

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

SKRIPSI

Oleh :
SAFIRAH NIDHAR SALSABILA
NIM. 15630039



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

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

SKRIPSI

**Oleh:
SAFIRAH NIDHAR SALSABILA
NIM. 15630039**

**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)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

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

SKRIPSI

Oleh :
SAFIRAH NIDHAR SALSABILA
NIM. 15630039

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 17 Juni 2021

Pembimbing I


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

Pembimbing II


A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002



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

SKRIPSI

Oleh:
SAFIRAH NIDHAR SALSABILA
NIM. 15630039

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**
Tanggal: 17 Juni 2021

Penguji Utama : Suci Amalia, M.Sc
NIP.19821101 200901 2 007

Amelia
(.....)

Ketua Penguji : Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

Rachmawati
(.....)

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

Ahmad Hanapi
(.....)

Anggota Penguji : A. Ghaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

A. Ghaim Fasya
(.....)

Mengetahui,
Wakil Program Studi



Hj. Ramliyah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Safirah Nidhar Salsabila
NIM : 15630039
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : “*Green Synthesis* Senyawa Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Anisidina serta Aplikasinya Sebagai Inhibitor Korosi Terhadap Logam Besi dalam Media Larutan HCl”

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, 16 Juni 2021

Yang membuat pernyataan,



Safirah Nidhar Salsabila

NIM. 15630039

MOTTO

**Terus bergerak meski kabut menghalangi pandangan. Yakin bahwa pelangi
indah akan tampak kemudian dengan ridho Allah SWT**

HALAMAN PERSEMBAHAN

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas limpahan Rahmat dan Karunia-Nya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Skripsi ini saya persembahkan kepada :

1. Alm. Yangkung Kasmo yang selalu berharap cucunya dapat melanjutkan pendidikan hingga S2, tetapi dipanggil Allah terlebih dahulu sebelum sempat melihat saya lulus S1. Mohon maaf dan terima kasih atas do'a dan kasih sayangnya selama ini.
2. Ibu saya Pilihaningsih Karyawati dan Ayah saya Aruwan HS. Terima kasih atas dukungan serta segala do'a tulus yang senantiasa dipanjangkan dalam setiap sujud, yang menyertai langkah saya dalam menjalani manis pahitnya kehidupan.
3. Adik saya Alfafa Kautsar Salsabila dan Syifaiyatul Nufush Salsabila yang selalu menghibur, mendoakan dan memberikan dukungan.
4. Bapak dan Ibu guru yang saya hormati sejak taman kanak-kanak sampai dengan perguruan tinggi, yang dengan ikhlas dan tanpa pamrih memberikan ilmu pengetahuan, pengalaman, serta wawasannya kepada penulis sebagai pedoman dan bekal dalam menjalani hidup.
5. Teman-teman penelitian basa Schiff (Lala, Dhiffa, Maghfiroh, Arini, Nada) yang telah banyak membantu saya selama proses penelitian di laboratorium dan penulisan skripsi ini.
6. Teman-teman terdekat saya (Azah, Laila, Amila, Novi, Ririn, Ayyuma, Wida, dan Fahmi) yang selalu ada disaat suka maupun duka serta selalu memberikan dukungan moril kepada saya sehingga skripsi ini dapat selesai.
7. Seluruh teman-teman Organik Squad, teman-teman Kimia A 2015, serta seluruh mahasiswa kimia angkatan 2015, 2013 dan 2016 yang telah menjalani masa-masa perkuliahan bersama saya. Terima kasih atas segala bantuan dan pengalaman yang telah saya peroleh, semoga Allah membala setiap kebaikan kalian.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Alhamdulillah, segala puji syukur bagi Allah SWT atas limpahan rahmat, taufik, hidayah, dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul **“Green Synthesis Senyawa Basa Schiff dari o-Vanilin dan p-Anisidina Serta Aplikasinya sebagai Inhibitor Korosi Terhadap Logam Besi dalam Media Larutan HCl”**. Salawat serta salam semoga tetap terlimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing kita ke jalan yang benar, yakni agama islam.

Skripsi ini dapat disusun dengan baik karena adanya bantuan, bimbingan, serta arahan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. Abdul Haris, M.Si, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen pembimbing penelitian, Bapak A. Ghaim Fasya, M.Si selaku dosen pembimbing agama, Ibu Suci Amalia, M.Sc dan Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen penguji yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penulis dalam

menyelesaikan skripsi ini.

5. Seluruh Bapak Ibu dosen dan Laboran Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah membagikan ilmu pengetahuan, pengalaman, serta wawasannya kepada penulis sebagai pedoman dan bekal.
6. Ibu Ninik Chamidah, S.Kom selaku bagian administrasi Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, yang selalu sabar membimbing dan membantu penulis dalam urusan administrasi.
7. Kedua orang tua dan seluruh kerabat yang telah memberikan dukungan dan do'a kepada penulis.
8. Semua pihak yang berperan dalam penyelesaian skripsi ini.

Semoga Allah SWT melimpahkan rahmat dan hidayah kepada Bapak/Ibu/Saudara sekalian sebagai balasan telah membantu proses penyelesaian skripsi ini. Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam penyusunan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca sekalian. Amin.

Wassalamu 'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Malang, 16 Juni 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI..	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK.....	xiv
ABSTRACT	xv
مستخلص	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	7

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 <i>o</i> -Vanilin	8
2.2 <i>p</i> -Anisidina	8
2.3 Basa Schiff	9
2.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Teknik Penggerusan.....	11
2.5 Katalis Asam Alami dari Air Lemon (<i>Citrus limonium</i>)	12
2.6 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan katalis Asam Alami	14
2.7 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff.....	16
2.7.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometri FTIR	16
2.7.2 Karakterisasi Menggunakan GC-MS	17
2.8 Korosi.....	18
2.8.1 Inhibitor Korosi.....	19
2.8.2 Metode Gravimetri (<i>Weight Loss Measurement</i>)	22
2.9 Senyawa Basa Schiff dalam Perspektif Islam.....	23

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	26
3.2 Alat dan Bahan	26
3.2.1 Alat	26
3.2.2 Bahan.....	26
3.3 Rancangan Penelitian	26

3.4 Cara Kerja	27
3.4.1 Preparasi Katalis Asam Lemon (<i>Citrus limonium</i>)	27
3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari <i>o</i> -Vanilin dan <i>p</i> -Anisidina	27
3.4.3 Uji Titik Lebur Senyawa Produk Sintesis	28
3.4.4 Uji Kelarutan Senyawa Produk Sintesis	28
3.4.5 Karakterisasi Senyawa Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometri FTIR	28
3.4.6 Karakterisasi Senyawa Produk Sintesis Menggunakan GC-MS	29
3.4.7 Uji Efisiensi Inhibitor	29
3.4.7.1 Pembuatan Spesimen Uji	29
3.4.7.2 Pembuatan Larutan Inhibitor	29
3.4.7.3 Pengujian Efisiensi Inhibitor.....	30
3.4.8 Analisis Data	30

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil) fenol Menggunakan Katalis Jus Lemon (<i>Citrus limonium</i>)	31
4.2 Uji Kelarutan Senyawa Produk Sintesis dengan NaOH	34
4.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometri FTIR.....	35
4.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan GC-MS	39
4.5 Uji Efisiensi Inhibitor Korosi Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.....	45
4.6 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil) fenol Menggunakan Katalis Jus Lemon dalam Perspektif Islam	48

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	52
5.2 Saran.....	52

DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN.....	58

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Hasil pengamatan secara fisik dari reaktan dan produk sintesis.....	33
Tabel 4.2	Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk sintesis.....	37
Tabel 4.3	Perbandingan serapan gugus fungsi pada reaktan dan produk sintesis	37
Tabel 4.4	Perbandingan serapan gugus fungsi produk sintesis dengan literatur	38
Tabel 4.5	Hasil karakterisasi GC-MS	39
Tabel 4.6	Jenis dan kadar logam <i>cutter</i> Joyko L-150	45
Tabel 4.7	Nilai efisiensi inhibitor reaktan dan produk dalam media larutan HCl	46
Tabel L.3.1	Hasil pengamatan titik lebur produk sintesis.....	66
Tabel L.3.2	Massa lempeng besi dalam larutan standart	70
Tabel L.3.3	Nilai efisiensi inhibitor dari <i>o</i> -vanilin dalam media larutan HCl	70
Tabel L.3.4	Nilai efisiensi inhibitor dari <i>p</i> -anisidina dalam media larutan HCl..	71
Tabel L.3.5	Nilai efisiensi inhibitor dari senyawa basa Schiff dalam media larutan HCl.....	71

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur <i>o</i> -Vanilin	8
Gambar 2.2	Struktur <i>p</i> -Anisidina	9
Gambar 2.3	Tahap 1 pembentukan basa Schiff	10
Gambar 2.4	Tahap 2 pembentukan basa Schiff	10
Gambar 2.5	Lemon (<i>Citrus limonium</i>).....	12
Gambar 2.6	Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari senyawa aldehid dan amina primer menggunakan katalis asam	15
Gambar 2.7	Spektra FTIR senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	17
Gambar 4.1	Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari <i>o</i> -vanilin dan <i>p</i> -anisidina menggunakan katalis asam jus lemon berdasarkan Fessenden dan Fessenden (1982) dan Patil, dkk. (2012).....	32
Gambar 4.2	Hasil uji kelarutan produk sintesis dalam (a) akuades dan (b) larutan NaOH.....	34
Gambar 4.3	Reaksi senyawa 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dengan NaOH	35
Gambar 4.4	Hasil spektra FTIR produk sintesis dan reaktan	36
Gambar 4.5	Kromatogram keempat produk sintesis.....	40
Gambar 4.6	Spektra masa senyawa produk sintesis.....	40
Gambar 4.7	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	41
Gambar 4.8	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	41
Gambar 4.9	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	42
Gambar 4.10	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	42
Gambar 4.11	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	43
Gambar 4.12	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	43
Gambar 4.13	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	44
Gambar 4.14	Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol	44

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram alir penelitian	58
Lampiran 2. Skema kerja	59
Lampiran 3. Perhitungan.....	64
Lampiran 4. Hasil karakterisasi.....	72
Lampiran 5. Dokumentasi.....	85

ABSTRAK

Salsabila, Safirah N. 2021. *Green Synthesis Senyawa Basa Schiff dari o-Vanilin dan p-Anisidina serta Aplikasinya sebagai Inhibitor Korosi Terhadap Logam Besi dalam Media Larutan HCl*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I : Ahmad Hanapi, M.Sc. Pembimbing II : A. Ghanaim Fasya, M.Si.

Kata Kunci: Basa Schiff, *o*-vanilin, *p*-anisidina, katalis lemon, inhibitor korosi

Korosi pada suatu logam yang disebabkan oleh reaksi elektrokimia dengan lingkungannya menjadi permasalahan besar yang sangat merugikan. Salah satu cara yang dapat dilakukan untuk mencegah terjadinya korosi adalah dengan penggunaan inhibitor organik seperti basa Schiff yang memiliki heteroatom serta elektron π dengan konjugasi panjang. Basa Schiff merupakan senyawa organik dengan struktur $-C=N-$ (gugus azometin/imina), yang diperoleh dari hasil reaksi kondensasi amina primer ($R-NH_2$) dengan senyawa karbonil ($C=O$). Pada penelitian ini, senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol disintesis dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina menggunakan metode penggerusan dengan variasi volume katalis jus lemon (*Citrus limonium*) 0; 0,25; 0,5; dan 1 mL. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan volume optimum katalis lemon pada sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol, untuk mengetahui hasil karakterisasi produk sintesis, serta untuk mengetahui aktivitas produk sintesis sebagai inhibitor korosi pada logam besi dalam media asam. Pada masing-masing produk sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometri FTIR dan GC-MS, kemudian dilanjutkan dengan uji efisiensi inhibitor korosi menggunakan metode gravimetri pada logam besi dalam media larutan HCl.

Senyawa produk sintesis berbentuk padatan berwarna cokelat kehijauan, sedikit larut dalam aquades, larut sempurna dalam NaOH, serta memiliki titik lebur 85-91°C. Rendemen yang diperoleh dari variasi volume katalis 0; 0,25; 0,5; dan 1 mL secara berturut-turut sebesar 95,8; 98; 96,7; dan 99,3%. Karakterisasi FTIR menunjukkan serapan gugus imina ($-C=N-$) pada bilangan gelombang $1615-1617\text{ cm}^{-1}$. Karakterisasi GC-MS keempat produk menunjukkan puncak pada waktu retensi 44,142; 44,174; 44,178; serta 44,178 menit dengan nilai m/z 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol. Senyawa tersebut memiliki nilai efisiensi inhibisi berkisar antara 86,95-96,07%.

ABSTRACT

Salsabila, Safirah N. 2021. **Green Synthesis of Schiff Base Compound From *o*-Vanillin and *p*-Anisidine and its Application as Corrosion Inhibitors of Metal Iron in HCl Solution.** Undergraduate Thesis. Department of Chemistry, Science and Technology Faculty, State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I : Ahmad Hanapi, M.Sc. Supervisor II : A. Ghanaim Fasya, M.Si.

Keywords: Schiff bases, *o*-vanillin, *p*-anisidine, lemon catalysts, corrosion inhibitors

Corrosion of metal caused by electrochemical reactions with its environment is a serious problem. One method that can be used to prevent corrosion is by add organic inhibitors such as Schiff bases, which have heteroatoms and π electrons with long conjugations. Schiff base is organic compounds containing $-C=N-$ (azomethine / imine group) on its structure, obtained from the condensation of primary amines ($R-NH_2$) with carbonyl compounds ($C=O$). In this study, 2-methoxy-6(((4-methoxyphenyl)imino)methyl)phenol compounds were synthesized from *o*-vanillin and *p*-anisidine by grinding method using volume variation of lemon juice catalyst (*Citrus limonium*) 0; 0.25; 0.5; and 1 mL. The aims of research are to determine the optimum volume of lemon catalyst in the synthesis of Schiff base compounds 2-methoxy-6(((4-methoxyphenyl)imino)methyl)phenols, to determine the characterization of synthesis products, and to determine the activity of synthesis products as corrosion inhibitors of metal iron in acidic media. Each synthesis product was characterized using FTIR and GC-MS spectrophotometry, then continued with corrosion inhibitor efficiency test using gravimetric method on metal iron in HCl solution media.

The synthesized compound is greenish-brown solid, slightly soluble in aquades, completely dissolved in NaOH, and the melting point is 85-91°C. The yield obtained from the variation of catalyst volume 0; 0.25; 0.5; and 1 mL respectively are 95.8; 98; 96.7; and 99.3%. FTIR characterization shows the imine bond ($-C=N-$) at wave number 1615-1617 cm^{-1} . The GC-MS characterization of the four products showed a peak in retention time of 44.142; 44.174; 44.178; and 44.178 minutes with an m/z value of 257 which corresponds to the molecular weight of Schiff base compounds 2-methoxy-6(((4-methoxyphenyl)imino)methyl)phenols. The inhibition efficiency of these compound ranged from 86.95-96.07%.

مستخلص البحث

سلسيلا، سفيرة ن. ٢٠٢١. التركيب الأخضر من مركبات قاعدة شيف من O-الفаниلين و p-Anisidin وتطبيقه كمبط للتأكل ضد الحديد المعدنية في وسائل الحل HCl. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: أحمد حنفي، الماجستير؛ المشرف الثاني: أ. غنائم فاشا، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: قاعدة شيف، O-الفانيلين، p-Anisidin، محفز الليمون، مبطة التأكل

تأكل المعدن الناجم عن رد فعل كهروكيميائي لبيئة هو مشكلة رئيسية التي هي ضارة جدا. من الطريقة التي يمكن القيام بها لمنع التأكل هو باستخدام مثبتات العضوية مثل قواعد شيف التي لديها غير المتغيرة وكذلك π مع اقتران طويل. قاعدة شيف هو مركب عضوي مع هيكل $-C=N-$ (كتلة أزميدين/إينينا)، تم الحصول عليه من نتيجة تفاعل التكثيف الأميني الأولى ($R-NH_2$) مع مركبات الكربونيل ($C=O$). في هذه الدراسة، فإن جمع قاعدة شيف ٢- ميتوكسي ٦- ((4- ميتوكسيفينيل(إينينا)ميتييل)الفينول توليفها من O-الفانيلين و p-Anisidin استخدام طريقة طحن مع الاختلافات في حجم المواد الحفازة عصير الليمون (الحمضيات ليمونيوم) ٠٠,٥٢٥؛ ٠٠,٥؛ و ١ مل. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد الحجم الأمثل لمحفزات الليمون في تركيب شيف ٢- ميتوكسي ٦- ((4- ميتوكسيفينيل(إينينا)ميتييل)الفينول، لتحديد نتائج توليف المنتج التوصيف، وكذلك لتحديد نشاط منتجات التوليف كمبطات للتأكل للمعادن الحديد في الوسائط الحمضية. في كل منتج توليفي يتميز باستخدام GC-MS و FTIR القياس الطيفي، تليها اختبار كفاءة مثبتات التأكل باستخدام طريقة قياس التأكل على الحديد معدن في وسائل HCl.

مركبات المنتج التوليف في شكل المواد الصلبة البني مخضر، قابل للذوبان قليلا في أكواود، قابل للذوبان تماما في نفاثات، ولها نقاط ذوبان ٨٥-٩١ درجة مئوية. رانديمن التي تم الحصول عليها من الاختلافات في حجم محفز ٠٠,٥؛ ٠٠,٢٥؛ و ١ مل على التوالي من ٩٥,٨؛ ٩٨؛ ٩٦,٧؛ ٩٦,٣٪ ويشير توصيف FTIR إلى امتصاص كتلة إينينا(-C=N-) عند أرقام الموجة ١٦١٤-١٦١٧ سم-١. وصف GC-MS للمنتج في أعلى رانديمن يشير إلى ذرة في وقت الاحتفاظ من ٤٤، ١٧٨ دقيقة مع قيمة م/ض ٢٥٧ المقابلة ل الوزن الجزيئي للمجمع قاعدة شيف ٢- ميتوكسي ٦- ((4- ميتوكسيفينيل(إينينا)ميتييل)الفينول. المجمع له قيمة كفاءة تثبيط تتراوح بين ٩٦,٩٥٪-٨٦,٠٧٪.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Korosi merupakan akibat dari reaksi kimia antara suatu logam dengan lingkungannya yang menyebabkan terjadinya degradasi atau penurunan mutu logam tersebut. Peristiwa tersebut merupakan siklus alami yang tidak dapat dihindari dimana logam cenderung kembali ke keadaan asalnya, yang berarti hilangnya elektron dari logam yang bereaksi dengan air atau oksigen (Sharma, 2017; Balaji, dkk., 2016). Korosi menjadi masalah besar di dunia karena dampaknya yang sangat merugikan bagi kehidupan manusia. Bangunan seperti gedung-gedung, jembatan, kapal, mobil, maupun perlengkapan sehari-hari yang terbuat dari logam maupun paduan logam pasti akan mengalami korosi. Sedangkan biaya perawatan untuk menangani permasalahan tersebut cukup besar (Khan, dkk., 2015, Ali, dkk., 2014).

Peristiwa korosi tidak dapat dihindari akan tetapi dapat diperlambat proses terjadinya dengan beberapa cara, antara lain dengan pelapisan permukaan logam, proteksi katodik atau anodik, alias logam, serta penambahan zat tertentu yang dapat berfungsi sebagai inhibitor reaksi korosi (Djaprie, 1995, Ali, dkk., 2014). Menurut Roberge (2000), cara terbaik dalam menangani permasalahan korosi adalah dengan penambahan inhibitor, yakni suatu zat yang dapat mengurangi laju korosi hanya dengan konsentrasi kecil saja. Zat yang digunakan sebagai inhibitor korosi umumnya merupakan senyawa organik yang memiliki pasangan elektron bebas seperti imidazolin dan senyawa-senyawa amina (Haryono, 2010).

Senyawa basa Schiff yang mengandung atom nitrogen dan gugus imina dalam strukturnya, merupakan salah satu senyawa yang dapat digunakan sebagai inhibitor korosi. Senyawa tersebut efektif terhadap berbagai logam dan paduan logam pada media asam, dengan efisiensi inhibisi sebesar 92%-96% (Jamil, dkk., 2018). Senyawa basa Schiff merupakan senyawa organik dengan struktur $-C=N$ (gugus azometin), yang diperoleh dari hasil kondensasi amina primer ($R-NH_2$) dengan senyawa karbonil ($C=O$) (Ashraf, dkk., 2011).

Sintesis senyawa basa Schiff pada penelitian terdahulu menggunakan metode konvensional, yakni menggunakan pelarut dan katalis senyawa kimia yang berbahaya, bersifat toksik, serta dapat menghasilkan limbah kimia. Kuswandi, dkk. (2016) melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-aminofenol dalam pelarut benzene : etanol (1:1) dengan penambahan HCl menggunakan metode refluks pada suhu 100°C. Rendemen yang diperoleh pada variasi pH 2, 3, dan 4 sebesar 71%, 14%, dan 49%. Yu, dkk. (2017) mensintesis senyawa basa Schiff dari N^1 -phenylbenzena-1,4-diamina dengan beberapa senyawa aldehida dan direfluks selama 3 jam pada suhu 60°C, dihasilkan rendemen sebesar 54% hingga 74%. Sedangkan Al Azzawi, dkk. (2014) mensintesis senyawa basa Schiff dari 4-(*N*-suksinimidil)fenil sulfonil hidrazin dengan beberapa senyawa aldehida atau keton aromatik dan direfluks selama 6 jam. Hasil rendemen yang diperoleh sebesar 66% hingga 86%.

