g)
Kontrol	I	0,6614	0,5576	0,1038	
	II	0,6598	0,5541	0,1057	0.1048
	III	0,6610	0,5561	0,1049	
Kontrol + DMSO	I	0,6554	0,5810	0,0744	
	II	0,6579	0,5898	0,0681	0,0701
	III	0,6573	0,5895	0,0678	

Keterangan : M₁ = Massa logam besi sebelum direndam dalam media korosi

M₂ = Massa logam besi setelah direndam dalam media korosi

W_{inh} = Massa logam besi yang hilang dengan penambahan media korosi

W₀ = Massa rata-rata logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor korosi

1. Vanilin

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	Ulangan	M ₁ (g)	M ₂ (g)	W _{inh} (g)	W _f (g)	EI (%)
2000	I	0.6586	0,5369	0,1217		
	II	0.6572	0,5423	0,1149	0,1175	-67,62
	III	0.6574	0,5415	0,1159		
3000	I	0.6710	0.6011	0.0699		
	II	0.6722	0,6036	0.0686	0,0687	1.99
	III	0.6716	0,6040	0.0676		
4000	I	0.6570	0,6064	0.0506		
	II	0.6573	0,6037	0,0536	0,0536	23,54
	III	0.6573	0,6005	0,0568		
5000	I	0.6703	0,6264	0,0439		
	II	0.6708	0,6252	0,0416	0,0439	37.38
	III	0.6712	0,6291	0,0421		

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_f = Massa rata-rata logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor korosi

2. P-Aminoasetofenon

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	Ulangan	M_1 (g)	M_2 (g)	W_{inh} (g)	W_f (g)	EI (%)
2000	I	0.6565	0.5739	0.0821		
	II	0.6564	0.5798	0.0766	0.0804	-14.69
	III	0.6566	0.5740	0.0826		
3000	I	0.6618	0.5822	0.0796		
	II	0.6676	0.5878	0.0798	0.0792	-12.98
	III	0.6628	0.5845	0.0783		
4000	I	0.6679	0.6023	0.0656		
	II	0.6675	0.6012	0.0663	0.0645	7.98
	III	0.6678	0.6062	0.0616		
5000	I	0.6666	0.6184	0.0482		
	II	0.6666	0.6226	0.0440	0.0448	36.09
	III	0.6665	0.6242	0.0423		

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_f = Massa rata-rata logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor korosi

3. 1-(4-(4-hidroksi-3-metoksibenzilidenamino)fenil)etanon

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	Ulangan	M ₁ (g)	M ₂ (g)	W _{inh} (g)	W _f (g)	EI (%)
2000	I	0,6555	0,6060	0,0495		
	II	0,6567	0,6037	0,0530	0,0539	23.11
	III	0,6558	0,5967	0,0591		
3000	I	0,6545	0,6207	0,0338		
	II	0,6530	0,6190	0,0340	0,0343	51.17
	III	0,6529	0,6178	0,0351		
4000	I	0,6556	0,6220	0,0336		
	II	0,6555	0,6225	0,0330	0,0161	52.50
	III	0,6582	0,6250	0,0332		
5000	I	0,6510	0,6427	0,0083		
	II	0,6507	0,6415	0,0092	0,0090	86.16
	III	0,6510	0,6414	0,0096		