Metode konvensional pada umumnya membutuhkan banyak energi serta hasil yang diperoleh tidak terlalu besar. Beberapa tahun terakhir telah dilakukan sintesis senyawa basa Schiff dengan metode *green chemistry*. Aspek yang termasuk dalam *green chemistry* antara lain mensintesis senyawa basa Schiff tanpa pelarut

(Adawiyah, 2017), menggunakan pelarut yang ramah lingkungan seperti air (Priatama, 2016), serta menggunakan katalis asam alami (Al-Hakimi, dkk., 2017). Selain itu, sintesis menggunakan radiasi *microwave* juga termasuk dalam *green chemistry* karena tidak membutuhkan energi panas yang besar (Bhagat, dkk., 2013).

Beberapa penelitian tentang sintesis senyawa basa Schiff menggunakan katalis asam alami menghasilkan nilai rendemen yang sangat tinggi. Khasanudin (2018), berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina dengan jumlah katalis asam jeruk nipis 1 ml diperoleh rendemen sebesar 94,67%. Sedangkan Patil, dkk. (2012) berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari 2-hidroksibenzaldehida dengan *p*-toluidin menggunakan katalis jus lemon (*Citrus limonium*), menghasilkan rendemen sebesar 94%. Wahab, dkk. (2014) mensintesis senyawa basa Schiff dari benzaldehida dengan anilin dan urea menggunakan katalis jus lemon, diperoleh hasil rendemen sebesar 85% dan 89%. Sanii, dkk. (2018) melaporkan bahwa delapan senyawa basa Schiff yang tersubstitusi piridil dan / atau imidazolil dapat disintesis dari beberapa amina dan aldehida tanpa menggunakan pelarut. Rendemen yang dihasilkan lebih dari 95%.

Berdasarkan penelitian-penelitian yang telah disebutkan, sintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode *green chemistry* lebih ramah lingkungan, cepat, murah, hemat energi, serta menghasilkan rendemen tinggi dibandingkan dengan metode konvensional, sehingga dapat mengurangi dampak pencemaran lingkungan oleh zat-zat kimia berbahaya. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Ali Imran ayat 190 :

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَالْخِتَالَفِ الْيَلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولَى الْكُلُوبِ
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَى جُنُوبِهِمْ وَيَتَنَعَّجُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ
 رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بِاطِّلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

"Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka." (Q.S. Ali Imran : 190-191)

Ayat ini menjelaskan bahwa Allah SWT telah menciptakan segala yang ada di bumi sebagai tanda-tanda dari kebesaran-Nya yang dapat dipahami oleh orang yang berakal. Orang yang berakal memiliki kecerdasan sehingga dapat mengetahui segala sesuatu dengan hakikatnya masing-masing secara jelas. Oleh karena itu sudah seharusnya manusia memikirkan bagaimana cara memanfaatkan segala sesuatu yang telah diciptakan oleh Allah SWT agar berguna dalam kehidupan sehari-hari. Selain itu, sebagai makhluk berakal manusia juga harus merawat dan menjaganya dari kerusakan. Sintesis senyawa basa Schiff pada penelitian ini telah sesuai dengan hal tersebut yakni memanfaatkan ciptaan Allah SWT dan mengembangkannya menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat serta tidak menimbulkan kerusakan lingkungan.

Telah disebutkan sebelumnya bahwa senyawa basa Schiff merupakan inhibitor korosi yang baik. Hal tersebut sesuai dengan penelitian Liu, dkk. (2015) yang telah mensintesis senyawa basa Schiff 4-(4'-benzoylhydrazine)-pyridinecarboxaldehyde hydrazone (BPBH) dan memiliki nilai efisiensi inhibisi sebesar 93,6% terhadap baja ringan dalam 1 M HCl. Sedangkan hasil penelitian

Jamil, dkk. (2018) memiliki nilai efisiensi inhibisi sebesar 92-96% dengan menggunakan metode *weight loss*.

Sintesis ini dilakukan dengan teknik *green synthesis* menggunakan katalis asam alami dan penggerusan tanpa pelarut. Katalis asam alami yang digunakan yaitu jus lemon (*Citrus limonium*) dengan variasi volume 0; 0,25; 0,5; dan 1 mL. Perbandingan senyawa vanilin dan *p*-anisidina yang digunakan adalah 1:1 dengan lama waktu penggerusan 10 menit (Khasanudin, 2018). Senyawa hasil sintesis yang diperoleh akan dikarakterisasi menggunakan FTIR dan GCMS kemudian diaplikasikan sebagai inhibitor korosi pada lempeng besi dalam media larutan HCl.

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa volume katalis asam alami jus lemon (*Citrus limonium*) yang menghasilkan rendemen tertinggi pada sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina?
2. Bagaimana karakteristik produk hasil sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina menggunakan variasi katalis asam alami jus lemon (*Citrus limonium*) berdasarkan hasil FTIR dan GC-MS?
3. Berapa nilai efisiensi inhibisi senyawa basa Schiff hasil sintesis yang diaplikasikan sebagai inhibitor korosi terhadap logam besi pada media larutan HCl?

1.3 Tujuan

1. Mengetahui volume katalis asam alami jus lemon (*Citrus limonium*) yang menghasilkan rendemen tertinggi pada sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina
2. Mengetahui karakteristik produk hasil sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina menggunakan variasi katalis asam alami jus lemon (*Citrus limonium*) berdasarkan hasil FTIR dan GC-MS
3. Mengetahui nilai efisiensi inhibisi senyawa basa Schiff hasil sintesis yang diaplikasikan sebagai inhibitor korosi terhadap logam besi pada media HCl

1.4 Batasan Masalah

1. Perbandingan mol *o*-vanilin dan *p*-anisidina 1:1
2. Metode *green synthesis* yang digunakan adalah menggunakan katalis asam alami jus lemon (*Citrus limonium*) di pasaran
3. Variasi volume katalis asam alami jus lemon (*Citrus limonium*) yaitu 0; 0,25; 0,5; dan 1 mL
4. Sifat fisik senyawa hasil sintesis diidentifikasi melalui uji titik leleh menggunakan *Melting Point apparatus* (MPA)
5. Uji kelarutan senyawa hasil sintesis dilakukan dengan penambahan larutan NaOH
6. Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan FTIR dan GC-MS
7. Media asam yang digunakan sebagai agen pengkorosi adalah larutan HCl 1M
8. Metode yang digunakan dalam penentuan efisiensi inhibisi adalah metode gravimetri (*weight loss measurement*)

1.5 Manfaat

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai metode *green chemistry* senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina menggunakan katalis asam alami jus lemon (*Citrus limonium*) dengan metode penggerusan. Kemudian dapat memberikan informasi mengenai karakteristik senyawa basa Schiff hasil sintesis, serta efisiensi inhibisinya sebagai inhibitor korosi terhadap logam besi dalam media larutan asam klorida (HCl).

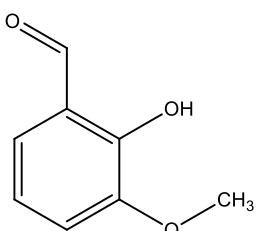
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *o*-Vanilin

o-Vanilin atau 2-hidroksi-3-metoksibenzaldehida merupakan senyawa yang terkandung pada tanaman vanili (*Vanilla planifolia*) (Prabawati, 2012). *o*-Vanilin merupakan kristal berwarna putih atau putih kekuningan, dengan berat molekul 152,15g/mol, titik didih 285°C, titik leleh 40 - 42°C, dan pKa sebesar 7,781 (Merck, 2006, Kumar, 2012). *o*-Vanilin merupakan senyawa aldehida aromatik dengan rumus molekul C₈H₈O₃ (2-hidroksi-3-metoksibenzaldehida) (Budimarwanti, 2010). Gugus fungsionalnya meliputi aldehid, eter, dan fenol. Ketiga gugus tersebut dapat membentuk ikatan hidrogen intramolekul dan antarmolekul (Kumar, 2012).

Berikut merupakan rumus struktur *o*-vanilin:

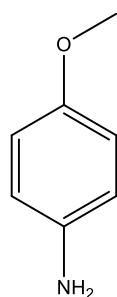


Gambar 2.1 Struktur *o*-Vanilin

2.2 *p*-Anisidina

Senyawa *p*-anisidina (*para*-anisidina) dengan rumus molekul NH₂C₆H₄OCH₃, merupakan senyawa berwujud padatan hitam mengkilap yang memiliki titik didih sebesar 246 °C pada 760 mmHg, serta titik lebur sebesar 57 °C. Kelarutan senyawa *p*-anisidina dalam air sebesar 21 g/L pada suhu 20°C (Merck,

2006). *p*-Anisidina memiliki gugus amina primer ($R-NH_2$) serta gugus metoksi (OCH_3) yang terikat pada cincin aromatis pada posisi para (Sykes, 1989). Gugus amina primer pada senyawa *p*-anisidina akan bereaksi dengan aldehida pada senyawa *o*-vanilin membentuk ikatan C=N dalam sintesis senyawa basa Schiff, dimana gugus amina primer akan berperan sebagai nukleofil yang baik (Fessenden dan Fessenden, 1982). Berikut merupakan rumus struktur dari *p*-anisidina:



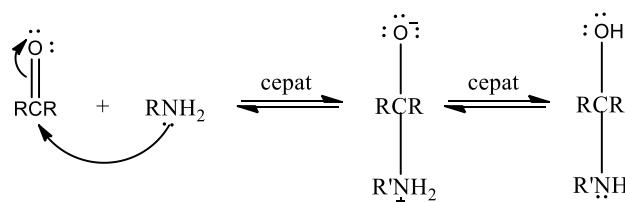
Gambar 2.2 Struktur *p*-anisidina

2.3 Basa Schiff

Basa Schiff, pertama kali ditemukan oleh Hugo Schiff pada tahun 1864, merupakan produk kondensasi amina primer dengan senyawa karbonil. Struktur umum dari senyawa ini adalah kelompok azometin dengan rumus umum $RHC=N-R_1$, dimana R dan R₁ adalah gugus alkil, aril, siklo alkil atau heterosiklik yang dapat digantikan secara beragam (Ashraf, 2011). Pembentukan basa Schiff terjadi secara optimal pada pH 3-4 (Fessenden, 1982), serta pada suhu 60-70°C (Ibrahim, 2007).

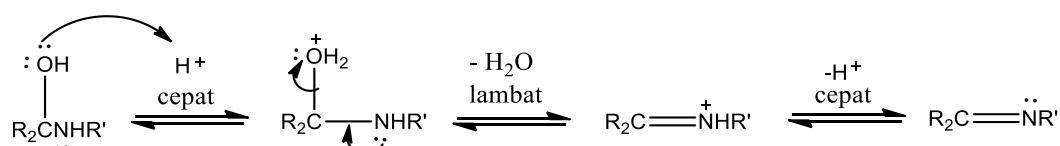
Produk senyawa basa Schiff yang terbentuk dari suatu aldehida aromatik dengan amina primer akan lebih terstabilkan. Amina primer bertindak sebagai nukleofil yang dapat menyerang gugus karbonil pada aldehida aromatik sehingga

menggeser kesetimbangan ke arah produk dan meningkatkan rendemen. Pembentukan basa Schiff melalui dua tahap reaksi, yakni reaksi adisi dan eliminasi. Tahap pertama merupakan adisi amina yang berperan sebagai nukleofilik terhadap karbon karbonil yang bersifat parsial positif. Reaksi adisi tersebut mengakibatkan lepasnya proton dari atom nitrogen amina primer dan terprotonasinya atom oksigen pada karbonil (Fessenden dan Fessenden, 1982).



Gambar 2.3 Tahap 1 pembentukan basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982)

Tahap kedua merupakan reaksi eliminasi, yakni lepasnya molekul air yang terbentuk dari gugus -OH terprotonasi. Pembentukan senyawa basa Schiff dipengaruhi oleh pH, dimana laju tahap kedua meningkat dengan bertambahnya konsentrasi asam sedangkan tahap pertama berjalan lebih lambat (Fessenden dan Fessenden, 1982).



Gambar 2.4 Tahap 2 pembentukan basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982)

Beberapa penelitian menunjukkan bahwa adanya pasangan elektron bebas dalam orbital hibrida sp^2 dari atom nitrogen gugus azometin memiliki kegunaan yang besar di bidang kimia seperti kemudahan dan fleksibilitas sintesis (Ashraf,

2011), serta sebagai inhibitor korosi (Jamil dkk., 2018). Sedangkan di bidang biologi, senyawa basa Schiff memiliki aktivitas antibakteri, antijamur (Ashraf, 2011), antioksidan (Wahab dkk., 2014) dan lain sebagainya.

2.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Teknik Penggerusan

Sintesis senyawa basa Schiff dapat dilakukan dengan dua metode, yakni metode konvensional dan metode *green chemistry*. Metode konvensional umumnya menggunakan pelarut dengan penambahan katalis asam kimia, sedangkan metode *green chemistry* dapat dilakukan tanpa pelarut dan menggunakan katalis asam alami yang ramah lingkungan. Sebagian besar pelarut dan katalis kimia yang digunakan dalam sintesis merupakan bahan-bahan berbahaya dan dapat menyebabkan pencemaran lingkungan (Patil, 2012).

Sintesis yang dilakukan menggunakan metode penggerusan (*grinding*) dapat mengurangi penggunaan bahan kimia yang dapat mencemari lingkungan, karena pelarut akan menjadi limbah pada akhir reaksi. Terdapat dua belas prinsip dasar *green chemistry* yang dapat diaplikasikan. Diantaranya adalah hemat energi, ekonomis, pelarut dan katalis yang lebih aman, reaksi tanpa pelarut, tidak toksik, dan ramah lingkungan (Chanshetti, 2014).

Beberapa penelitian tentang sintesis senyawa basa Schiff tanpa pelarut dan tanpa katalis yang telah dilakukan diantaranya adalah Adawiyah (2017), berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu 10, 15, dan 20 menit. Hasil yang diperoleh secara berturut-turut sebesar 93,93%; 93,71%; dan 94,86%. Hasanah (2017) berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidin dengan metode

penggerusan tanpa katalis. Hasil yang diperoleh pada variasi waktu penggerusan 10, 15, dan 20 menit sebesar 95,1315%; 95,5570%; dan 96,0820%.

2.5 Katalis Asam Alami dari Air Lemon (*Citrus limonium*)

Lemon (*Citrus limonium*) merupakan buah yang banyak tumbuh di semua negara tropis dan subtropis. Lemon banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari sebagai minuman, penyegar ruangan, pengontrol tekanan darah tinggi, radang sendi, rematik, dan asma (Pal dkk., 2013). Berikut merupakan klasifikasi lemon (*Citrus limonium*) (Chaturvedi dkk., 2016).



Gambar 2.5 Lemon (*Citrus limonium*)

Kingdom : *Plantae*

Sub kingdom : *Spermatophyta*

Devisi : *Magnoliophyta*

Kelas : *Magnoliopsida*

Sub Kelas : *Rosidae*

Ordo : *Sapindales*

Famili : *Rutaceae*

Genus : *Citrus*

Spesies : *Citrus limonium*

Kandungan utama dari air lemon adalah air (85%), karbohidrat (11,2%), asam sitrat (5-7%), protein (1%), vitamin C (0,5%), lemak (0,9%), mineral-mineral (0,3%), serat (1,6%), dan beberapa asam organik lainnya. Derajat keasaman (pH) air lemon sekitar 2-3 dengan persentase asam sitrat yang lebih banyak dibandingkan asam-asam lain. Sehingga asam sitrat berfungsi sebagai katalis asam alami pada sintesis senyawa basa Schiff (Patil dkk., 2012).

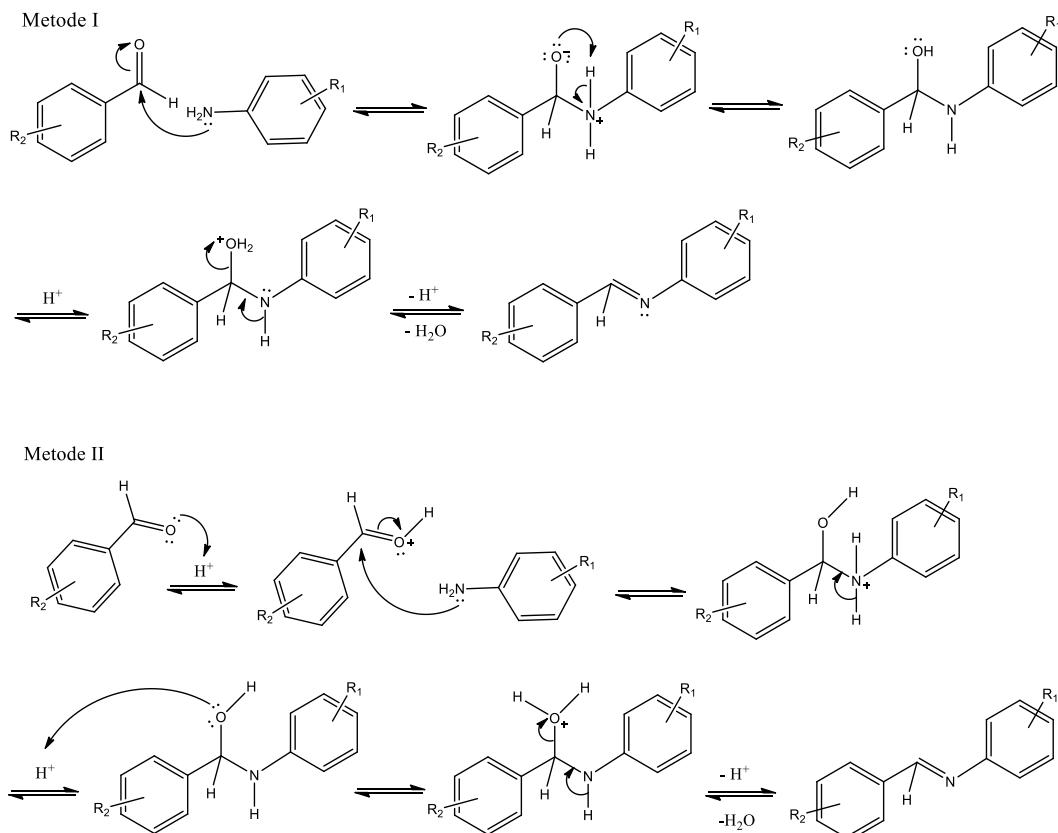
Jus lemon merupakan katalis asam alami yang kuat dan selektif terhadap reaksi kondensasi. Oleh karena itu jus lemon berperan dalam mengkatalisis reaksi yang ditandai dengan peningkatan senyawa basa Schiff dibandingkan dengan hasil reaksi tanpa adanya katalis (Pal dkk., 2013). Penggunaan katalis asam alami dari air buah-buahan merupakan alternatif untuk mengganti katalis asam dari bahan kimia berbahaya yang sering dipakai. Sehingga dapat mengurangi limbah kimia berbahaya dari sisa hasil reaksi, karena katalis tidak ikut bereaksi menjadi produk.

Patil (2012) menjelaskan bahwa penambahan katalis asam dalam sintesis senyawa basa Schiff dapat mempermudah penyerangan oleh nukleofil karena gugus karbonil lebih bermuatan positif. Akan tetapi, penggunaan katalis asam dalam sintesis senyawa basa Schiff perlu diperhatikan. Reaksi adisi tidak akan berjalan optimal apabila katalis menyebabkan pH menjadi terlalu asam, sedangkan reaksi eliminasi tidak akan terjadi apabila terlalu basa. Kondisi optimum pada reaksi basa Schiff adalah pada pH 3 sampai 4 (Fessenden and Fessenden, 1982). Oleh karena itu, diharapkan katalis asam alami dari air lemon dapat menjadi katalis yang tepat dalam sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina.

2.6 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Katalis Asam Alami

Sintesis senyawa basa Schiff menggunakan metode *green chemistry* dapat dilakukan dengan cara penggerusan tanpa pelarut dengan penambahan katalis asam alami (Khasanudin, 2018). Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode tanpa pelarut dan katalis asam bertujuan untuk meminimalisir terjadinya reaksi bolak-balik (*reversible*). Sehingga senyawa hasil sintesis yang diperoleh memiliki % hasil yang lebih tinggi dibandingkan dengan sintesis menggunakan pelarut dan katalis asam. Energi aktivasi yang dibutuhkan selama reaksi berlangsung dapat diperoleh dari penggerusan. Energi panas dihasilkan dari gesekan, dimana terjadi perubahan dari energi kinetik menjadi energi panas yang akan mempercepat reaksi antar padatan tersebut (Sana dkk., 2012).

Terdapat 2 metode sintesis yang dimungkinkan apabila berfokus pada mekanisme transformasi aldehida dan amina primer menjadi senyawa basa Schiff. Pada metode I, terjadi serangan nukleofilik amina primer pada karbonil menghasilkan senyawa hidroksil, kemudian menjadi senyawa basa Schiff ketika mengalami dehidrasi dengan bantuan katalis asam. Pada metode II, pembentukan senyawa basa Schiff sangat bergantung pada laju dehidrasi dari campuran reaksi. Untuk mengatasi kesulitan dalam menghilangkan air, digunakan asam lewis sebagai katalis yang mempercepat serangan nukleofilik amina pada karbon karbonil serta sebagai zat dehidrasi untuk menghilangkan air pada tahap kedua (Patil dkk., 2012). Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari senyawa aldehid dan amina primer menggunakan katalis asam ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.6 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff dari senyawa aldehid dan amina primer menggunakan katalis asam (Patil dkk., 2012)

Beberapa penelitian sebelumnya telah berhasil mensintesis senyawa imina dari beberapa alkil benzaldehida dan alkil anilina dengan penambahan katalis asam alami jeruk lemon (*Citrus limonum*), diperoleh hasil sebesar 72-100% (Patil dkk., 2012). Khasanudin (2018) berhasil mensintesis senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-anisidina tanpa menggunakan pelarut dan dengan penambahan katalis alami air jeruk nipis. Dengan variasi jumlah katalis asam jeruk nipis 0; 0,25; 0,5; dan 1 mL, diperoleh rendemen yang sangat tinggi, yakni sebesar 90,02%; 91,50%; 93,76%; dan 94,67%.

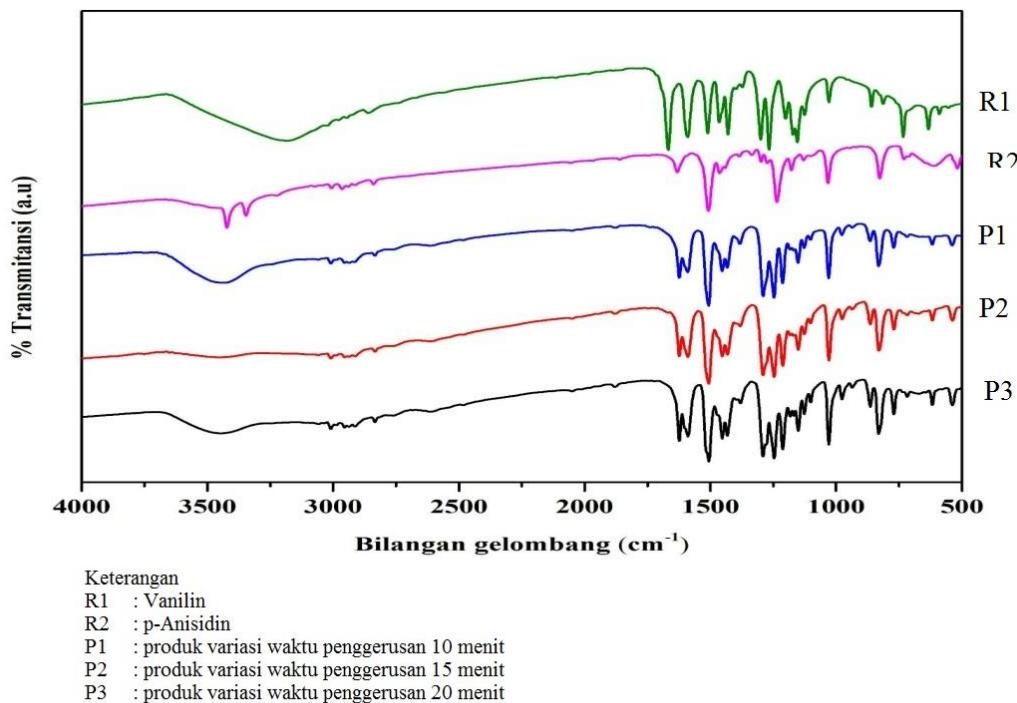
2.7 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff

2.7.1 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometri FTIR

Spektrofotometri FTIR (*Fourier Transform Infrared*) digunakan untuk menganalisis gugus fungsi suatu senyawa organik maupun anorganik berdasarkan serapannya pada rentang frekuensi $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ (Smith, 1987). Apabila suatu sampel dikenai radiasi inframerah, maka akan ada energi yang diserap dan diteruskan. Molekul yang menyerap energi radiasi inframerah akan mengalami vibrasi ikatan dengan pola absorbansi yang khas pada setiap gugus fungsi (Jatmiko dkk., 2008).

Senyawa basa Schiff memiliki serapan yang khas pada daerah $1550\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan gugus C=N dengan intensitas serapan yang tajam dan kuat (Wahab dkk., 2014). Adanya serapan gugus fungi imina (C=N) serta hilangnya serapan gugus amina (-NH₂) dan aldehid (-CH=O) pada senyawa produk menjadi penanda terbentuknya senyawa basa Schiff hasil sintesis antara amina primer dan aldehid (Kuswansi dkk., 2016).

Berdasarkan penelitian Adawiyah (2017), senyawa hasil sintesis antara vanilin dan *p*-anisidina memiliki serapan gugus imina (C=N) pada bilangan gelombang 1590 cm^{-1} , dengan bentuk serapan yang khas, yakni tajam dan kuat. Selain itu, diperoleh serapan melebar dari gugus -OH *stretching* pada daerah $3441\text{-}3451\text{ cm}^{-1}$, serapan gugus C-O fenol *stretching* pada daerah $1212\text{-}1213\text{ cm}^{-1}$, C_{sp}²-H *stretching* aromatik pada $2051\text{-}1878\text{ cm}^{-1}$ dan serapan gugus C=C aromatik pada 1623 dan 1507 cm^{-1} . Berikut merupakan spektra FTIR dari senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol yang ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.7 Spektra FTIR senyawa basa Schiff 2-metoksi-4-((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol (Adawiyah, 2017)

2.7.2 Karakterisasi Menggunakan GC-MS

GC-MS merupakan gabungan dari dua instrumen, yakni kromatografi gas dan spektroskopi masa. Prinsip dari GC-MS adalah pemisahan komponen-komponen dalam campurannya menggunakan kromatografi gas, dimana terdapat perbedaan distribusi terhadap fasa diam dan fasa gerak (Rohman dan Gandjar, 2012). Kemudian komponen yang telah terpisah diubah menjadi ion oleh spektroskopi masa sehingga dapat diketahui massa dari komponen tersebut.

Karakterisasi senyawa basa Schiff hasil sintesis menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa vanilin muncul pada waktu retensi (rt) 15,053 menit dengan persentase luas area 0,23%, kemudian senyawa basa Schiff muncul pada rt 25,294 menit dengan persentase luas area 99,34% (Maila, 2016). Senyawa basa Schiff hasil sintesis dari vanilin dan *p*-anisidina mempunyai nilai *m/z* pada ion molekuler

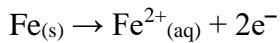
sebesar 257 dengan kelimpahan sebesar 100%, dimana nilai m/z tersebut sesuai dengan berat molekul senyawa target (Adawiyah, 2017).

2.8 Korosi

Korosi merupakan kerusakan atau penurunan kualitas suatu material karena reaksi elektrokimia dengan lingkungannya. Hampir semua lingkungan bersifat korosif sampai taraf tertentu, misalnya kelembaban udara, air tawar maupun air laut, gas industri, serta asam-asam mineral (Fontana, M. G., 1986). Terjadinya reaksi antara suatu logam dengan lingkungan yang korosif, menyebabkan hilangnya elektron dari logam akibat reaksi dengan air dan oksigen (Balaji, 2016). Air laut merupakan salah satu kondisi lingkungan yang sering menyebabkan korosi akibat kandungan berbagai macam garam didalamnya (Haryono, dkk., 2010). Oksigen dan kandungan air dalam udara yang bersentuhan dengan permukaan logam juga dapat menyebabkan korosi. Keasaman suatu media pengkorosif dapat mempengaruhi proses korosi dimana suatu logam yang berada dalam media asam akan lebih cepat terkorosi (Djaprie, 1995).

Haryono dkk. (2010) menggambarkan peristiwa korosi sebagai sel galvani yang mempunyai “hubungan pendek” dimana beberapa daerah permukaan logam bertindak sebagai katoda dan lainnya sebagai anoda. Pada peristiwa korosi, logam akan mengalami reaksi oksidasi dan oksigen akan mengalami reaksi reduksi. Produk dari reaksi tersebut adalah padatan Fe_2O_3 yang berwarna kecokelatan yang biasa disebut dengan karat (Vogel, 1979).

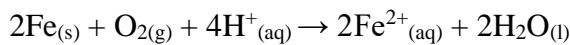
Menurut Chang (2003), pada wilayah permukaan logam yang berfungsi sebagai anoda terjadi reaksi oksidasi berikut:



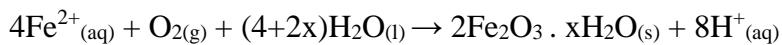
Pada wilayah katoda dari permukaan logam yang sama, elektron yang dilepaskan oleh besi pada reaksi oksidasi akan mereduksi oksigen di atmosfer menjadi air sebagaimana reaksi berikut :



Reaksi redoks keseluruhannya adalah :



Reaksi ini terjadi dalam medium asam dimana ion H^+ sebagian diperoleh dari reaksi karbon dioksida di atmosfer dengan air yang membentuk H_2CO_3 . Pada anoda, ion Fe^{2+} yang terbentuk dioksidasi lagi oleh oksigen sehingga menjadi bentuk terhidrasi dari besi(III) oksida yang dikenal sebagai karat. Reaksi yang terjadi adalah :



2.8.1 Inhibitor Korosi

Reaksi korosi pada permukaan logam tidak dapat dihentikan, sehingga mengendalikannya dengan cara memperlambat laju korosi merupakan solusi yang paling ekonomis (Bedair, 2017). Penggunaan inhibitor korosi merupakan cara yang paling efektif karena relatif murah dan prosesnya yang cukup sederhana. Inhibitor korosi merupakan suatu zat yang ditambahkan dalam jumlah kecil ke dalam lingkungan pengkorosif, sehingga dapat memperlambat laju korosi antara logam dengan lingkungan tersebut. Umumnya inhibitor korosi berasal dari senyawa-senyawa organik dan anorganik dengan gugus-gugus yang memiliki pasangan elektron bebas, seperti nitrit, kromat, fosfat, urea, fenilalanin, imidazolin, dan senyawa-senyawa amina (Ali, dkk., 2014).

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.

Senyawa basa Schiff yang memiliki elektron phi (π) serta lebih dari satu heteroatom menunjukkan sifat penghambat yang tinggi. Hal tersebut disebabkan oleh adanya elektron untuk berinteraksi dengan permukaan logam, sehingga terbentuk lapisan yang memisahkan permukaan logam dengan media pengkorosif (Bhkakh dkk., 2015, Liu dkk., 2015). Senyawa inhibitor organik termasuk senyawa basa Schiff, menghambat korosi logam dalam larutan asam melalui mekanisme adsorpsi. Proses adsorpsi dapat terjadi melalui penggantian molekul pelarut dari permukaan logam oleh ion dan molekul senyawa inhibitor yang terakumulasi disekitar permukaan logam atau larutan (Eissa, 2015; Gupta, dkk., 2016).

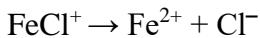
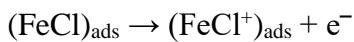
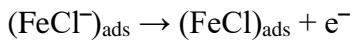
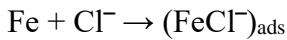
Menurut Ahamad dkk. (2010), dalam larutan asam berair, senyawa basa schiff dapat berada sebagai molekul netral atau dalam bentuk terprotonasi (kation). Sehingga mekanisme adsorpsi yang dapat terjadi adalah sebagai berikut :

1. Interaksi elektrostatis senyawa basa Schiff terprotonasi dengan ion klorida yang telah teradsorpsi (efek sinergisme).
2. Interaksi donor-akseptor antara elektron π dari cincin aromatik dengan orbital d kosong dari atom besi permukaan logam.

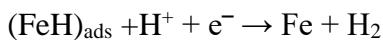
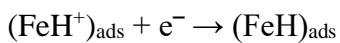
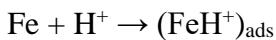
3. Interaksi antara pasangan elektron bebas (PEB) atom hetero dengan orbital d kosong dari atom besi permukaan logam.

Dalam larutan HCl 1 M, senyawa basa Schiff dapat berada dalam bentuk terprotonasi sehingga atom N pada gugus imina (-C=N-) menjadi bermuatan positif (C=NH⁺). Adanya ion klorida terhidrasi menyebabkan permukaan logam mengandung muatan negatif yang berlebihan. Oleh karena itu, adsorpsi inhibitor basa Schiff dapat terjadi melalui interaksi elektrostatik antara molekul inhibitor yang bermuatan positif dengan permukaan logam yang bermuatan negatif (Gupta, dkk., 2016).

Menurut Liu dkk. (2015), pelarutan besi pada sisi anodik logam dalam larutan HCl dapat mengikuti langkah-langkah:



Reaksi evolusi hidrogen pada sisi katodik dapat mengikuti langkah-langkah:



Ion klorida pertama kali teradsorpsi ke permukaan logam bermuatan positif melalui tarikan coulomb. Molekul inhibitor yang teradsorpsi berinteraksi dengan spesies $(\text{FeCl}^-)_{\text{ads}}$ untuk membentuk lapisan tunggal di permukaan dengan membentuk suatu senyawa. Sedangkan menurut Singh (2012), molekul basa Schiff yang teradsorpsi bersaing dengan H^+ berair dalam sisi katodiknya. Sehingga dapat

mengurangi reaksi reduksi yang terjadi pada permukaan logam akibat serangan dari ion H⁺.

Selain melalui interaksi elektrostatik, mekanisme adsorpsi inhibitor basa Schiff dapat terjadi melalui interaksi donor-akseptor antara elektron π pada cincin aromatik dan gugus imina (-C=N-) serta pasangan elektron bebas (PEB) atom hetero terhadap orbital d kosong atom logam (Ahamad, dkk., 2010). Konfigurasi elektron Fe²⁺ adalah [Ar] 3d⁶. Orbital 3d bercampur dengan orbital 4s dan 4p yang tidak ditempati untuk membentuk orbital hibrid sp³ atau d²sp³ yang mungkin diorientasikan sesuai dengan pasangan elektron bebas (PEB) nitrogen atau oksigen dalam senyawa inhibitor. Ketika orbital Fe dan inhibitor tumpang tindih, kompleks tetrahedral, bujur sangkar, atau oktahedral dimana logam memiliki kulit valensi yang terisi akan terbentuk. Ketika molekul inhibitor membentuk kompleks dengan atom logam, ikatan koordinasi terbentuk melalui transfer elektron dari atom nitrogen inhibitor ke orbital d logam (Jamil, dkk., 2018).

2.8.2 Metode Gravimetri (*Weight Loss Measurement*)

Kualitas dan efisiensi suatu inhibitor dapat ditentukan dari nilai efisiensi inhibisinya. Terdapat beberapa metode yang dapat dilakukan untuk menentukan nilai efisiensi inhibisi dari suatu inhibitor, salah satunya yakni metode gravimetri atau metode kehilangan berat (*Weight Loss Measurement*). Metode gravimetri atau metode kehilangan berat digunakan untuk mengamati perbedaan ketika tidak ditambahkan dan ditambahkan inhibitor korosi pada sampel logam dalam media pengkorosif dengan konsentrasi yang berbeda. Kelebihan dari metode tersebut adalah mudah, tidak membutuhkan biaya besar, serta dapat dilakukan hanya dengan

sampel logam yang kecil. Persentase efisiensi inhibisi (η) dapat dihitung dengan (Liu dkk., 2015):

$$\eta(\%) = \frac{W_0 - W_1}{W_0} \times 100$$

Keterangan :

$\eta(\%)$ = Efisiensi inhibitor (%)

W_0 = Berat yang hilang tanpa menggunakan inhibitor

W_1 = Berat yang hilang dengan menggunakan inhibitor

2.9 Senyawa Basa Schiff dalam Perspektif Islam

Allah SWT memerintahkan manusia agar menggunakan akalnya untuk memikirkan, merenungi, dan mencermati tentang ke-Esaan dan kebesaran-Nya dalam menciptakan segala sesuatu yang ada di langit dan bumi. Sebagaimana dalam surat Ali Imran ayat 190-191, disebutkan bahwa orang-orang yang berakal ('Ulul Albab) merupakan orang-orang yang menggunakan akal pikirannya untuk mengambil manfaat, hikmah, dan keutamaan dari penciptaan langit dan bumi. Allah SWT menunjukkan betapa besar hikmah dari ciptaan-Nya bagi kehidupan manusia dalam surat Al Baqarah ayat 164 berikut:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَآخْتِلْفِ الْأَنْوَارِ وَالْفُلْكِ الَّتِي تَجْرِي فِي الْبَحْرِ إِمَّا
يَنْفَعُ النَّاسَ وَمَا أَنْزَلَ اللَّهُ مِنَ السَّمَاءِ مِنْ مَاءٍ فَأَنْجِيَ بِهِ الْأَرْضَ بَعْدَ مَوْتِهَا وَبَئَثَ فِيهَا مِنْ
كُلِّ دَابَّةٍ وَتَصْرِيفِ الْرِّيحِ وَالسَّحَابِ الْمُسَحَّرِ بَيْنَ السَّمَاءِ وَالْأَرْضِ لَعَائِدٍ لِقَوْمٍ
يَعْقِلُونَ

“Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, silih bergantinya malam dan siang, bahtera yang berlayar di laut membawa apa yang berguna bagi manusia, dan apa yang Allah turunkan dari langit berupa air, lalu dengan air itu Dia hidupkan bumi sesudah mati (kering)-nya dan Dia sebarkan di bumi itu segala jenis hewan, dan pengisaran angin dan awan yang dikendalikan antara langit dan bumi; sungguh (terdapat) tanda-tanda (keesaan dan kebesaran Allah) bagi kaum yang memikirkan.” (QS. Al Baqarah: 164)

Allah SWT memberikan rahmat kepada seluruh makhluk-Nya berupa air hujan yang turun dari langit sehingga membasahi bumi yang kering dan denganya hiduplah tumbuh-tumbuhan sebagai sumber makanan bagi hewan dan manusia. Selain sebagai sumber makanan, tumbuh-tumbuhan memiliki banyak manfaat lain, seperti sebagai obat, pakaian, serta penunjang kehidupan lainnya. Salah satu contoh pemanfaatan tumbuhan yang dilakukan pada penelitian ini adalah penggunaan jus buah lemon sebagai katalis. Selain itu, senyawa vanilin yang digunakan sebagai reaktan pada sintesis basa Schiff merupakan senyawa yang terkandung dalam biji tanaman vanili (*Vanili planifolia*). Pemanfaatan tumbuh-tumbuhan yang semakin luas dalam kehidupan merupakan bukti bahwa Allah SWT mengilhamkan dan memberi ilmu kepada manusia yang mau berpikir. sebagaimana dalam firman Allah syrat An Nahl ayat 78 berikut:

وَاللَّهُ أَخْرَجَكُم مِّنْ بُطُونِ أُمَّهِتُكُمْ لَا تَعْلَمُونَ شَيْئًا وَجَعَلَ لَكُمُ الْسَّمْعَ وَالْأَبْصَرَ وَالْأَفْقَادَ^۱

لَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ

“Dan Allah mengeluarkan kamu dari perut ibumu dalam keadaan tidak mengetahui sesuatupun, dan Dia memberi kamu pendengaran, penglihatan, dan hati agar kamu bersyukur.” (Q.S. An Nahl : 78)

Menurut tafsir al-Maraghi (1974), ayat ini menjelaskan bahwa setelah Allah SWT mengeluarkan manusia dari perut seorang ibu maka Dia menjadikan mereka dapat memahami segala sesuatu yang sebelumnya tidak diketahui. Allah SWT

memberikan anugerah berupa pendengaran, penglihatan, hati, dan akal dengan maksud agar manusia bersyukur. Salah satu bentuk bersyukur atas karunia tersebut adalah dengan memanfaatkannya sebaik mungkin hingga dapat meningkatkan keimanan dan ketaqwaan.

Sebagai manusia, sudah seharusnya kita menggunakan akal pikiran yang dikaruniakan oleh Allah SWT untuk membedakan mana yang baik dan mana yang buruk. Potensi tersebut akan sia-sia jika tidak digunakan dengan maksimal untuk memperoleh ilmu pengetahuan yang bermanfaat bagi kehidupan di dunia. Allah SWT tidak menciptakan segala sesuatu tanpa manfaat, oleh karena itu sebagai manusia yang beriman sudah seharusnya kita memikirkan dan merenungkan setiap ciptaan-Nya agar dapat dimanfaatkan dengan sebaik mungkin.

Dalam penelitian ini, salah satu aplikasi dari hasil berpikir manusia adalah pengembangan senyawa vanilin yang digunakan dalam sintesis senyawa Basa Schiff. Allah SWT telah menyediakan senyawa vanilin yang memiliki berbagai macam kegunaan di alam. Senyawa tersebut dapat dikembangkan dan dimodifikasi oleh manusia menjadi senyawa lain yang lebih bermanfaat melalui proses sintesis. Senyawa Basa Schiff hasil sintesis antara senyawa *o*-vanilin dengan *p*-anisidina dapat digunakan sebagai inhibitor korosi yang lebih baik dari senyawa vanilin itu sendiri.

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan skala laboratorium pada bulan September 2019 sampai Juli 2020 di Laboratorium Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, seperangkat tabung reaksi dan rak tabung reaksi, bola hisap, mortar dan alu, neraca analitik, desikator, pemeras jeruk, MPA (Melting Point Aparatus), indikator universal, kertas saring, kertas amplas, spektrofotometer FTIR VARIAN tipe FT 1000, dan spektrometer GC-MS QP2010S SHIMADZU.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *o*-vanilin p.a (Merck), *p*-anisidina p.a (Merck), lemon (*Citrus limonium*), lempeng besi (*cutter* Joyko L-150), aseton, kloroform, larutan NaOH 2 M, larutan HCl 1 M, DMSO, dan aquades.

3.3 Rancangan Penelitian

Dalam melakukan penelitian ini, dilakukan beberapa tahap penelitian, yakni:

1. Preparasi katalis asam dari lemon (*Citrus limonium*)

2. Sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan menggunakan variasi volume katalis asam lemon (*Citrus limonium*) sebanyak 0; 0,25; 0,5; dan 1 mL. Reaksi tanpa katalis (0 mL) digunakan sebagai kontrol
3. Uji titik lebur senyawa produk sintesis
4. Uji kelarutan senyawa produk sintesis
5. Karakterisasi senyawa produk sintesis menggunakan spektrofotometri FTIR
6. Karakterisasi senyawa produk sintesis menggunakan GC-MS
7. Uji efisiensi inhibitor dalam media larutan asam HCl 1M

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Katalis Asam Lemon (*Citrus limonium*) (Pal, 2013)

Lemon dicuci dan dibelah menjadi dua, kemudian diperas untuk diambil airnya. Air yang dihasilkan kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring agar terpisah dari ampas dan bijinya. Air lemon dicek nilai pHnya kemudian diencerkan hingga pH 4 menggunakan aquades. Air lemon siap digunakan sebagai katalis dalam sintesis.