Keterangan : M₁ = Massa logam besi sebelum direndam dalam media korosi

M₂ = Massa logam besi setelah direndam dalam media korosi

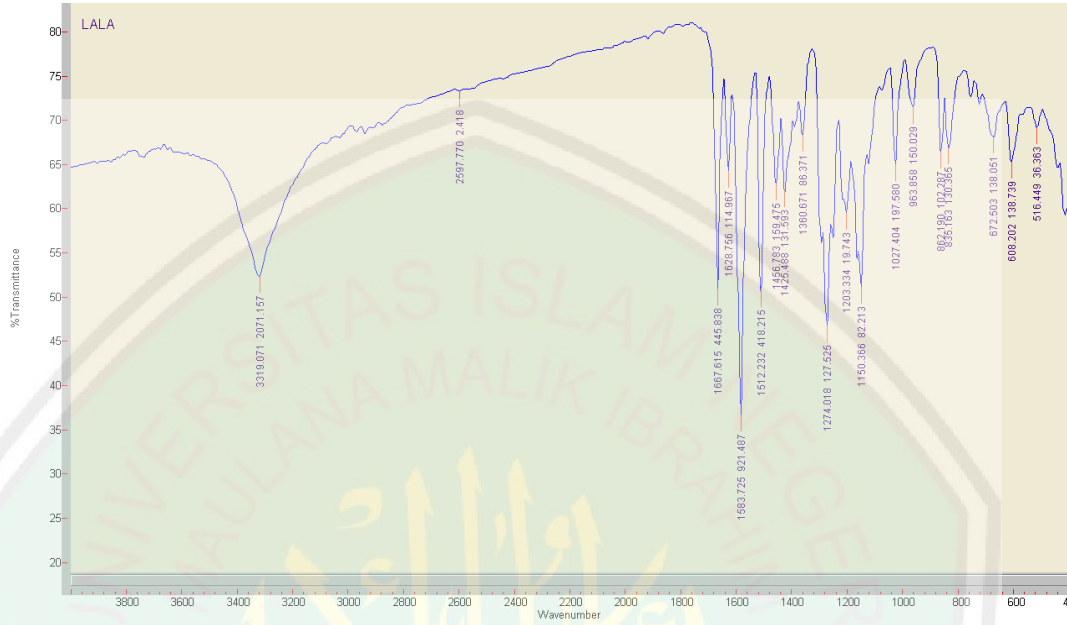
W_{inh} = Massa logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor korosi

W_f = Massa rata-rata logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor korosi

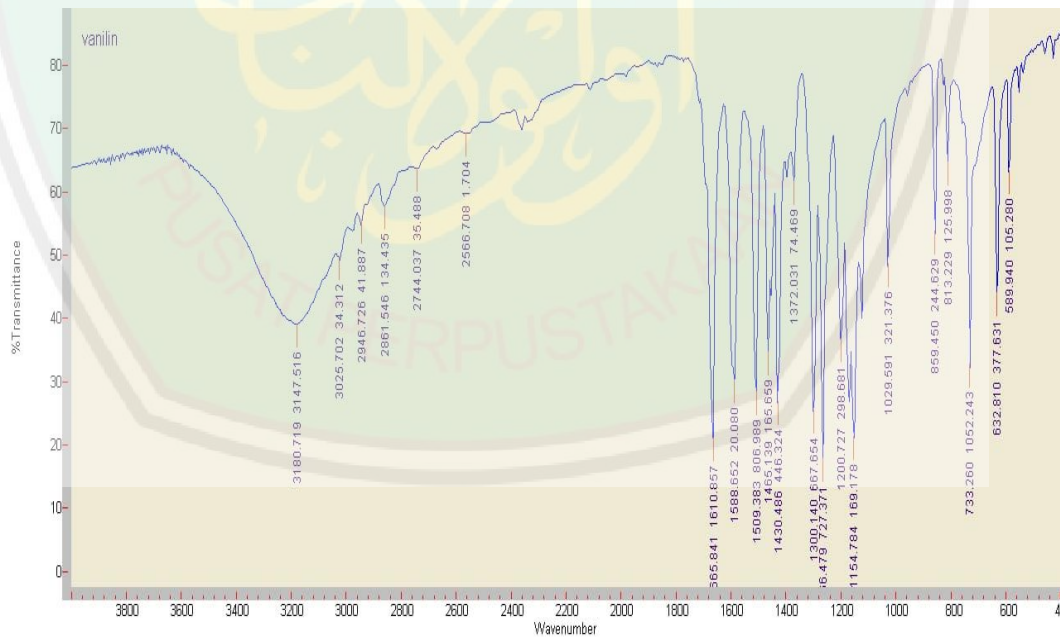
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi Menggunakan FTIR