3.4.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Anisidina

Dimasukkan *o*-vanilin sebanyak 7,5 mmol (1,141 gram) ke dalam mortar. Kemudian ditambahkan 7,5 mmol (0,924 gram) *p*-anisidina dan katalis asam jus lemon (*Citrus limonium*) dengan variasi volume secara berturut-turut 0; 0,25; 0,5; dan 1 mL. Selanjutnya digerus pada suhu ruangan selama 10 menit (Huda, 2019) sampai dihasilkan padatan berwarna cokelat kehijauan. Padatan yang terbentuk dicuci menggunakan aquades dingin hingga pH mencapai pH aquades. Padatan

dikeringkan dalam desikator dan ditentukan titik leburnya. Kemudian padatan produk sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR dan GC-MS.

3.4.3 Uji Titik Lebur Senyawa Produk Sintesis

Titik lebur senyawa produk sintesis diukur menggunakan *melting point apparatus* (MPA). Padatan senyawa produk sintesis dimasukkan kedalam pipa kapiler kemudian dimasukkan kedalam alat. Digunakan sistem *range* dalam penentuan titik lebur, dimana titik bawah terukur sejak sampel pertama kali melebur dan titik atas terukur ketika sampel melebur sempurna. Dilakukan tiga kali pengulangan pada masing-masing senyawa produk sintesis untuk mendapatkan data yang valid.

3.4.4 Uji Kelarutan Senyawa Produk Sintesis

Senyawa produk sintesis diuji kelarutannya dalam akuades dan larutan NaOH. Sebanyak 0,001 gram *o*-vanilin, *p*-anisidina, dan senyawa produk sintesis dimasukkan masing-masing kedalam dua tabung reaksi yang berbeda, kemudian ditambahkan 3 mL akuades pada tabung pertama, dan 3 mL larutan NaOH 2M pada tabung kedua.

3.4.5 Karakterisasi Senyawa Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometri

FTIR

Gugus fungsi senyawa produk sintesis diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Senyawa produk dicampur dengan matriks KBr dengan perbandingan sampel : KBr (1:29) kemudian digerus menggunakan mortar agate. Selanjutnya, campuran sampel dan KBr dibentuk menjadi pellet. Pellet yang sudah jadi diletakkan pada *sample holder* dalam instrumen FTIR kemudian diradiasi dengan sinar inframerah (IR) pada panjang gelombang 4000-400 cm⁻¹.

3.4.6 Karakterisasi Senyawa Produk Sintesis Menggunakan GC-MS

Sebanyak 5 μL senyawa produk sintesis yang telah dilarutkan dalam kloroform dengan konsentrasi 30.000 ppm diinjeksikan kedalam GC-MS QP2010S SHIMADZU menggunakan *syringe*, dengan kondisi operasional sebagai berikut :

Jenis kolom	: Rtx 5
Panjang kolom	: 30 meter
Oven	: terprogram 70°C (5 menit) – 300°C (70 menit)
Temperatur injektor	: 300°C
Tekanan gas	: 13,7kPa
Kecepatan aliran gas	: 0,5 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium

3.4.7 Uji Efisiensi Inhibitor

3.4.7.1 Pembuatan Spesimen Uji

Pembuatan spesimen uji dilakukan sebelum perendaman dalam larutan pengkorosi. Logam besi *cutter* Joyko L-150 dipotong berbentuk lempengan dengan ukuran 5cm x 2cm x 0,05cm. Setelah lempeng besi terbentuk selanjutnya dirapikan permukaan sampingnya dengan cara diamplas sampai halus. Kemudian lempeng besi yang terbentuk sesuai ukuran dicuci dengan aseton dan dikeringkan pada suhu ruang (Chitra, dkk, 2010).

3.4.7.2 Pembuatan Larutan Inhibitor

Larutan inhibitor korosi basa Schiff 10.000 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,25 g basa Schiff hasil sintesis yang telah ditambahkan 0,5 mL DMSO ke dalam 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 1000 ppm, 3000 ppm, 5000 ppm, dan 7000 ppm (Ginting, 2014).

3.4.7.3 Pengujian Efisiensi Inhibitor

Larutan perendaman lempeng besi diambil dari larutan inhibitor 1000 ppm, 3000 ppm, 5000 ppm, dan 7000 ppm sebanyak 5 mL dan dimasukkan ke 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 24 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 dan dilakukan pengujian dengan prosedur yang sama. Dihitung efisiensi inhibitor korosinya (Chitra, dkk, 2010).

3.4.8 Analisis Data

1. Karakter senyawa hasil sintesis yang diperoleh yaitu berupa padatan berwarna abu-abu kehijauan, sedikit larut dalam air, larut sempurna ketika bereaksi dengan NaOH dalam air
2. Identifikasi gugus fungsi senyawa hasil sintesis menggunakan spektrofotometri FTIR dimana senyawa target memiliki serapan yang khas, yakni gugus C=N yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang 1500-1600 cm⁻¹.
3. Struktur senyawa hasil sintesis dianalisis dari pola fragmentasinya pada spektra masa.

BAB IV

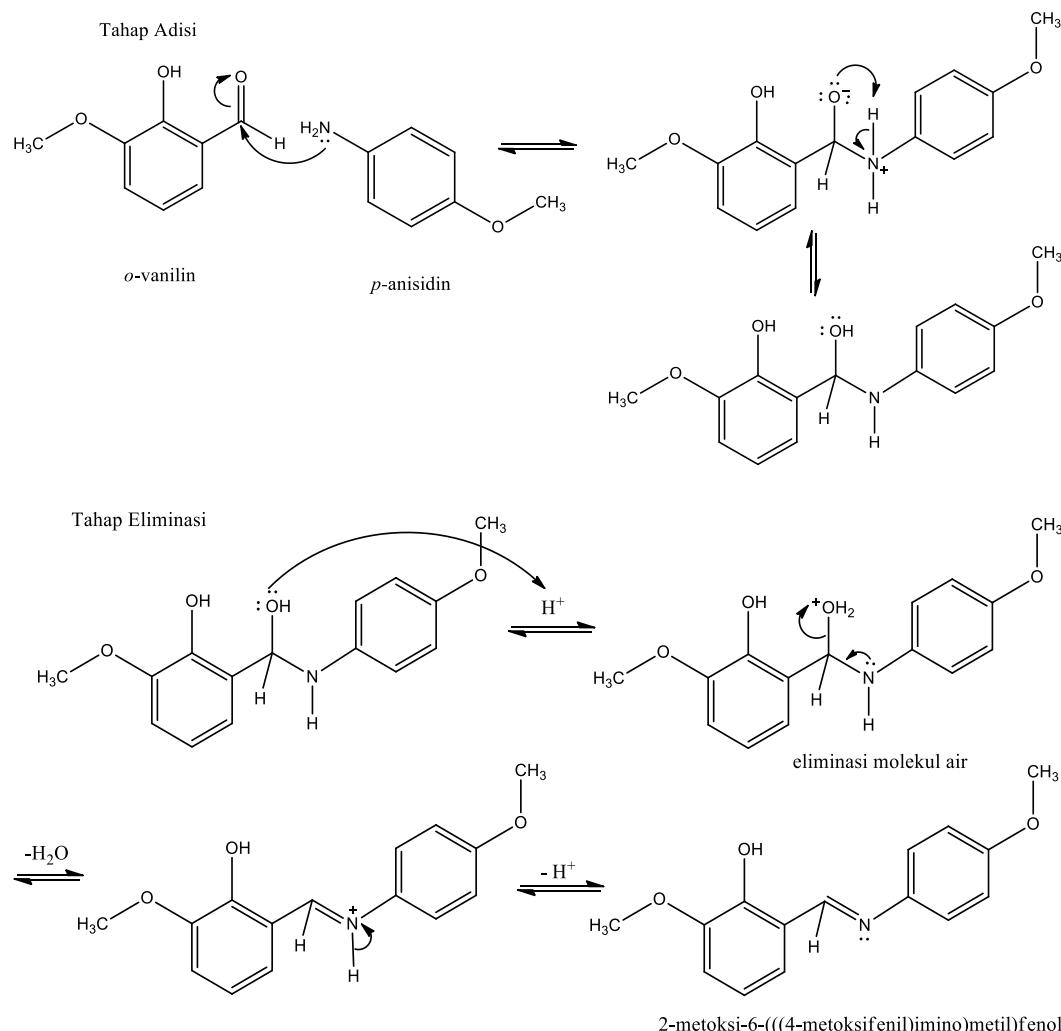
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol Menggunakan Katalis Jus Lemon (*Citrus limonium*)

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol diperoleh dari hasil sintesis antara *o*-vanilin dan *p*-anisidina. Sintesis dilakukan dengan metode penggerusan pada suhu ruang selama 10 menit dengan bantuan katalis jus lemon yang telah diencerkan dengan aquades hingga mencapai nilai pH 4. Proses penggerusan menghasilkan energi aktivasi yang dibutuhkan selama reaksi berlangsung karena terjadi perubahan dari energi mekanik menjadi energi panas yang akan mempercepat reaksi antar molekul (Sana dkk., 2012).

Reaksi pembentukan basa Schiff merupakan reaksi asam-basa Lewis karena melibatkan proses serah terima pasangan elektron. Gugus karbonil dari *o*-vanilin yang berperan sebagai penerima pasangan elektron (elektrofil) merupakan asam Lewis, sedangkan gugus amina pada *p*-anisidina yang berperan sebagai pendonor pasangan elektron (nukleofil) merupakan basa Lewis. Mekanisme reaksi yang diduga terjadi selama proses sintesis berlangsung ditunjukkan pada Gambar 4.1 dimana terjadi dua tahap reaksi yakni adisi dan eliminasi. Pada tahap adisi terjadi penyerangan oleh nukleofil gugus amina primer yang menyebabkan terputusnya ikatan rangkap gugus karbonil dan menghasilkan gugus hidroksil. Pada tahap eliminasi, gugus hidroksil yang terbentuk dari tahap adisi diprotonasi oleh H⁺ dari katalis asam yang akan mempermudah proses pelepasan air sehingga terbentuk

gugus imina dan menghasilkan produk berupa senyawa basa Schiff (Fessenden dan Fessenden, 1982).



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme reaksi sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina menggunakan katalis asam jus lemon berdasarkan Fessenden dan Fessenden (1982) dan Patil, dkk. (2012)

Produk hasil sintesis dicuci dengan akuades dingin untuk menghilangkan sisa katalis yang ditandai dengan nilai pH filtrat sama dengan pH akuades. *o*-Vanilin dan *p*-anisidina tidak berwarna ketika dilarutkan dalam akuades, sedangkan filtrat hasil pencucian berwarna kekuningan. Hal tersebut menandakan bahwa terdapat senyawa baru yang terbentuk dari proses sintesis dan sedikit larut selama pencucian. Oleh karena itu digunakan akuades dingin untuk mengurangi kelarutan

produk saat proses pencucian. Produk sintesis disimpan dalam desikator untuk menguapkan sisa molekul air yang ditandai dengan hasil penimbangan berat produk telah konstan.

Produk hasil sintesis yang telah kering dikarakterisasi secara fisik meliputi wujud, warna, rendemen, serta titik leburnya. Tabel 4.1 menunjukkan hasil karakterisasi secara fisik dari reaktan yang digunakan serta produk hasil sintesis pada masing-masing variasi volume katalis. Berdasarkan hasil karakterisasi diketahui bahwa keempat produk memiliki wujud yang sama, yakni padatan berwarna cokelat kehijauan. Keempat produk sintesis memiliki titik lebur yang hampir sama yakni pada rentang 85-91 °C, sedangkan *o*-vanilin memiliki titik lebur pada rentang 40-42 °C dan *p*-anisidina pada 57 °C. Perbedaan karakter fisik dari senyawa reaktan dan produk mengindikasikan adanya senyawa baru yang diduga senyawa target dengan berat molekul yang lebih besar. Dugaan tersebut berdasarkan pada nilai titik lebur produk yang lebih tinggi dari reaktan. Diantara keempat produk sintesis, produk variasi volume katalis lemon 1 mL menghasilkan massa produk paling tinggi yakni sebesar 1,916 gram.

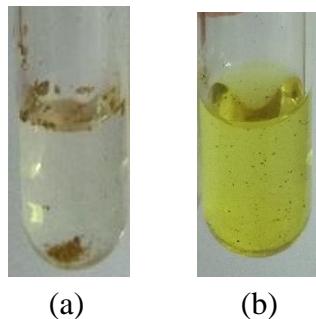
Tabel 4.1 Hasil Pengamatan secara fisik dari reaktan dan produk sintesis

Senyawa	Parameter Pengamatan			
	Bentuk	Warna	Massa (g)	Titik Lebur (°C)
<i>o</i> -vanilin	Padatan	Putih kekuningan	1,141	40-42 °C
<i>p</i> -anisidina	Padatan	Hitam	0,924	57 °C
P ₀	Padatan	Cokelat Kehijauan	1,848	85,6-91,6 °C
P _{0,25}	Padatan	Cokelat Kehijauan	1,891	85,3-91,6 °C
P _{0,5}	Padatan	Cokelat Kehijauan	1,866	85-91 °C
P ₁	Padatan	Cokelat Kehijauan	1,916	85-90,6 °C

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

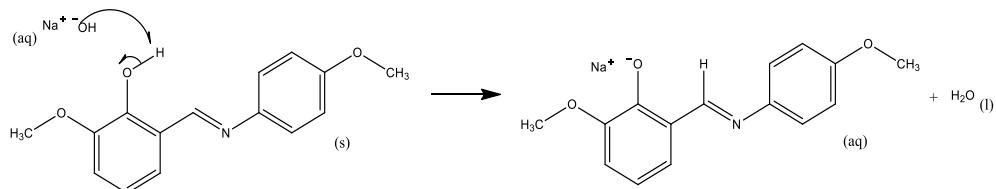
4.2 Uji Kelarutan Senyawa Produk sintesis dengan NaOH

Uji kelarutan produk sintesis bertujuan untuk memperkuat dugaan terbentuknya senyawa basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol berdasarkan kelarutannya dalam larutan NaOH. Kelarutan produk sintesis dalam larutan NaOH dipengaruhi oleh reaksi asam basa Bronsted-Lowry, dimana senyawa basa Schiff yang merupakan senyawa fenolat mendonorkan proton (asam) sedangkan NaOH menerima proton (basa). Reaksi antara asam dan basa menghasilkan garam yang larut dalam air. Oleh karena itu kelarutan produk sintesis dalam NaOH dapat mengindikasikan terbentuknya senyawa target basa Schiff 2-metoksi-6(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.



Gambar 4.2 Hasil uji kelarutan produk sintesis dalam (a) akuades dan (b) larutan NaOH

Gambar 4.2 menunjukkan kelarutan masing-masing produk dalam akuades dan larutan NaOH. Produk sintesis sedikit larut dalam akuades yang ditandai dengan banyaknya endapan produk (a), sedangkan dalam larutan NaOH produk sintesis larut disertai dengan perubahan warna larutan menjadi kuning (b) dengan sedikit padatan hitam melayang dalam larutan yang diduga merupakan sisa reaktan *p*-anisidina. Reaksi yang terjadi selama uji kelarutan dapat dilihat pada Gambar 4.3.

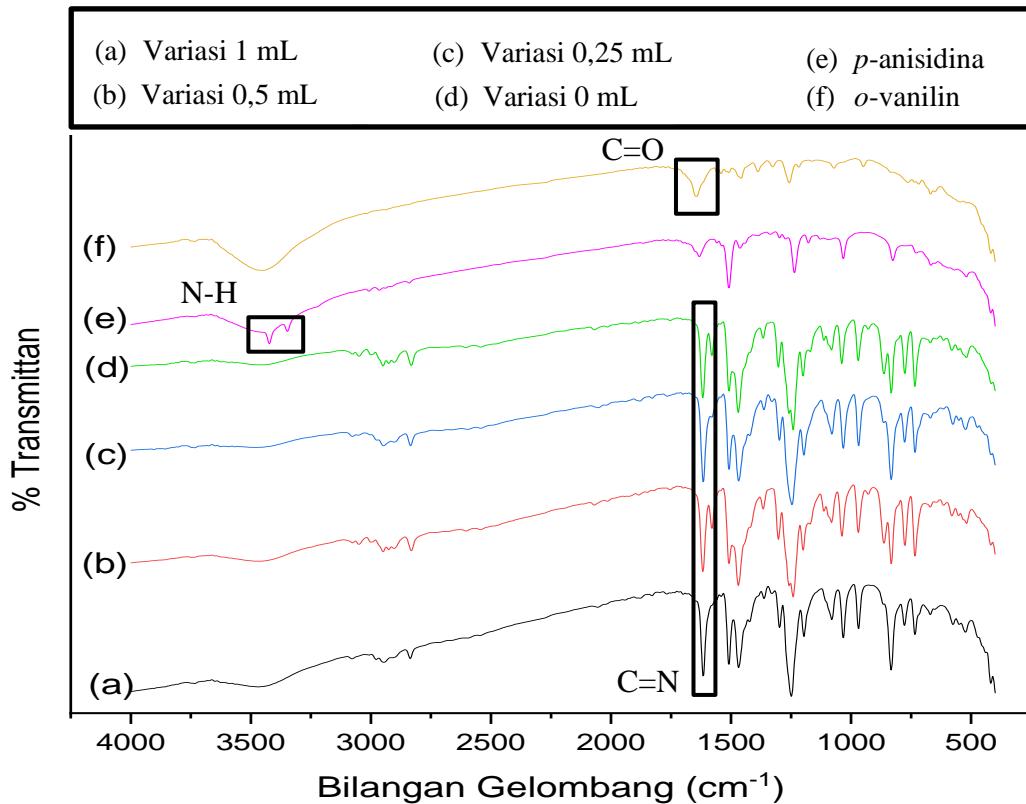


Gambar 4.3 Reaksi senyawa 2-metoksi-6-((4-metoksifenil)imino)methylfenol dengan NaOH

Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenil)imino)methylfenol merupakan golongan senyawa fenolat karena memiliki gugus hidroksil (-OH) yang cenderung bersifat asam, sehingga dapat melepaskan proton (H⁺) yang dimiliki oleh gugus hidroksil tersebut. Kelebihan elektron pada atom O setelah melepaskan proton dapat distabilkan dengan mendelokalisasikan elektron melalui cincin aromatik. Reaksi dengan larutan NaOH menyebabkan proton gugus hidroksil berikatan dengan gugus -OH dari NaOH menjadi air. Sedangkan ion Na⁺ mengantikan posisi proton (ion H⁺) dan berinteraksi secara ionik membentuk garam natrium fenolat yang larut dalam air.

4.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektrofotometri FTIR

Karakterisasi menggunakan spektrofotometri FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa reaktan maupun produk sintesis. Hasil karakterisasi berupa spektrum FTIR yang menunjukkan gugus-gugus fungsi berupa grafik perbandingan antara % transmitansi terhadap bilangan gelombang. Hasil karakterisasi FTIR dari produk sintesis dan kedua reaktan dapat dilihat pada Gambar 4.4 dan Tabel 4.2.



Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR produk sintesis dan reaktan

Berdasarkan Gambar 4.4 dan Tabel 4.2, keempat produk sintesis menghasilkan spektra IR dengan intensitas, bentuk serapan, dan nilai bilangan gelombang yang relatif sama. Munculnya serapan khas gugus fungsi imina (C=N) pada bilangan gelombang 1615-1617 cm⁻¹ dengan karakteristik serapan yang tajam dan kuat menandakan bahwa senyawa target basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol telah terbentuk dalam keempat produk sintesis. Hasil tersebut sesuai dengan nilai serapan gugus imina pada senyawa basa Schiff yang disintesis oleh Bendale dkk. (2011) dari *o*-vanilin dan *p*-toluidin, yakni pada bilangan gelombang 1616 cm⁻¹.

Tabel 4.2 Gugus fungsi dan bilangan gelombang senyawa produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm⁻¹)			
	P₀	P_{0,25}	P_{0,5}	P₁
-OH <i>stretching</i>	3469	3480	3464	3452
Csp ² -H <i>stretching</i> aromatik	3078	3079	3049	3049
Csp ³ -H <i>stretching</i> alifatik	2946	2947	2949	2949
Overtone aromatik	2000-1766	2000-1766	2000-1766	2000-1766
C=C aromatik	1509 dan 1468	1508 dan 1468	1508 dan 1469	1509 dan 1469
-C=N <i>stretching</i>	1615	1616	1617	1617
Ph-O-C asimetrik	1248	1246	1241	1241
C-O <i>stretching</i> fenol	1196	1196	1199	1200
Ph-O-C simetrik	1032	1032	1038	1038

Dugaan terbentuknya senyawa target pada produk sintesis diperkuat dengan adanya serapan gugus-gugus fungsi lain yang sesuai. Adanya gugus hidroksil ditunjukkan oleh serapan melebar yang khas milik gugus -OH *stretching* serta serapan dari vibrasi *stretching* gugus C-O fenol. Adanya cincin aromatik pada senyawa produk ditunjukkan dengan munculnya dua serapan gugus C=C aromatik, serapan overtone aromatik, dan serapan Csp²-H *stretching* aromatik yang khas muncul pada bilangan gelombang diatas 3000 cm⁻¹. Kemudian adanya substituen metoksi yang terikat pada cincin aromatis ditunjukkan oleh serapan kuat milik Ph-O-C asimetrik, Ph-O-C simetrik, serta serapan vibrasi *stretching* Csp³-H alifatik. Bilangan gelombang serapan gugus-gugus fungsi pada produk sintesis sesuai dengan literatur pada Tabel 4.4.