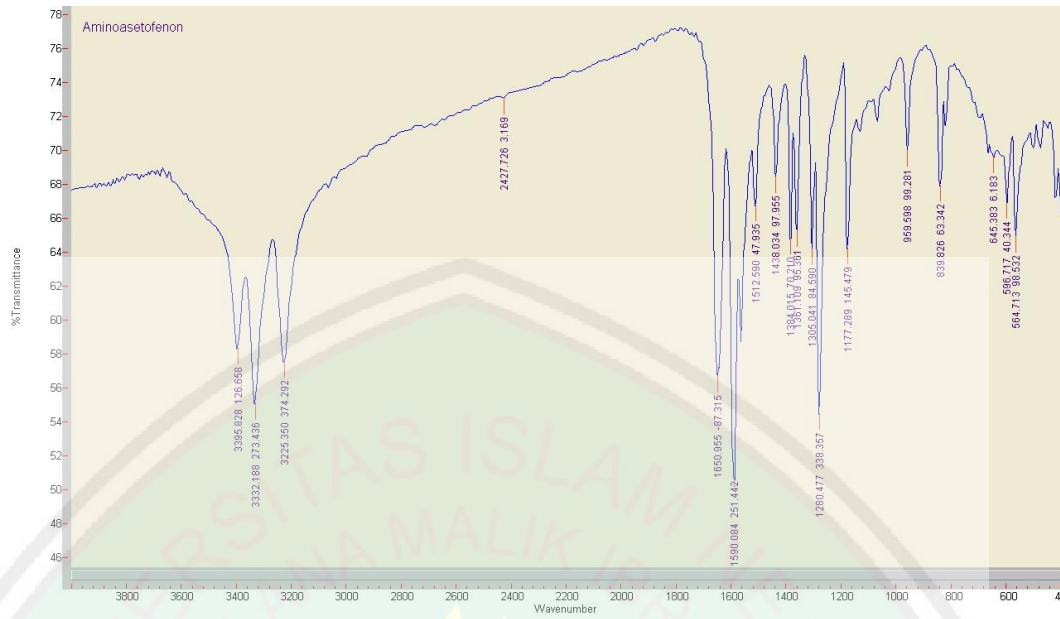
L.4.1.1 Hasil Karakterisasi Produk



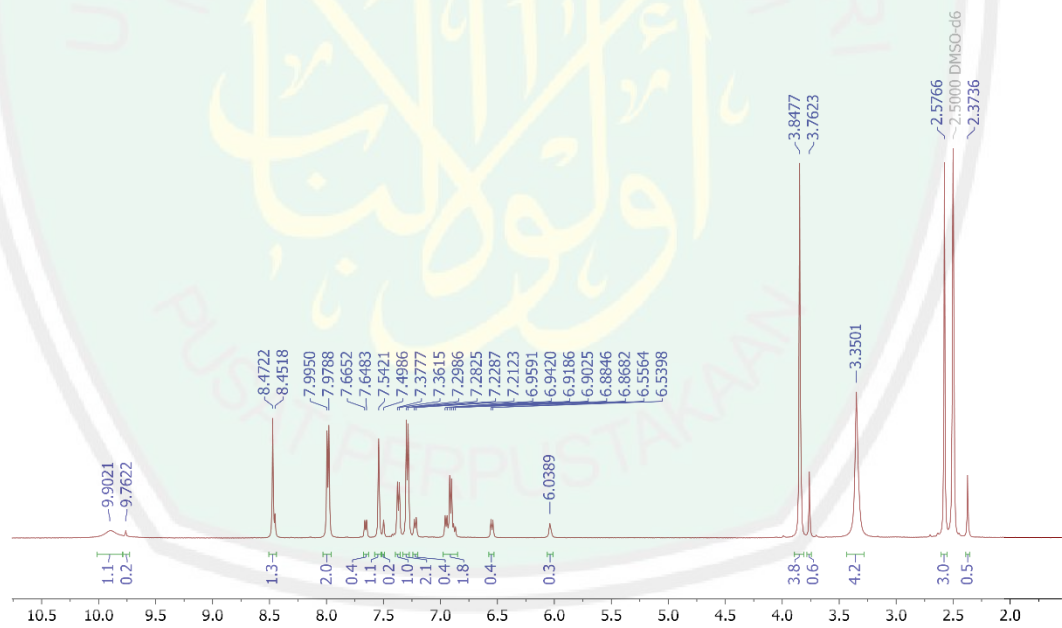
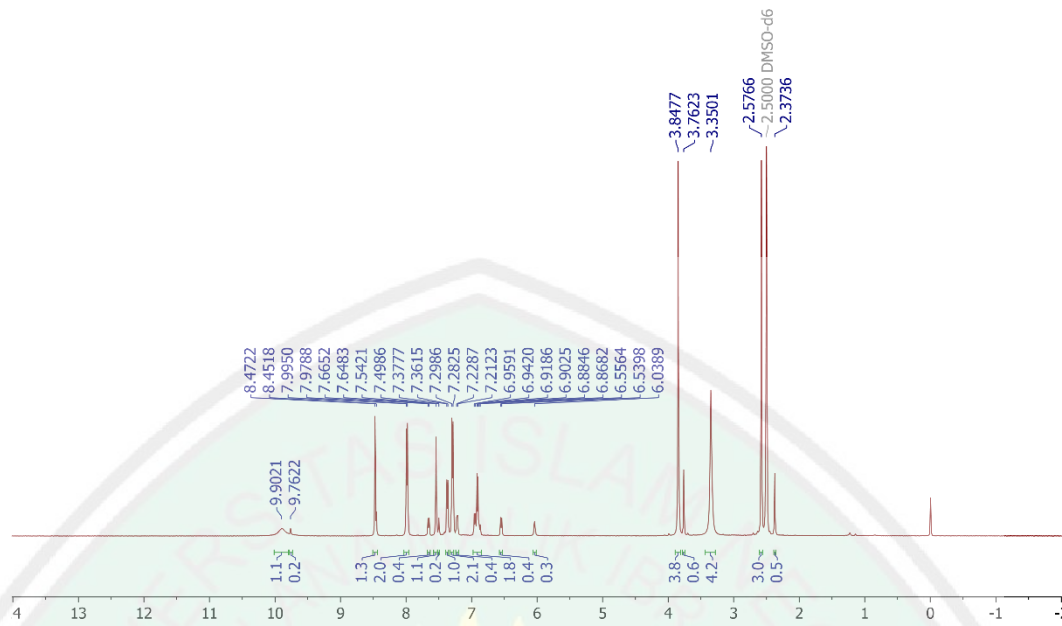
L.4.1.2 Spektra FTIR Vanilin

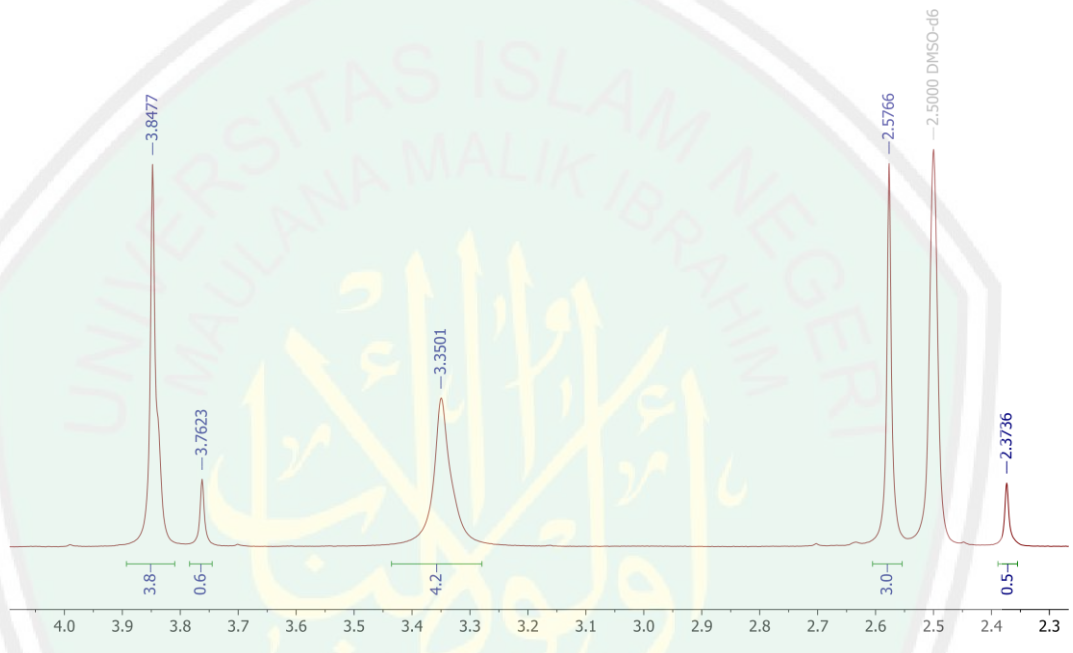
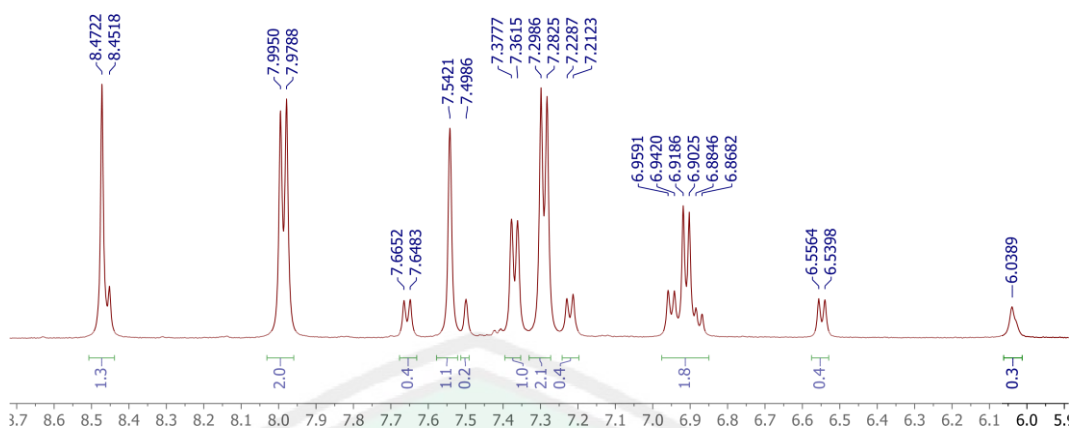