Tabel 4.3 Perbandingan serapan gugus fungsi pada reaktan dan produk sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm⁻¹)		
	<i>o</i>-Vanilin	<i>p</i>-Anisidina	Produk Sintesis
-OH <i>stretching</i>	3428	-	3480-3452
-N-H	-	3409-3347	-
-C=O	1644	-	-
-C=N	-	-	1615-1617

Tabel 4.4 Perbandingan serapan gugus fungsi produk sintesis dengan literatur

Gugus Fungsi	Range Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Range Pustaka (cm ⁻¹) (Socrates, 1994)	Intensitas (Socrates, 1994)
-OH stretching	3480-3452	3550-3230	m-s
Csp ² -H stretching aromatik	3079-3049	3080-3010	m-s
Csp ³ -H stretching alifatik	2949-2946	2975-2865	m-s
Overtone aromatik	2000-1766	2000-1650	w
C=C aromatik	1509-1508 dan 1469-1468	1525-1470 dan 1470-1430	v
-C=N stretching	1615-1617	1645-1605	v
Ph-O-C asimetrik	1248-1241	1310-1210	vs
C-O stretching fenol	1200-1196	1260-1180	s
Ph-O-C simetrik	1081-1079	1120-1020	s

Keterangan :

- v = *variable* (ber variasi)
- m = *medium* (sedang)
- s = *strong* (kuat)
- vs = *very strong* (sangat kuat)

Tabel 4.3 menunjukkan perbandingan nilai bilangan gelombang spektra IR dari keempat produk sintesis dengan spektra *o*-vanilin dan *p*-anisidina yang merupakan senyawa reaktan. Pada spektra produk tidak terdapat serapan khas gugus karbonil (-C=O) dari *o*-vanilin serta serapan khas gugus amina (-N-H) dari *p*-anisidina. Selain itu, terjadi pergeseran bilangan gelombang gugus fungsi -OH *o*-vanilin ke arah bilangan gelombang yang lebih besar pada gugus fungsi -OH produk sintesis. Adanya serapan gugus imina serta tidak adanya serapan gugus khas dari kedua reaktan pada senyawa produk memperkuat dugaan terbentuknya senyawa target basa Schiff. Akan tetapi terdapat kemiripan nilai bilangan gelombang antara beberapa gugus fungsi sehingga diperlukan karakterisasi lebih lanjut menggunakan instrumen lain seperti GC-MS yang memberikan data secara kuantitatif dan kualitatif.

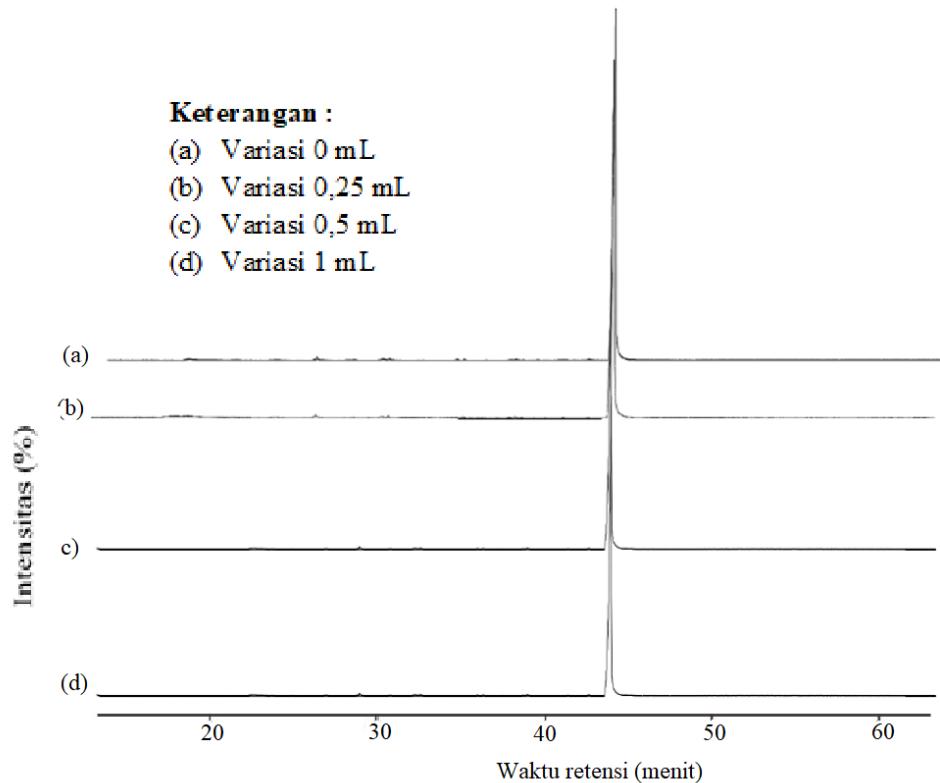
4.4 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan GC-MS

Karakterisasi produk sintesis menggunakan GC-MS dilakukan untuk mengidentifikasi senyawa yang terdapat dalam produk berdasarkan pada perbedaan berat molekul senyawa tersebut. Data yang diperoleh berupa kromatogram yang menunjukkan jumlah senyawa yang terbentuk dari proses sintesis serta persentase kemurnian senyawa target. Sedangkan pada spektra massa dapat diketahui berat molekul serta pola fragmentasi dari senyawa produk sehingga dapat memperkuat dugaan bahwa senyawa target telah terbentuk. Karakterisasi dilakukan terhadap keempat produk sintesis dengan hasil yang ditunjukkan pada Tabel 4.5, sehingga produk sintesis variasi volume katalis 1 mL merupakan hasil sintesis terbaik dengan rendemen tertinggi yakni 99,3%. Hasil kromatogram keempat produk dapat dilihat pada Gambar 4.5.

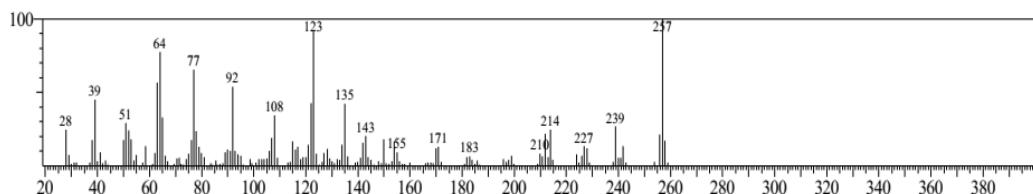
Tabel 4.5 Hasil karakterisasi GC-MS

Senyawa	Hasil GC-MS			Rendemen (%)
	Waktu retensi (menit)	% Area	Ion molekuler (m/z)	
P ₀	44,142	100%	257	95,8
P _{0,25}	44,174	100%	257	98
P _{0,5}	44,178	100%	257	96,7
P ₁	44,178	100%	257	99,3

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



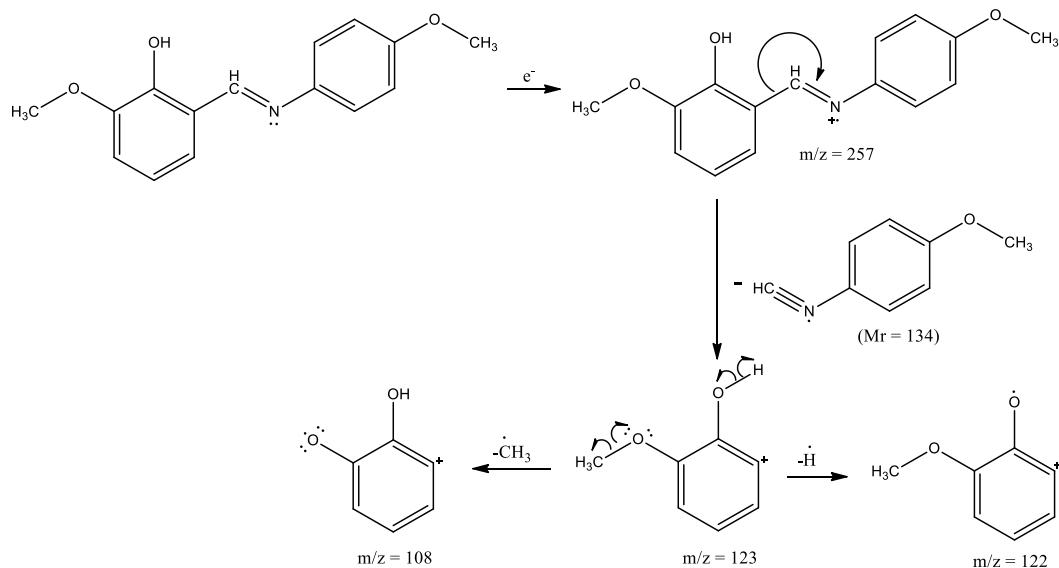
Gambar 4.5 Kromatogram keempat produk sintesis



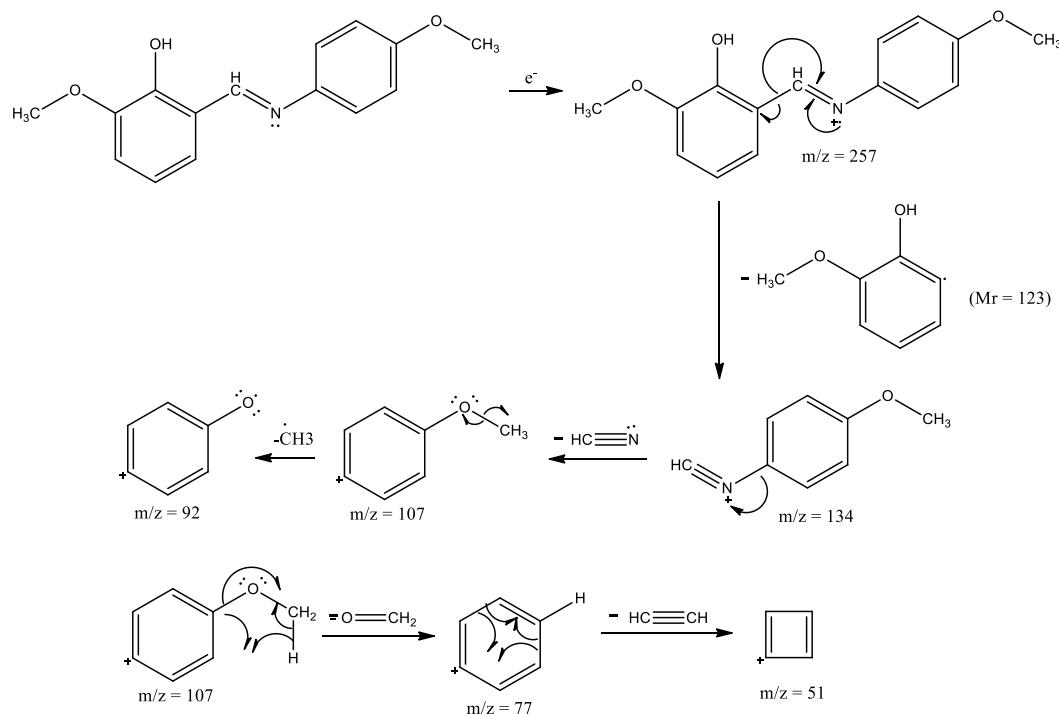
Gambar 4.6 Spektra masa senyawa produk sintesis

Spektra masa keempat produk pada Gambar 4.6 menunjukkan *peak* dengan nilai fragmen yang sama serta memiliki ion molekuler dengan nilai m/z 257. Nilai tersebut sama dengan berat molekul senyawa target basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol sehingga dapat dipastikan bahwa senyawa tersebut merupakan senyawa target. Ion molekuler tersebut juga merupakan *base peak* karena memiliki kelimpahan paling tinggi dibandingkan fragmen-fragmen lain, yakni sebesar 100%. Fragmen dengan kelimpahan yang tinggi menandakan bahwa struktur ion pada nilai m/z tersebut lebih stabil dibandingkan dengan yang lain.

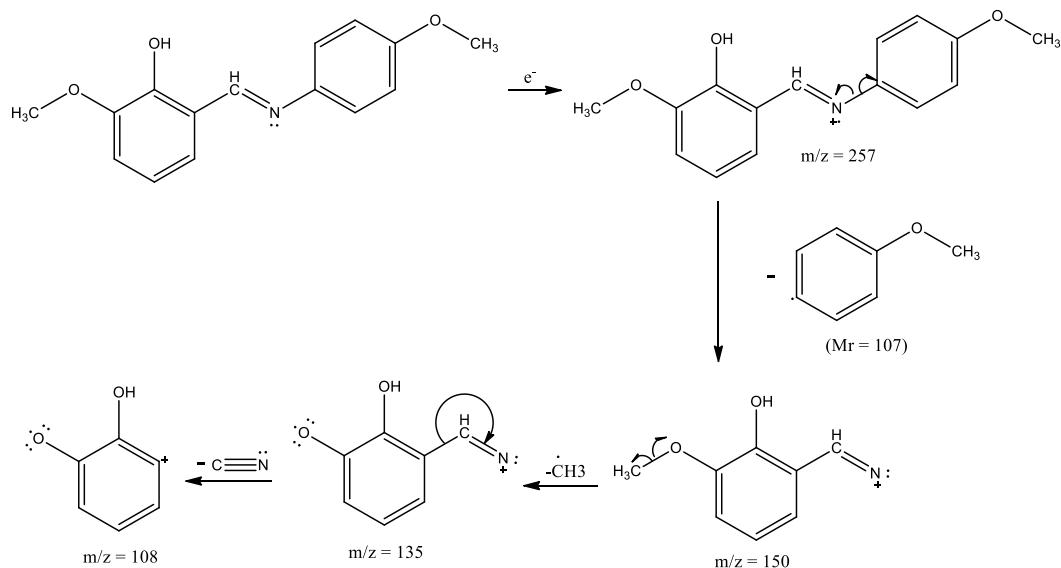
Perkiraan pola fragmentasi dari senyawa target dapat dilihat pada Gambar 4.7 sampai Gambar 4.14.



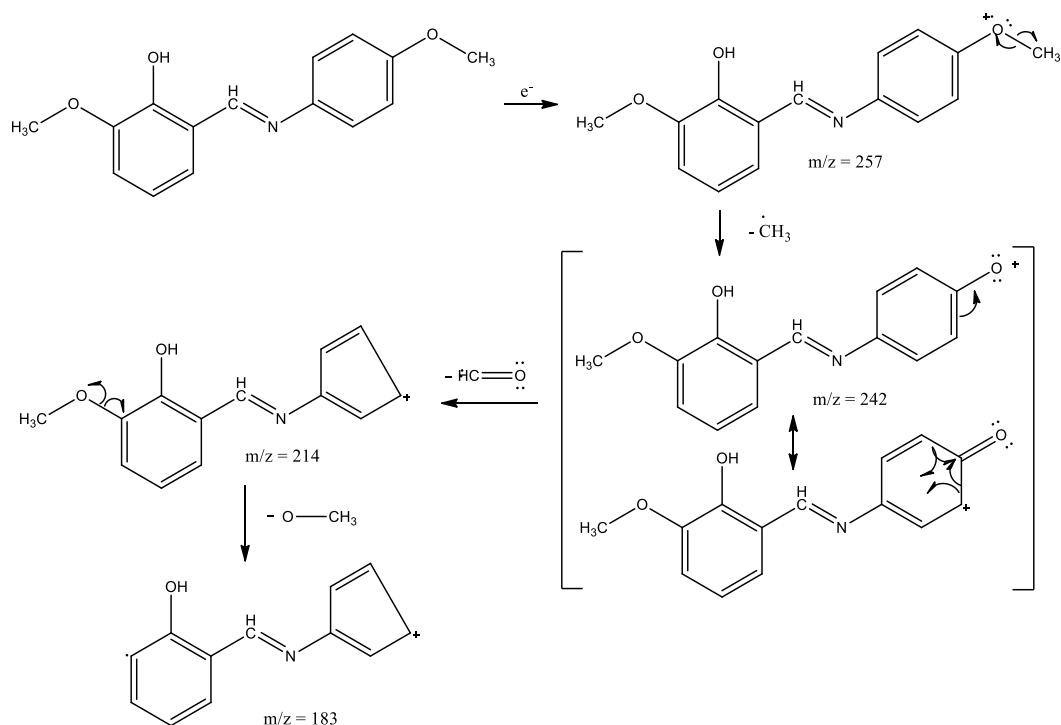
Gambar 4.7 Pola fragmentasi senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenil)imino)metilfenol



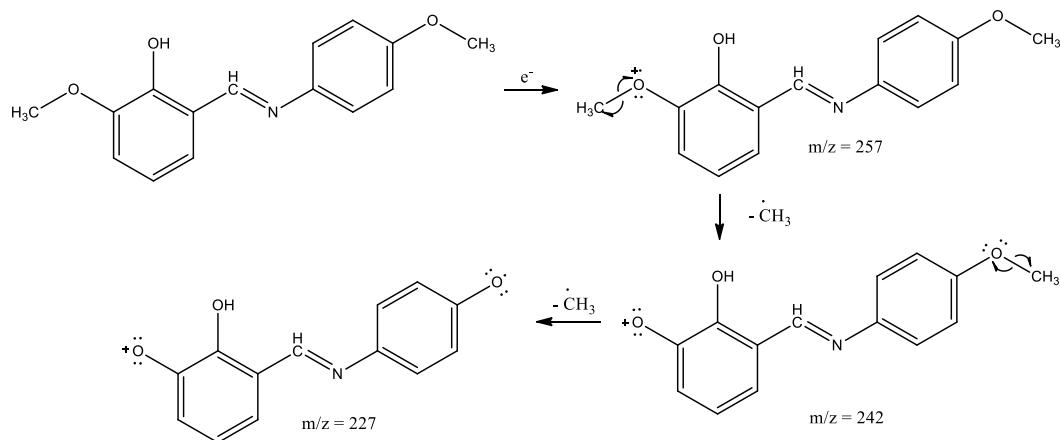
Gambar 4.8 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenil)imino)metilfenol



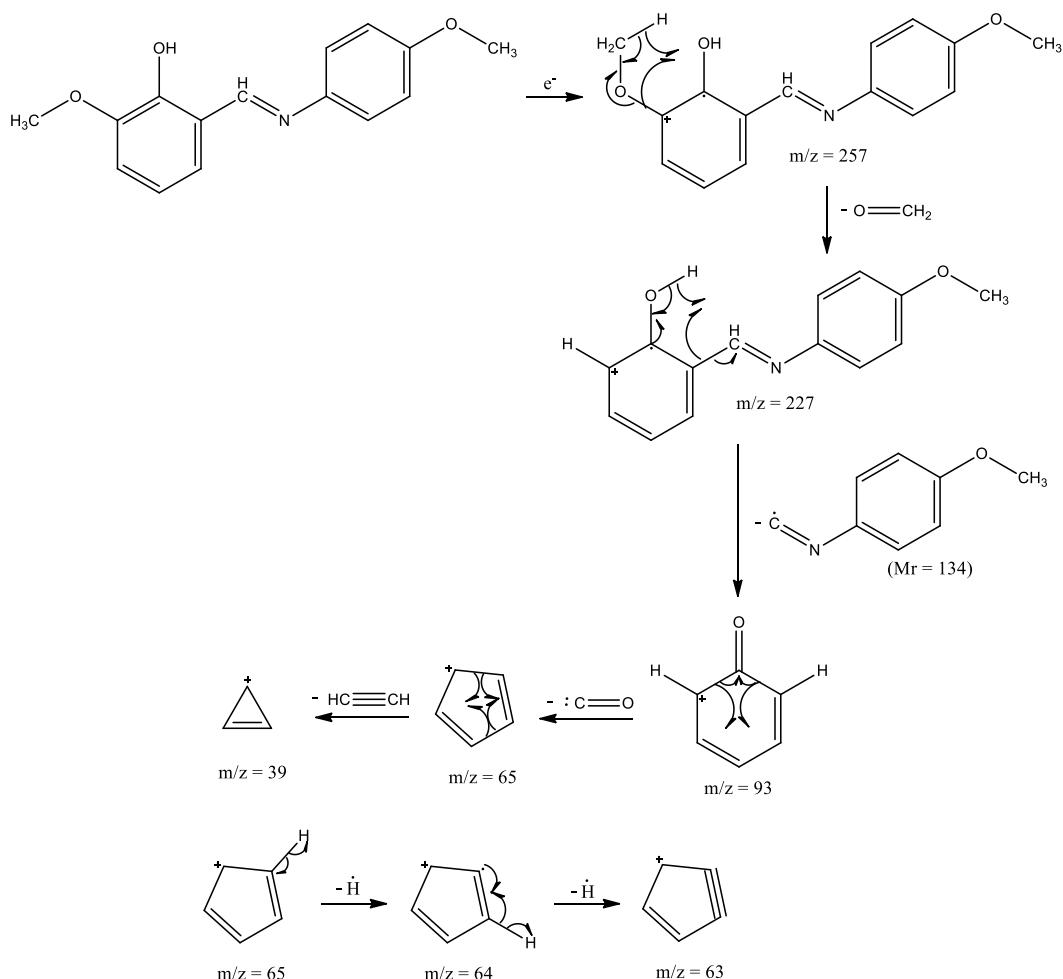
Gambar 4.9 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol



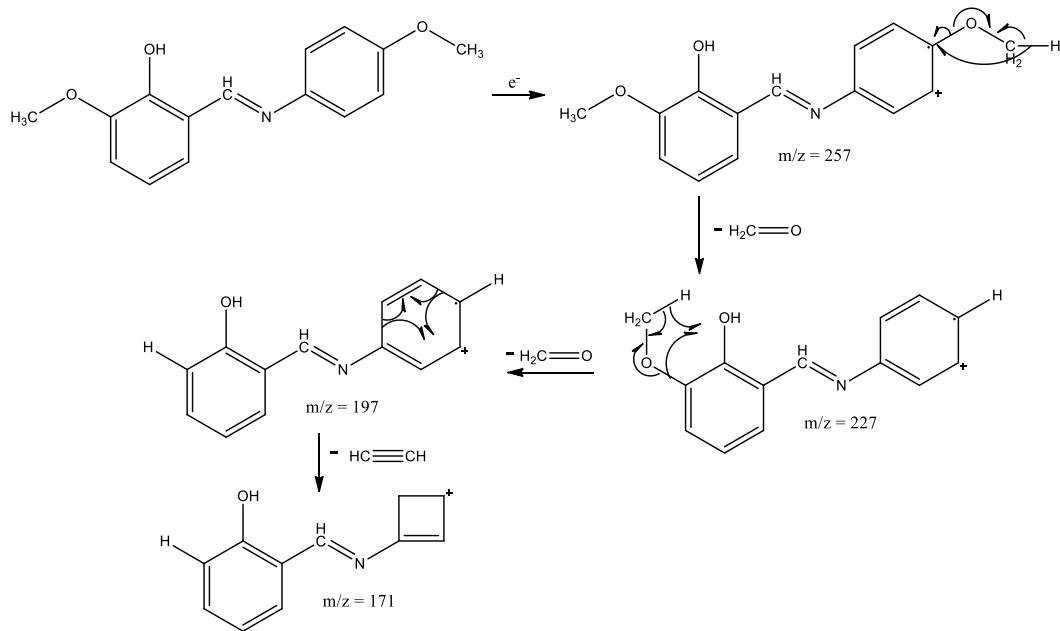
Gambar 4.10 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenil)imino)metil)fenol