L.4.1.3 Spektra FTIR *p*-Aminoasetofenon



L.4.2 Hasil Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan HNMR



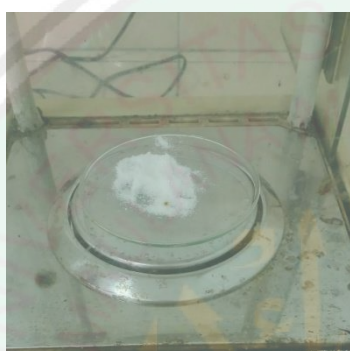


Lampiran 5. Dokumentasi

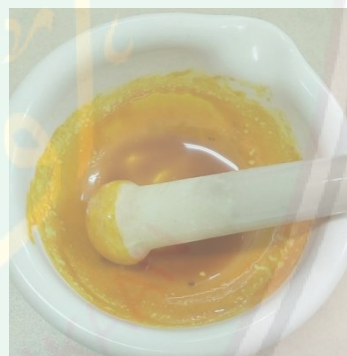
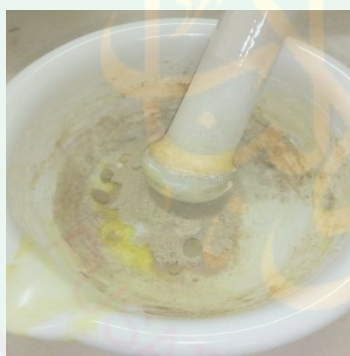
1. Penyaringan hasil sintesis



Preparasi katalis asam jeruk nipis



Proses penimbangan reaktan

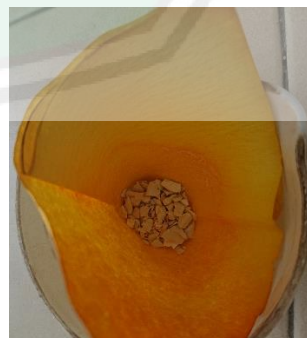


Proses pencampuran dengan katalis

Hasil penggerusan



Proses pencucian produk menggunakan aquades



Proses pengeringan produk menggunakan desikator



Produk hasil sintesis

2. Kromatogram KLT



Proses elusi produk sintesis
(vanilin dan *p*-aminoasetofenon)



Plat KLT tanpa penyinaran
lampu UV 254 nm



Plat KLT dengan penyinaran lampu UV 254 nm

3. Uji efisiensi inhibitor



Larutan stok reaktan



larutan stok produk sintesis



Kontrol



uji inhibisi dengan Vanilin

Uji inhibisi dengan p-Aminoasetofenon
sintesis

uji inhibisi dengan produk