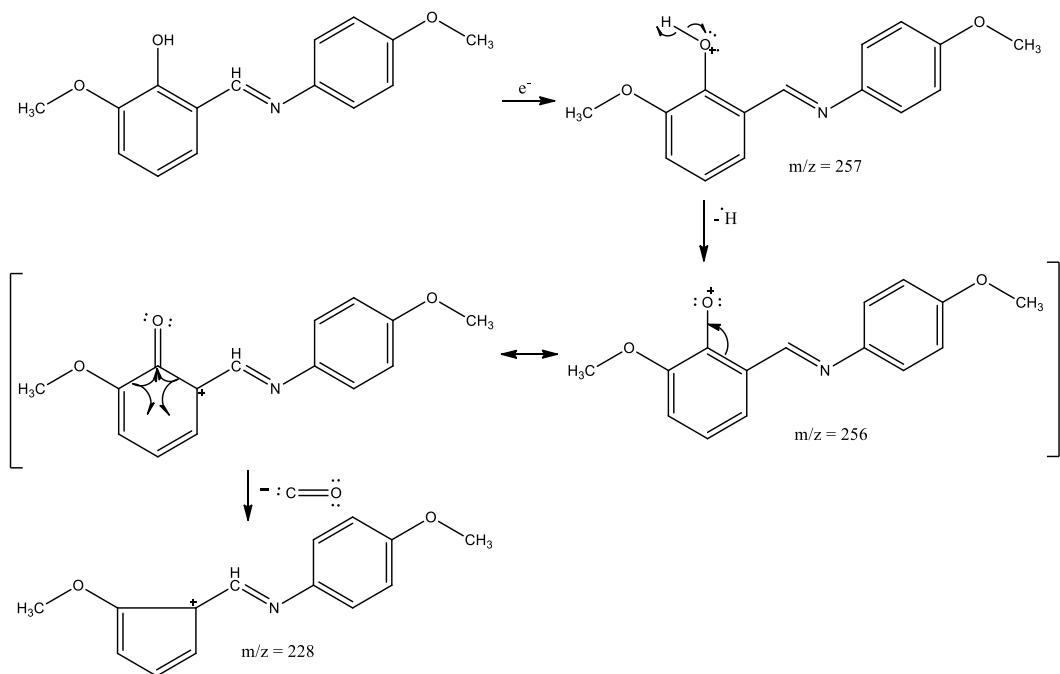
Gambar 4.11 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenil)imino)metilfenol



Gambar 4.12 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenil)imino)metilfenol



Gambar 4.13 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenil)imino)metilfenol



Gambar 4.14 Pola fragmentasi lain senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((4-metoksifenil)imino)methylphenol

4.5 Uji Efisiensi Inhibitor Korosi Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol

Uji efisiensi inhibitor dilakukan pada produk sintesis variasi 1 mL katalis lemon yang memiliki nilai rendemen kemurnian paling tinggi, yakni sebesar 99,3%. Metode yang digunakan adalah metode gravimetri atau *weight loss measurement*, sehingga yang diamati adalah massa yang hilang akibat proses korosi dari lempeng besi yang digunakan. Proses pengujian dilakukan dengan merendam lempeng besi dalam larutan asam HCl 1 M selama 24 jam dengan penambahan inhibitor basa Schiff dan tanpa penambahan apapun sebagai kontrol. Lempeng besi yang digunakan adalah *cutter* Joyko L-150 yang telah dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui kandungan logamnya. Berdasarkan hasil karakterisasi XRF pada Tabel 4.6 dapat diketahui bahwa *cutter* Joyko L-150 merupakan paduan logam dengan logam besi (Fe) sebagai unsur terbanyak yang terkandung didalamnya.

Tabel 4.6 Jenis dan kadar logam *cutter* Joyko L-150

Senyawa	P	Ca	Cr	Mn	Fe	Rb	La
Kadar (%)	0,2	0,14	0,626	0,53	97,86	0,64	0,04

Media pengkorosi yang digunakan adalah campuran larutan HCl 1 M dan DMSO karena inhibitor basa Schiff memiliki kepolaran yang berbeda dengan HCl. Oleh karena itu digunakan DMSO untuk melarutkan senyawa inhibitor basa Schiff terlebih dahulu sebelum dicampurkan dalam larutan HCl 1 M. Hasil uji efisiensi inhibitor senyawa reaktan dan basa Schiff dapat dilihat pada Tabel 4.7. Berdasarkan data tersebut, ketiga jenis inhibitor yang digunakan memiliki nilai efisiensi inhibisi (%EI) yang semakin naik seiring dengan bertambahnya konsentrasi. Akan tetapi

pada konsentrasi inhibitor rendah, senyawa reaktan memperparah terjadinya korosi yang ditandai dengan nilai %EI dibawah 0. Hal tersebut terjadi karena senyawa reaktan *o*-vanilin yang bersifat asam memiliki gugus hidroksil yang dapat melepaskan ion H⁺, sedangkan konsentrasi senyawa reaktan yang cukup kecil menyebabkan proses inhibisi oleh elektron pi serta pasangan elektron bebas (PEB) pada senyawa inhibitor tidak mampu memperlambat laju korosi. Sesuai dengan hasil penelitian Ma'rufah (2020) dimana pada konsentrasi 2000 ppm dan 3000 ppm, senyawa karbonil dan amina primer yang digunakan sebagai reaktan pada sintesis senyawa basa Schiff memiliki nilai %EI negatif.

Tabel 4.7 Nilai efisiensi inhibitor reaktan dan basa Schiff dalam media HCl

Jenis Inhibitor	Konsentrasi Inhibitor	EI Rata-Rata (%)
<i>o</i> -Vanilin	1000 ppm	-40,78
	3000 ppm	-24,55
	5000 ppm	62,04
	7000 ppm	78,19
<i>p</i> -Anisidina	1000 ppm	-16,15
	3000 ppm	3,40
	5000 ppm	71,68
	7000 ppm	82,51
Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol	1000 ppm	86,95
	3000 ppm	93,37
	5000 ppm	95,57
	7000 ppm	96,07

Berdasarkan hasil pengujian, senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol memiliki nilai efisiensi inhibisi (%EI) sebesar 86,95 - 96,07%, sedangkan *o*-vanilin sebesar (-40,78) - 78,19% dan *p*-anisidina sebesar (-16,15) - 82,51%. Nilai efisiensi inhibisi (%EI) basa Schiff lebih tinggi dibandingkan dengan *o*-vanilin dan *p*-anisidina meskipun dengan konsentrasi inhibitor paling kecil yakni 1000 ppm. Sehingga *o*-vanilin dan *p*-anisidina tidak

cukup baik jika digunakan sebagai inhibitor korosi karena nilai efisiensi inhibisinya tidak lebih tinggi dari senyawa basa Schiff.

Berdasarkan struktur senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4metoksi fenil)imino)metil)fenol, pasangan elektron bebas (PEB) pada tiga atom O dan satu atom N serta elektron π dari dua cincin aromatis dan gugus imina (C=N) akan berinteraksi dengan permukaan logam membentuk suatu lapisan pelindung yang mencegah terjadinya reaksi katodik dan anodik antara logam dengan lingkungannya (Chitra, dkk., 2010; Jamil, dkk., 2018). Senyawa reaktan *o*-vanilin hanya memiliki pasangan elektron bebas (PEB) pada tiga atom O serta elektron π dari satu cincin aromatis, sedangkan *p*-anisidin hanya memiliki pasangan elektron bebas (PEB) pada satu atom O dan satu atom N serta elektron π dari satu cincin aromatis.

Jumlah sisi aktif pada senyawa inhibitor basa Schiff yang berinteraksi dengan atom permukaan logam lebih banyak dibandingkan dengan senyawa reaktan sehingga senyawa basa Schiff lebih mampu menghambat terjadinya korosi. Hal tersebut sesuai dengan hasil penelitian Madkour dan Elroby (2015) yang menentukan sisi aktif senyawa basa Schiff pada proses inhibisi korosi terhadap permukaan logam menggunakan metode *Density Functional Theory* (DFT). Senyawa basa Schiff dengan heteroatom (N, O) serta cincin aromatik lebih banyak, memiliki nilai energi HOMO tinggi dan energi LUMO rendah yang menyebabkan senyawa tersebut efektif digunakan sebagai inhibitor korosi. Oleh karena itu, senyawa reaktan *o*-vanilin dan *p*-anisidin memiliki efisiensi inhibisi yang lebih rendah dibandingkan dengan senyawa basa Schiff.

4.6 Sintesis Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil) fenol Menggunakan Katalis Jus Lemon dalam Perspektif Islam

Sintesis Senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil) fenol dilakukan dengan menerapkan prinsip-prinsip *green chemistry* yang ramah lingkungan, yakni menggunakan metode penggerusan serta penambahan katalis asam alami dari jus lemon. Penelitian ini termasuk dalam *green chemistry* karena tidak menghasilkan limbah berupa pelarut dan katalis yang berbahaya bagi lingkungan. Allah SWT telah memperingatkan manusia untuk tidak berbuat kerusakan di muka bumi dalam surat Al A'raf ayat 74 :

وَإِذْ كُرُوا إِذْ جَعَلْتُمْ خَلْفَاءَ مِنْ بَعْدِ عَادٍ وَّبَوَّأْكُمْ فِي الْأَرْضِ تَتَحَذَّلُونَ مِنْ سُهُولِهَا
فُصُورًا وَتَنْحِتُونَ الْجِبَالَ بُيُوتًا فَإِذْ كُرُوا آلَهُ اللَّهِ وَلَا تَعْثُوا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ

“Dan ingatlah ketika Dia menjadikan kamu sebagai khalifah-khalifah setelah kaum ‘Ad dan menempatkan kamu di bumi. di tempat yang datar kamu dirikan istana-istana dan dibukit-bukit kamu pahat menjadi rumah-rumah. Maka ingatlah nikmat-nikmat Allah dan janganlah kamu berbuat kerusakan di muka bumi.” (Q.S. Al A’raf: 74)

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah SWT telah menjadikan manusia sebagai khalifah-khalifah di bumi, tempat yang ditinggali dan yang telah diambil banyak manfaat darinya. Oleh karena itu sudah seharusnya manusia mengingat nikmat-nikmat Allah SWT tersebut agar mereka bersyukur kepada-Nya, hanya menyembah kepada-Nya, dan meninggalkan perbuatan-perbuatan yang menyebabkan kerusakan di muka bumi seperti kekufuran, kemosyrikan, dan kezaliman (Tafsir Kemenag, 2013). Salah satu bentuk kezaliman adalah dengan merusak lingkungan dan alam yang telah Allah SWT ciptakan bagi makhluk-makhluk-Nya.

Manusia sebagai ulul albab, makhluk yang diberi akal pikiran oleh Allah SWT akan terus menggali ilmu pengetahuan dan melakukan penelitian-penelitian untuk mencapai kehidupan yang lebih baik. Salah satu contohnya adalah sintesis senyawa basa Schiff yang dapat diaplikasikan sebagai inhibitor korosi. Meskipun merupakan sesuatu yang baik dan bermanfaat, kegiatan tersebut seringkali meninggalkan dampak negatif seperti pencemaran lingkungan akibat imbah-limbah kimia berbahaya. Hal tersebut akan berdampak pada kehidupan makhluk hidup lain seperti tumbuhan dan hewan. Oleh karena itu para peneliti, khususnya dibidang kimia, terus berusaha mengembangkan metode green chemistry yang lebih efisien dan ramah lingkungan dibandingkan dengan metode konvensional. Sehingga dalam penelitian ini dihasilkan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol yang tidak menghasilkan limbah berbahaya serta diperoleh rendemen yang cukup tinggi yakni mencapai 99,3%.

Sintesis senyawa basa Schiff dalam penelitian ini berhasil dilakukan dengan memvariasikan volume katalis asam alami jus lemon yang ditambahkan pada reaksi antara *o*-vanilin dan *p*-anisidina. Berdasarkan hasil penelitian, diketahui bahwa volume katalis 1 mL menghasilkan rendemen tertinggi dari reaksi yang dilakukan dengan metode penggerusan selama 10 menit tersebut. Pada masing-masing variasi memiliki kondisi dan ukuran yang berbeda sehingga memberikan hasil yang berbeda pula. Hal tersebut menandakan bahwa Allah SWT menciptakan segala sesuatu di dunia ini dengan ukuran tertentu, sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Al Qamar ayat 49 dan Al A'la ayat 1-3 :

إِنَّ كُلَّ شَيْءٍ خَلَقْنَاهُ بِقَدَرٍ ﴿١﴾

“Sesungguhnya kami menciptakan segala sesuatu menurut ukuran.” (Q.S. Al Qamar : 49)

سَيِّحْ أَسْمَ رَبِّكَ الْأَعْلَى ﴿٤٩﴾ أَلَّذِي خَلَقَ فَسَوَى ﴿٥٠﴾ وَالَّذِي قَدَرَ فَهَدَى ﴿٥١﴾

“Sucikanlah nama Tuhanmu Yang Maha Tinggi, yang menciptakan dan yang menyempurnakan (penciptaan-Nya) dan yang menentukan kadar (masing-masing) dan memberi petunjuk.” (Q.S. Al A ’la : 1-3)

Menurut Tafsir Ibnu Katsir (Abdullah, 2003), dijelaskan bahwa Allah SWT telah menentukan ukuran masing-masing dan memberi petunjuk kepada semua makhluk-Nya. Ayat tersebut membuktikan kebenaran takdir Allah SWT terhadap makhluk-Nya, yaitu pengetahuan Allah SWT akan segala sesuatu sebelum kejadianya dan ketetapan takdir-Nya terhadap mereka sebelum mereka diciptakan. Segala sesuatu memiliki tujuan dan takdir, serta terjadi pada waktu yang telah ditetapkan.

Senyawa basa Schiff yang telah berhasil disintesis selanjutnya diaplikasikan sebagai inhibitor korosi. Penelitian ini dilatarbelakangi oleh penggunaan besi yang sangat luas di kehidupan manusia akan tetapi memiliki kelemahan yakni mudah mengalami korosi. besi yang merupakan unsur logam terbanyak keempat di kerak bumi memiliki keistimewaan yang disebutkan dalam firman Allah SWT dalam surat Al Hadid ayat 25 berikut:

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَأَمْيَزَانَ لِيَقُولُوا إِنَّا نَنْسِطُ وَأَنْزَلْنَا^{٢٥}
الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنْفِعٌ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَنْ يَنْصُرُهُ وَرَسُولُهُ بِالْغَيْبِ هُنَّ الَّذِينَ قَوَىٰ

عزِيزٌ

“sesungguhnya kami telah mengutus rasul-rasul kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah kami turunkan bersama mereka Al-Kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. Dan kami ciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan bermanfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)Nya dan rasul-rasul-Nya padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha Kuat lagi Maha Perkasa.” (Q.S. Al Hadid : 25)

Menurut Tafsir Ibnu Katsir (Abdullah, 2003), Allah SWT menciptakan besi yang dapat dijadikan sebagai sarana untuk menekan dan memerangi orang-orang yang menentang, medustakan, serta mengingkari kebenaran Al-Qur'an padahal hujah-hujah(alasan) telah ditegakkan di hadapannya. Pada besi terdapat kekuatan yang hebat karena dapat dijadikan sebagai bahan utama pembuatan senjata perang seperti pedang, tombak, anak panah, dan senjata lainnya. Menurut Shihab (2003), dijelaskan bahwa besi mempunyai manfaat lain yang dapat menunjang kemajuan sebuah peradaban, seperti sebagai bahan baku peralatan pertanian dan alat-alat lainnya. Dari ayat tersebut, diharapkan manusia dapat memanfaatkan dan mengembangkan besi dalam berbagai kebutuhan hidupnya.

Korosi yang merupakan peristiwa degradasi atau kerusakan suatu logam akibat terjadinya reaksi dengan lingkungannya seringkali terjadi pada peralatan yang berbahan dasar besi. Diantara beberapa cara mencegah terjadinya korosi, penggunaan inhibitor korosi merupakan metode yang paling praktis, mudah dilakukan, serta tidak membutuhkan biaya tinggi. Pada penelitian ini, telah berhasil dibuktikan bahwa senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil) fenol efektif digunakan sebagai inhibitor korosi pada logam besi dengan nilai efisiensi inhibisi sebesar 86,95-96,07%.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Volume katalis asam alami dari jus lemon (*Citrus limonium*) yang menghasilkan rendemen tertinggi pada sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol adalah volume 1 mL dengan % hasil sebesar 99,3%.
2. Produk sintesis memiliki karakter berupa padatan berwarna cokelat kehijauan yang larut sempurna dalam NaOH dan sedikit larut dalam aquades, serta memiliki titik leleh berkisar antara 85-91 °C. Hasil spektra FTIR menunjukkan serapan khas pada bilangan gelombang 1615-1617 cm^{-1} yang diduga merupakan gugus imina (C=N). Hasil GC-MS menunjukkan satu puncak dengan kemurnian 100% dan memiliki ion molekuler m/z 257 yang sesuai dengan berat molekul senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol.
3. Nilai efisiensi inhibisi (EI) senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksifenil)imino)metil)fenol dalam media larutan HCl sebesar 86,95-96,07%.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan karakterisasi lanjut seperti $^1\text{H-NMR}$ atau $^{13}\text{C-NMR}$ terhadap produk sintesis.
2. Perlu dilakukan uji inhibitor dengan metode lain seperti metode elektrokimia terhadap produk sintesis.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 2003. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 2*. Bogor: Pustaka Imam Asy-syafi'i.
- 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.
- Ahamad, I., Gupta, C., Prasad, R., Quraishi, M.A. 2010. An Experimental and Theoretical Investigation of Adsorption Characteristic of a Schiff Base Compound as Corrosion Inhibitor at Mild Steel/Hydrochloric Acid Interface. *J. Appl Electrochem*. 40:2171-2183.
- Al-Azzawi, A.M., and Raheem, A.A.K. 2014. Synthesis and Characterization of New Schiff Bases Linked to Sulfonamido Succinimide Moiety With Biological Activity. *Kerbala Journal of Pharmaceutical Science*. No (8).
- Al-Hakimi, N.S., Hanapi, A., dan Fasya, A.G. 2017. *Green Synthesis* Senyawa Imina dari Vanillin dan Anilin dengan Katalis Alami Air Jeruk Nipis (*Citrus surantifolia*). *ALCHEMY: Journal of Chemistry*. 5(4):120-124.
- Al-Maraghi, A.M. 1974. *Terjemahan Tafsir Al-Maraghi, Jilid III*. Semarang : PT Karya Thoha Putra.
- Ali, F., Saputri, D., dan Nugroho, R.F. 2014. Pengaruh Waktu Perendaman dan Konsentrasi Ekstrak Daun Jambu Biji (*Psidium guajava, Linn*) Sebagai Inhibitor Terhadap Laju Korosi Baja SS 304 dalam Larutan Garam dan Asam. *Teknik Kimia*. Vol. 20 No. 1.
- Ashraf, M.A., Mahmoud K., Wajid A. 2011. *Synthesis, Characterization and Biological Activity of Schiff Bases*. Singapore: IACSIT Press. Vol. 10.
- Balaji, M., Chandrasekar M., Sharmila G., dan Manivannan R. 2016. Synthesis and Evaluation of Anti-Corrosive Behavior of Some Schiff Base Derivative. *IMPACT : International Jounral of Research in engineering & Techlonogy (IMPACT : IJRET)*. Vol. 4, Issue 6.
- Bedair, M.A., El-Sabbah, M.M.B., Fouda, A.S., dan Elaryan, H.M. 2017. Synthesis, Electrochemical and Quantum Chemical Studies of Some Prepared Surfactants Based on Azodye and Schiff Base as Corrosion Inhibitors for Steel in Acid Medium. *Corrosion Science*.
- Bendale, A.R., Bhatt, R., Nagar, A., Jadhav, A.G., Vidyasagar, G. 2011. Schiff Base Synthesis by Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*. 3 (2): 34-38.

- Bhagat, S., Sharma, N., dan Chundawat, T.S. 2013. Synthesis of Some Salcyl aldehyde-Base Schiff Bases in Aqueous Media. *Journal of Chemistry*, 1-4.
- Bhkahk, C.K., dan Hadi, J.S. 2015. New Unsymmetrical Schiff Base as Inhibitor of Carbon Steel Corrosion and Antibacterial Activity. *Research Journal of Chemisal Science*. Vol. 5 (1), 64-70.
- Budimarwanti, C. Sintesis Senyawa Bibenzil dari Bahan Awal Vanilin Melalui Reaksi Wittig dan Hidrogenasi Katalitik. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*.
- Chang, Raymond. 2003. *Kimia Dasar : Konsep-Konsep Inti Jilid 2 Edisi ketiga*. Jakarta : Erlangga.
- Chanshetti, U. 2014. Green Chemistry: Environmentally Benign Chemistry. *Intrernational Journal of Advanced Research in Chemical science (IJARCS)*. Volume 1 Issue 1.
- Chaturvedi, D., dan Shrivastava R. 2016. Basketful Benefit of Cirus limon. *International Research of Journal Pharmacy*. Vol. 7 No.6. p. 8.
- Chitra, S., Parameswari, K., dan Selvaraj, A. 2010. Dianiline Schiff Bases as Inhibitors of Mild Steel Corrosion in Acid Media. *Int. J. Electrochem. Sci.*, 5 1675 – 1697.
- Djaprie, S. 1995. *Ilmu dan Teknologi Bahan Edisi 5*. Jakarta : Erlangga
- Eissa, H.H. 2015. Synthesis, Characterization, anticorrosion Activity and Antibacterial Activity of Macroyclic Schiff Base on 1,3-Dithiocarbonyl Phenyl Dihydrazide. *Organic Chem Curr Res*. 4:151.
- Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Diterjemahkan Oleh Pudjaatmaka, A.H. Jakarta: Erlangga.
- Fontana, M. G. 1986. *Corrosion Engineering, Third Edition*. Singapura : McGraw Hill Book Company.
- Gupta, N.K., Verma, C., Quraishi, M.A., dan Mukherjee, A.K. 2016. Schiff's Bases Derived from L-Lusine 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 sebagai Inhibitor Korosi. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia*. FTI IPN Veteran. Yogyakarta. Hlm 1-6.
- 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.

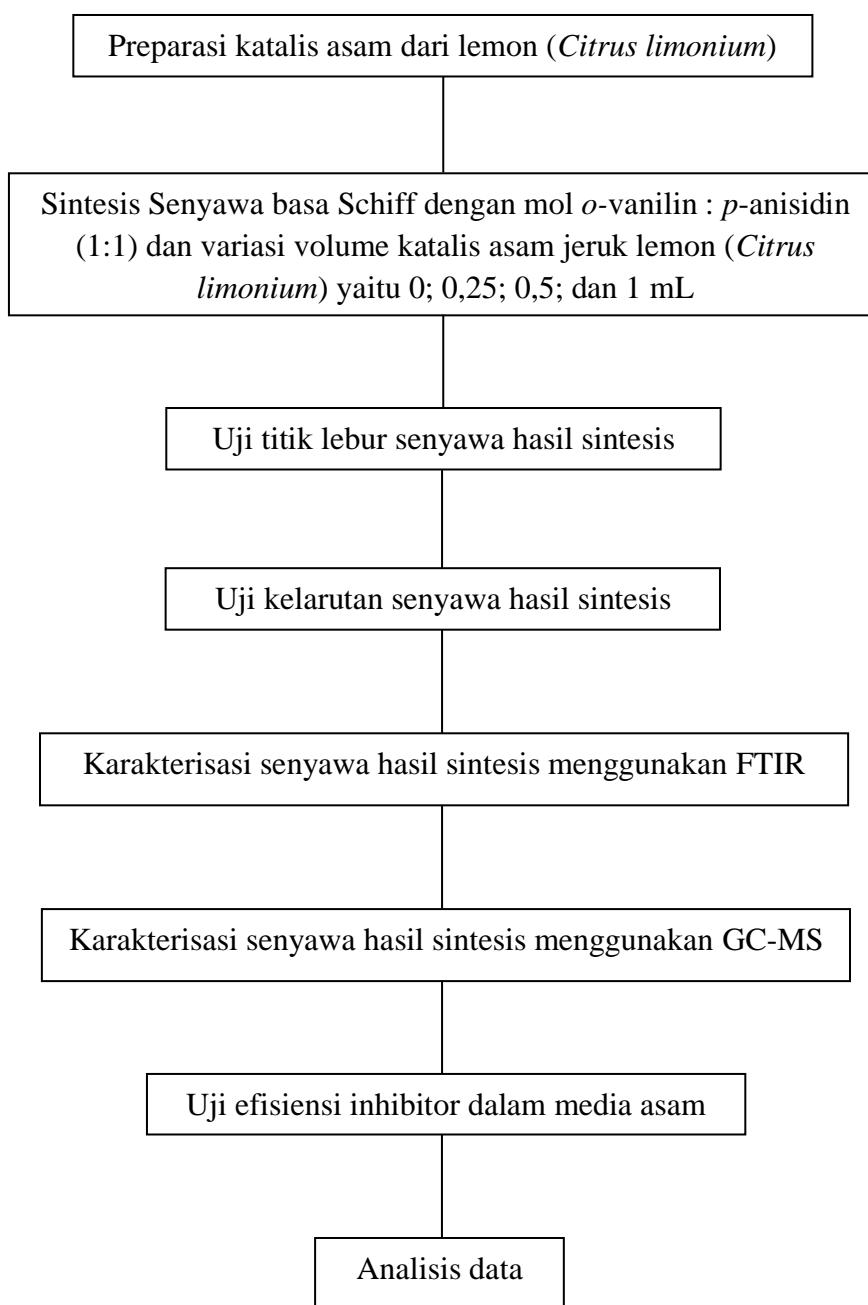
- Huda, Moh. N.M. 2019. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Anisidin Serta Pemanfaatannya Sebagai Inhibitor Korosi Terhadap Logam Besi dalam Media Larutan HCl. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Jamil, D.M., Al-Okbi, A.K., Al-Baghdadi, S.B., Al-Amiery, A.A., Kadhim, A., Gaaz, T.S., Kadhum, A.A.H., dan Mohamad, A.B. 2018. Experimental and Theoretical Studies of Schiff Bases as Corrosion Inhibitors. *Chemistry Central Journal* 12:7.
- Jatmiko, E.S., dan Sofjan K.F. 2008. Rancang Bangun Spektroskopi FTIR (Fourier Transform Infrared) Untuk Penentuan Kualitas Susu Sapi. *Berkala Fisika*. Volume 11, No 1 : 23 – 28
- Khan, G., Kazi Md. Salim N., Basirun, W.J., Ali, H.B.M., Faraj, F.L., dan Khan, G.M. 2015. Short Review Application of Natural Product Extracts as Green Corrosion Inhibitors for Metals and Alloys in Acid Pickling Processes- A review. *Int. J. Electrochem. Sci.*, 10. 6120 – 613.
- 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., and Mishra, P.S. 2012. A Review on the Vanillin Derivatives Showing Various Biological Activities. *International Journal of PharmTech Research*, 4(1): 266 – 279.
- Kuswandi, M., Choirulisa, N.D., dan Santoso, B. 2016. Pengaruh pH pada Sintesis 4-[N-(4-hidroksifenil)karboksimidoil]-2-metoksifenol Melalui Reaksi Adisi-Eliminasi. *Chimica et Natura Acta*. Vol. 4 No. 1:34-38.
- Liu, H., Zhu, L., dan Zhao, Q. 2015. Schiff Base Compound as a Corrosion Inhibitor for Mild Steel in 1 M HCl. *Res Chem Intermed* 41:4943-4960.
- Madkour, Loufty H. dan Elroby, S.K. 2015. Inhibitive Properties, Thermodynamic, Kinetics and Quantum Chemical Calculation of Polydentate Schiff Base Compounds as Corrosion Inhibitors for Iron in Acidic and Alkaline Media. *Int J Ind Chem*. 6:165-184.
- 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.

- Merck. 2006. *p-Anisidine*. MSDS.
- 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., Jahdav, S.D. and 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.
- Prabawati, Y.S., Setiawan, F.A., and Agusina, F.A. 2012. Sintesis Senyawa 1,4-bis[(2-hidroksi-3-metoksi-5-formaldehid-fenil)-metil]piperazin dari Bahan Dasar Vanilin dan Uji Aktivitasnya Sebagai Zat Antioksidan. *Kaunia*, 8(1):30-43.
- Priatama, A. 2016. Sintesis Senyawa Basa Schiff dari Vanilin dan *p*-Toluidin Menggunakan Pelarut Air. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Roberge, P.R. 2000. *Handbook of Corrosion Engineering*. New York : McGraw-Hill.
- Sana, S., Reddy, K.R., Rajanna, K.C., Venkateswarlu, M. Dan Ali, M.M. 2012. Mortar-Pestle and Microwave Assisted Regioselective Nitration of Under Solvent Free Conditions. *International Journal of Organic Chemistry*, 2: 233-247.
- Sanii, R., Bajpai, A., Kazmierczak, E.P., dan Zaworotko, M.J. 2018. High Yield, Low-Waste Synthesis of New Family Pyridyl and Imidazolyl-Substituted Schiff Base Linker Ligands. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*.
- Sharma, M.K. 2017. Metal Corrosion Inhibitors. *Journal of Chemistry*. Volume 6 Issue 1.
- Shihab, Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Penerbit Lentera Hati.
- Singh, A.K. 2012. Inhibition of Mild Steel Corrosion in Hydrochloric Acid Solution by 3-4-((Z)-Indolin-3-ylideneamino)phenylimino)indolin-2-one. *Industrial & Engineering Chemistry Research*.
- Smith, J.M., dan Ness, H.C.V. 1987. *Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics 4th edition*. Tokyo : McGraw Hill International Book Company.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Characteristic Group Frequencies Tables and Charts Second Edition*. UK. The University of West London.

- Sykes, P. 1989. *A Guide to Mechanism In Organic Chemistry*. Cambridge: Christ's College.
- Vogel. 1979. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi V*. Jakarta : PT Kalman Media Pusaka.
- Wahab, A., Haider, S.S., and Mahmud, I. 2014. Synthesis of Schiff Base From Natural Products and Their Remakable Antimicrobial and Antioxidant Activity. *FUUAST J. BIOL.* 4(1):27-32.
- Yu, S., Feng, J., Cai, T., dan Shenggao, L. 2017. Schiff Base Bridge Phenolic Diphenylamines for Highly Efficient and Superior Thermostable Lubricant Antioxidants. *Industrial & Engineering Chemistry Research*.

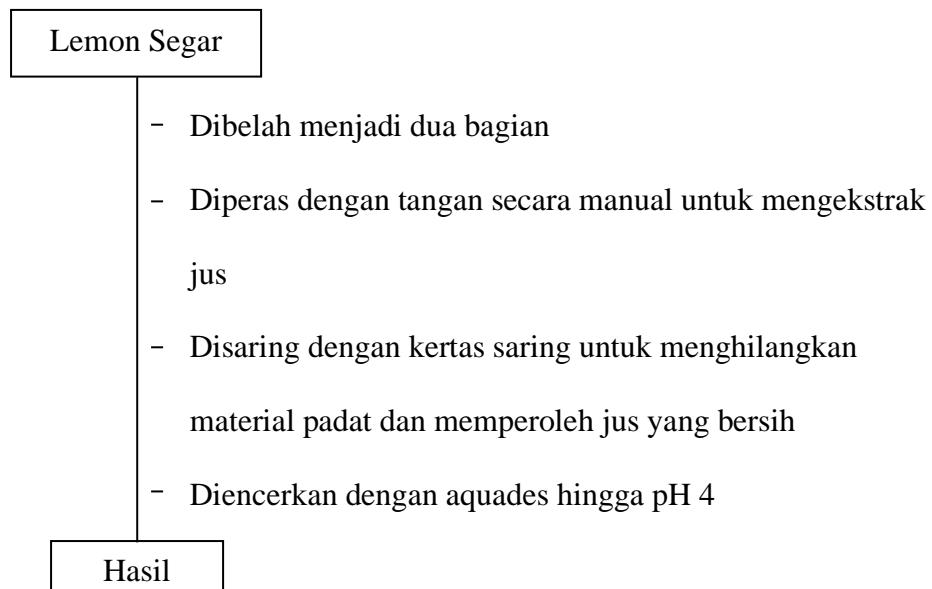
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian

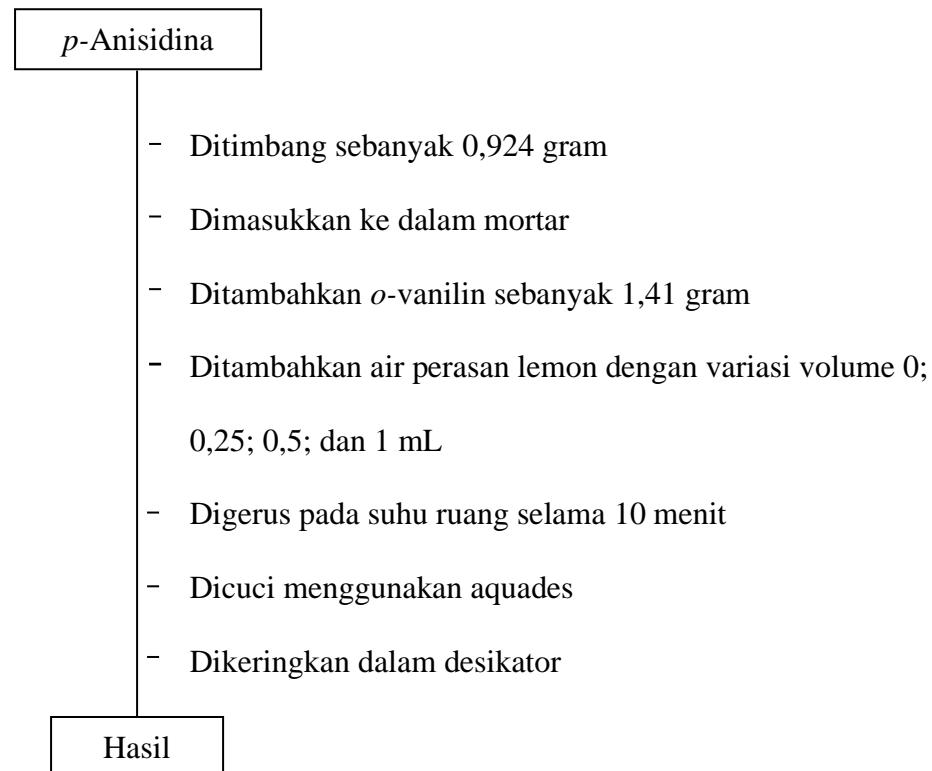


Lampiran 2. Skema Kerja

L.2.1 Preparasi Katalis Asam Lemon (*Citrus limonium*)

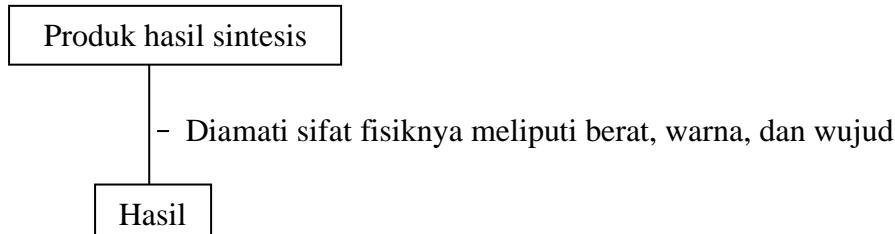


L.2.2 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Anisidin

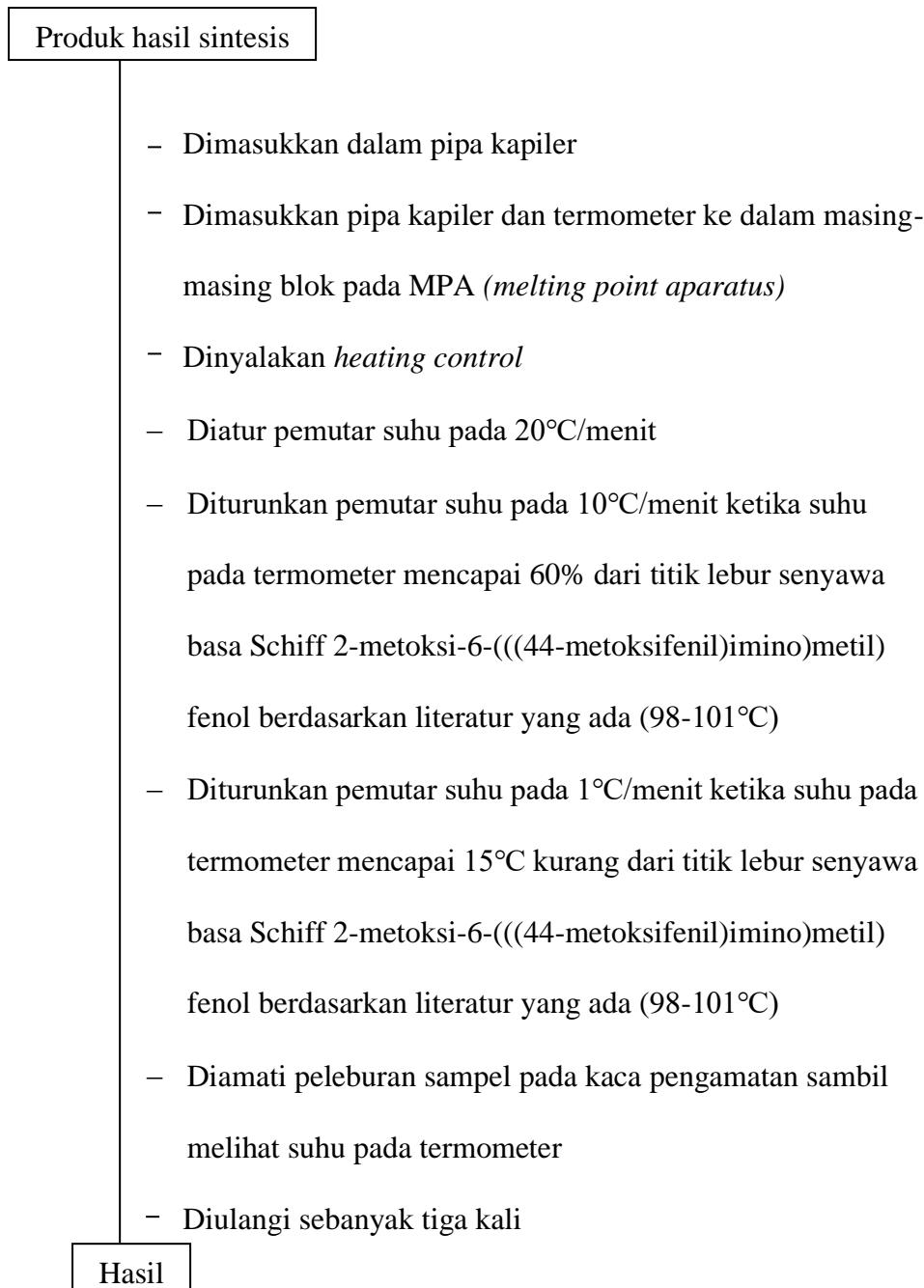


L.2.3 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

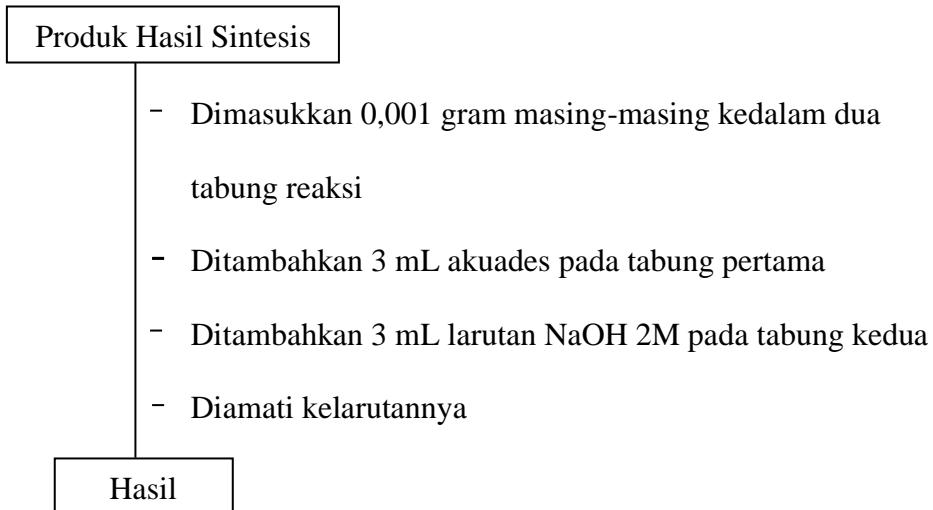
L.2.3.1 Karakterisasi Sifat Fisik



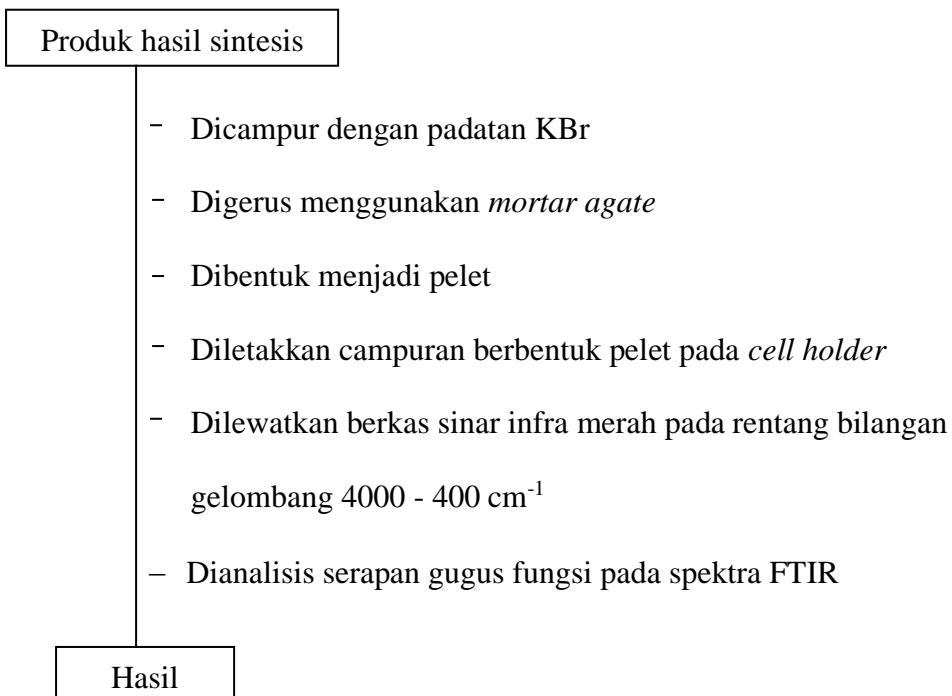
L.2.3.2 Uji Titik Lebur Senyawa Hasil Sintesis



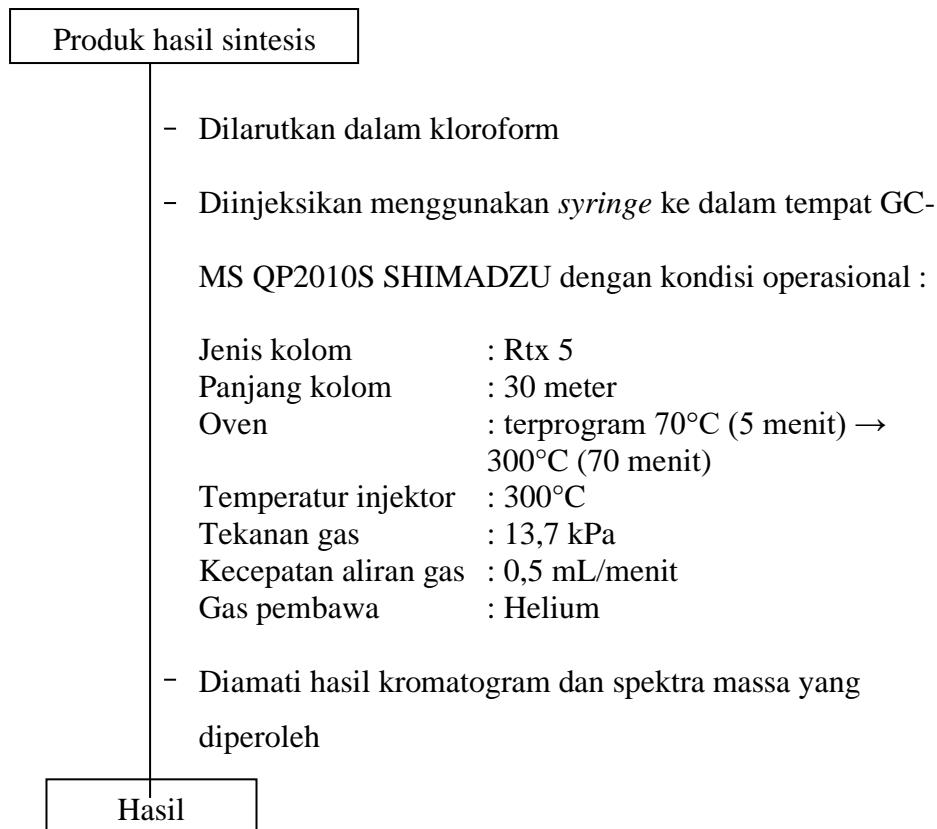
L.2.3.3 Uji Kelarutan Senyawa Hasil Sintesis



L.2.3.4 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan FTIR

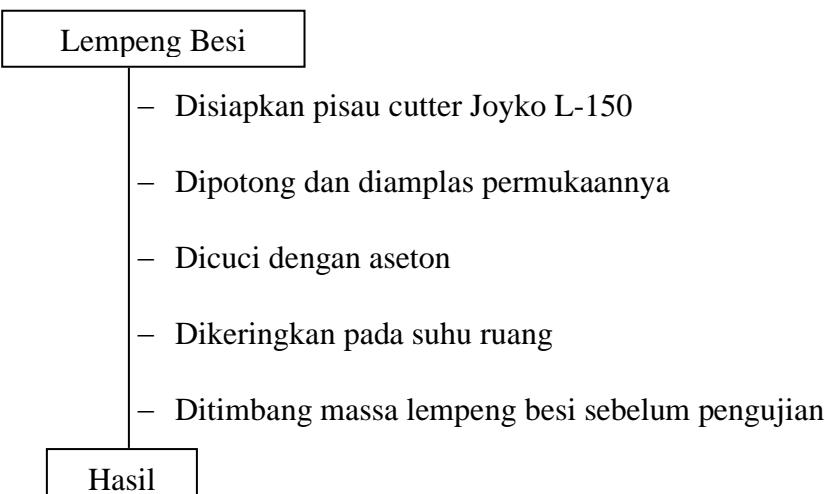


L.2.3.5 Karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan GC-MS

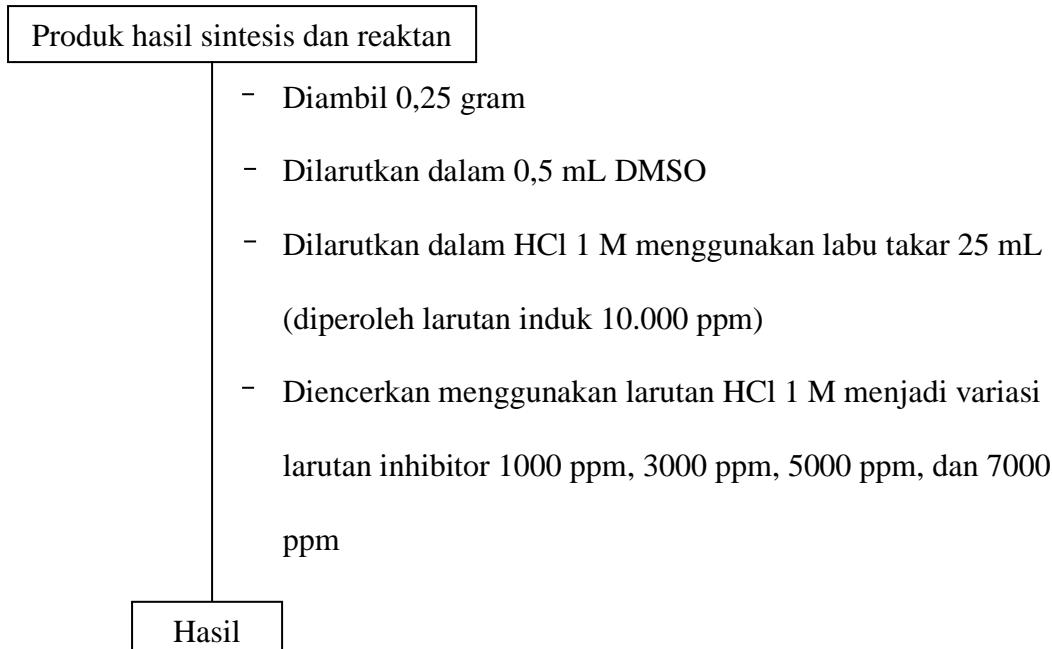


L.2.4 Uji Efisiensi Inhibitor

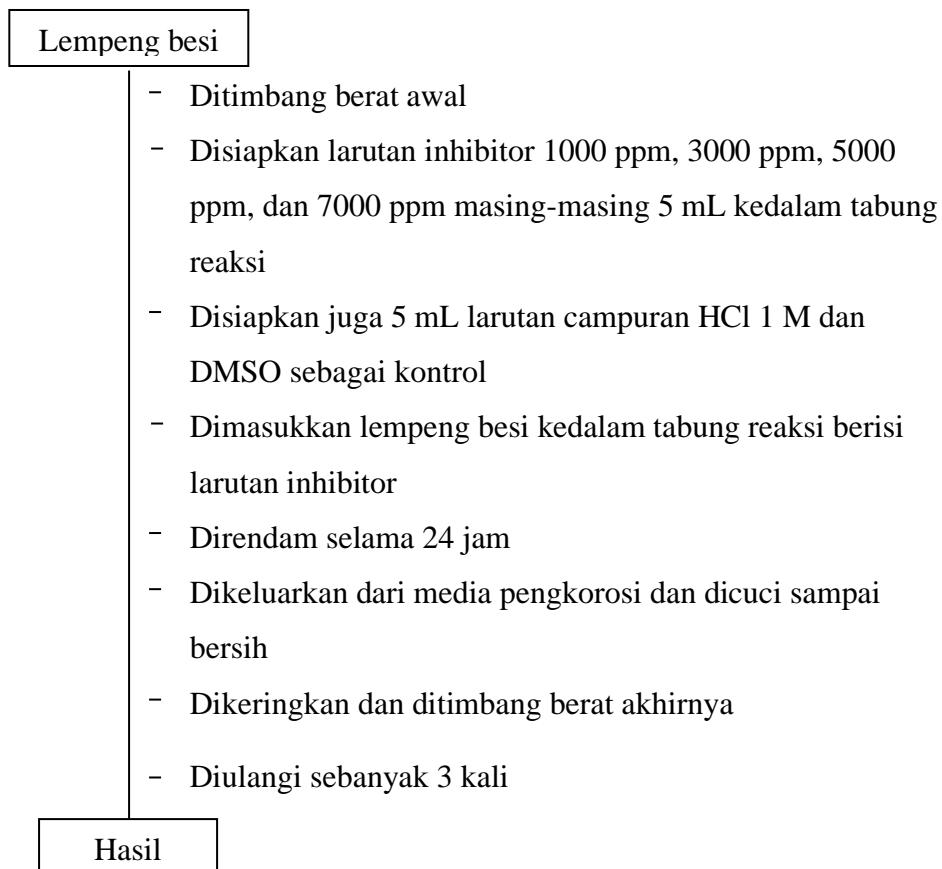
L.2.4.1 Pembuatan Spesimen Uji



L.2.5.2 Pembuatan Larutan Inhibitor



L.2.5.3 Pengujian Efisiensi Inhibitor



Lampiran 3. Perhitungan

L.3.1 Perhitungan Pengambilan Massa *o*-Vanilin 7,5 mmol (1)

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (1)} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{BM senyawa (1)} &= 152,147 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (1)} &= 0,0075 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (1)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0075 \text{ mol} \times 152,147 \text{ g/mol} \\
 &= 1,141 \text{ g}
 \end{aligned}$$

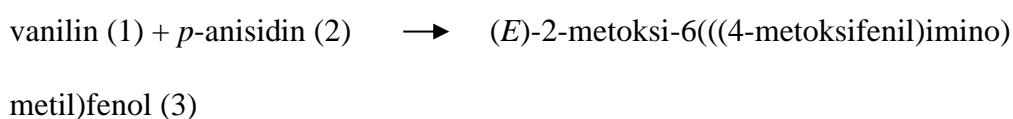
L.3.2 Perhitungan Pengambilan Massa *p*-Anisidin 7,5 mmol (2)

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (2)} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{NO} \\
 \text{BM senyawa (2)} &= 123,1565 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (2)} &= 0,0075 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,0075 \text{ mol} \times 123,1565 \text{ g/mol} \\
 &= 0,924 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa (*E*-2-metoksi-6(((4-metoksi

fenil)imino)metil)fenol (3) yang diharapkan terbentuk

Reaksi :



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

Rumus molekul senyawa (3) = C₁₅H₁₅NO₃

$$\text{BM senyawa (3)} = 257,156 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol senyawa (3)} = 0,0075 \text{ mol}$$

$$\text{Massa senyawa (3)} = \text{mol} \times \text{BM}$$

$$= 0,0075 \text{ mol} \times 257,156 \text{ g/mol}$$

$$= 1,929 \text{ g}$$

L.3.4 Penentuan % Hasil Produk Sintesis

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\%$$

1. P₀ (Volume katalis 0 mL)

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{1.8484}{1.929} \times 100\% = 95,8\%$$

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

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{1.8909}{1.929} \times 100\% = 98\%$$

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

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{1.8661}{1.929} \times 100\% = 96,7\%$$

4. P₁ (Volume katalis 1 mL)

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{1.9156}{1.929} \times 100\% = 99,3\%$$

% Hasil berdasarkan GC-MS diperoleh sebagai berikut :

$$\% \text{ Hasil} = \frac{\% \text{GC} \times \text{massa produk sintesis}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

5. P₀ (Volume katalis 0 mL)

$$\% \text{ Hasil} = \frac{100\% \times 1.8484}{1.929} \times 100\% = 95,8\%$$

6. P_{0,25} (Volume katalis 0,25 mL)

$$\% \text{ Hasil} = \frac{100\% \times 1.8909}{1.929} \times 100\% = 98\%$$

7. P_{0,5} (Volume katalis 0,5 mL)

$$\% \text{ Hasil} = \frac{100\% \times 1.8661}{1.929} \times 100\% = 96,7\%$$

8. P₁ (Volume katalis 1 mL)

$$\% \text{ Hasil} = \frac{100\% \times 1.9156}{1.929} \times 100\% = 99,3\%$$

L.3.5 Pengamatan Titik Lebur Produk Sintesis

Tabel L.3.1 Hasil pengamatan titik lebur produk sintesis

Ulangan	Titik Lebur (°C)			
	P ₀	P _{0,25}	P _{0,5}	P ₁
1	88-95	85-90	85-90	85-90
2	85-90	88-93	86-90	86-90
3	84-90	83-92	84-93	84-92
Rata-rata	85,6-91,6	85,3-91,6	85-91	85-90,6

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

L.3.6 Pembuatan larutan NaOH 2 M

Diketahui : BM NaOH = 40 g/mol

Volume larutan = 20 mL

Ditanya : massa NaOH yang dibutuhkan = ?

Jawab : mol = M x V
= (2 mmol/mL) x 20 mL
= 40 mmol
= 0,04 mol

$$\begin{aligned}\text{Massa NaOH} &= \text{mol} \times \text{BM NaOH} \\ &= 0,04 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 1,6 \text{ g}\end{aligned}$$

L.3.7 Preparasi Inhibitor Korosi

3.7.1 Pembuatan Larutan HCl 1 M

Diketahui : % HCl₁ = 37%

Berat jenis HCl = 1,19 gram/ml

Berat Molekul = 36,5 gram/mol

V HCl₂ = 25 mL

M HCl₂ = 1 M

Ditanya : M HCl₁ = ?

V HCl₁ = ?

$$\text{Jawab} \quad : M \text{ HCl} = \frac{10 \times 37\% \times \text{berat jenis HCl}}{\text{berat molekul HCl}}$$

$$M \text{ HCl} = \frac{10 \times 37\% \times 1,19 \text{ gram/ml}}{36,5 \text{ gram/mol}}$$

$$M \text{ HCl}_1 = 12,06 \text{ M}$$

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

$$12,06 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL}}{12,06 \text{ M}}$$

$$V_1 = 2,073 \text{ mL}$$

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

$$\%V = \frac{\text{volume komponen (V}_k\text{)}}{\text{volume campuran (V}_c\text{)}} \times 100\%$$

Diket : %V = 2%

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

$$V_k = \frac{\%V}{100\%} \times V_c$$

$$V_k = \frac{2\%}{100 \%} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_k = 0,5 \text{ mL}$$

3.7.3 Pembuatan Larutan Induk Inhibitor 10.000 ppm

Volume larutan yang dibutuhkan = 0,025 L

$$\begin{aligned} \text{Massa basa Schiff yang ditambahkan} &= \text{konsentrasi (ppm)} \times \text{volume} \\ &= 10.000 \text{ ppm} \times 0,025 \text{ L} \\ &= 250 \text{ mg} \end{aligned}$$

3.7.4 Pembuatan Larutan 1.000; 3.000; 5.000; dan 7.000 ppm

Diketahui : M₁ = 10.000 ppm

$$V_2 = 5 \text{ mL}$$

Ditanya : V₁.....?

Jawab : M₁ x V₁ = M₂ x V₂

3.7.4.1 Larutan 1.000 ppm

Diketahui : M₂ = 1.000 ppm

Jawab : 10.000 ppm x V₁ = 1.000 ppm x 5 mL

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

3.7.4.2 Larutan 3.000 ppm

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

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

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

3.7.4.3 Larutan 5.000 ppm

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

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

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

3.7.4.4 Larutan 7.000 ppm

Diketahui : $M_2 = 7.000 \text{ ppm}$

Jawab : $10.000 \text{ ppm} \times V_1 = 7.000 \text{ ppm} \times 5 \text{ mL}$

$$V_1 = 3,5 \text{ mL}$$

Tabel L.3.2 Massa lempeng besi dalam larutan standar

Konsentrasi Larutan Standart	Ulangan	M ₁ (g)	M ₂ (g)	W (g)	W ₀ (g)
HCl	I	0,6665	0,6031	0,0634	0,0758
	II	0,668	0,5977	0,0703	
	III	0,6684	0,5745	0,0939	
HCl + DMSO 1000 ppm	I	0,6523	0,5917	0,0606	0,0613
	II	0,6627	0,6012	0,0615	
	II	0,6587	0,5969	0,0618	
HCl + DMSO 3000 ppm	I	0,6612	0,6073	0,0539	0,0558
	II	0,6518	0,5964	0,0554	
	II	0,6602	0,6022	0,0580	
HCl + DMSO 5000 ppm	I	0,6613	0,6114	0,0499	0,0519
	II	0,6595	0,6055	0,0540	
	II	0,6634	0,6117	0,0517	
HCl + DMSO 7000 pm	I	0,6626	0,6144	0,0482	0,0509
	II	0,6540	0,6001	0,0539	
	II	0,6520	0,6014	0,0506	

Keterangan : M₁ = Massa logam besi sebelum direndam dalam larutan standart

M₂ = Massa logam besi setelah direndam dalam larutan standart

W = Massa logam besi yang hilang tanpa penambahan inhibitor korosi

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

Tabel L.3.3 Nilai efisiensi inhibitor dari *o*-vanilin dalam media HCl

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	Ulangan	M ₁ (g)	M ₂ (g)	W _{inh} (g)	W _f (g)	EI (%)
1000	I	0,6585	0,5718	0,0867	0,0863	-40,7830
	II	0,6591	0,5721	0,0870		
	III	0,6682	0,5831	0,0851		
3000	I	0,6701	0,6041	0,0660	0,0695	-24,5520
	II	0,6684	0,5874	0,0810		
	III	0,6694	0,6077	0,0617		
5000	I	0,6671	0,6450	0,0221	0,0197	62,0423
	II	0,6599	0,6355	0,0244		
	III	0,6686	0,6561	0,0125		
7000	I	0,6697	0,6577	0,0120	0,0111	78,1925
	II	0,6680	0,6568	0,0112		
	III	0,6593	0,6491	0,0102		

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

Tabel L.3.4 Nilai efisiensi inhibitor dari *p*-anisidina dalam media HCl

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	Ulangan	M ₁ (g)	M ₂ (g)	W _{inh} (g)	W _f (g)	EI (%)
1000	I	0,6615	0,5890	0,0725		
	II	0,6722	0,6012	0,0710	0,0712	-16,1500
	III	0,6710	0,6009	0,0701		
3000	I	0,6673	0,6112	0,0561		
	II	0,6698	0,6176	0,0522	0,0539	3,4050
	III	0,6625	0,6090	0,0535		
5000	I	0,6629	0,6433	0,0196		
	II	0,6702	0,6557	0,0145	0,0147	71,6763
	III	0,6588	0,6487	0,0101		
7000	I	0,6700	0,6603	0,0097		
	II	0,6700	0,6612	0,0088	0,0089	82,5147
	III	0,6592	0,6511	0,0081		

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

Tabel L.3.5 Nilai efisiensi inhibitor dari senyawa basa Schiff dalam media HCl

Konsentrasi Inhibitor (ppm)	Ulangan	M ₁ (g)	M ₂ (g)	W _{inh} (g)	W _f (g)	EI (%)
1000	I	0,6592	0,6523	0,0069		
	II	0,6530	0,6462	0,0068	0,0080	86,9494
	III	0,6584	0,6481	0,0103		
3000	I	0,6602	0,6573	0,0029		
	II	0,6582	0,6548	0,0034	0,0037	93,3692
	III	0,6697	0,6549	0,0048		
5000	I	0,6601	0,6575	0,0026		
	II	0,6567	0,6538	0,0029	0,0023	95,5684
	III	0,6577	0,6564	0,0013		
7000	I	0,6572	0,6548	0,0024		
	II	0,6563	0,6542	0,0021	0,0020	96,0707
	III	0,6582	0,6567	0,0015		

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

M₂ = Massa logam besi setelah direndam dalam media korosi

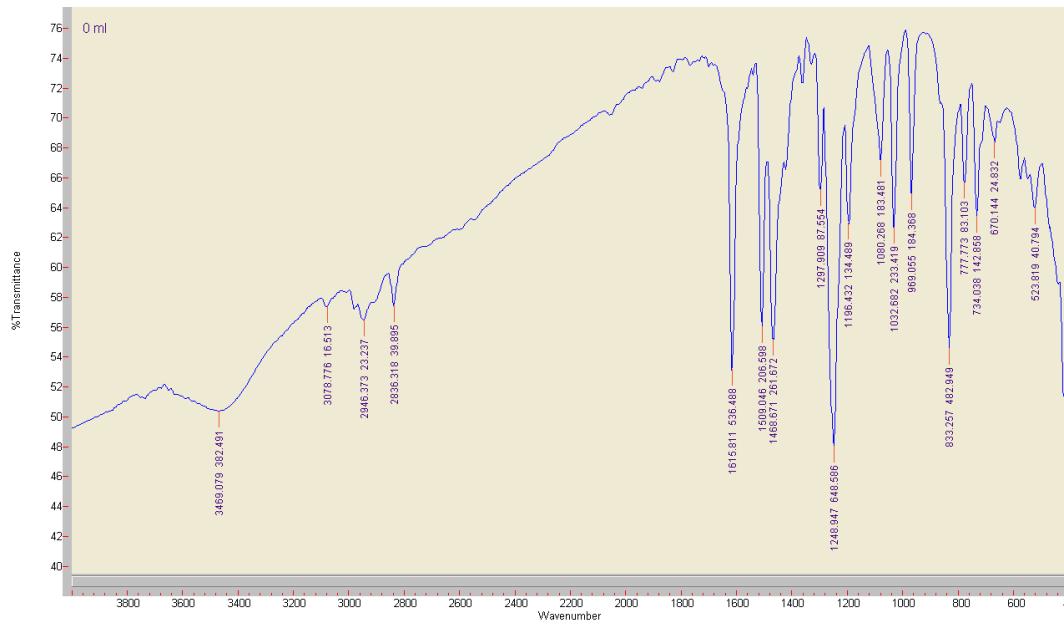
W_{inh}= Massa logam besi yang hilang dengan penambahan inhibitor korosi

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

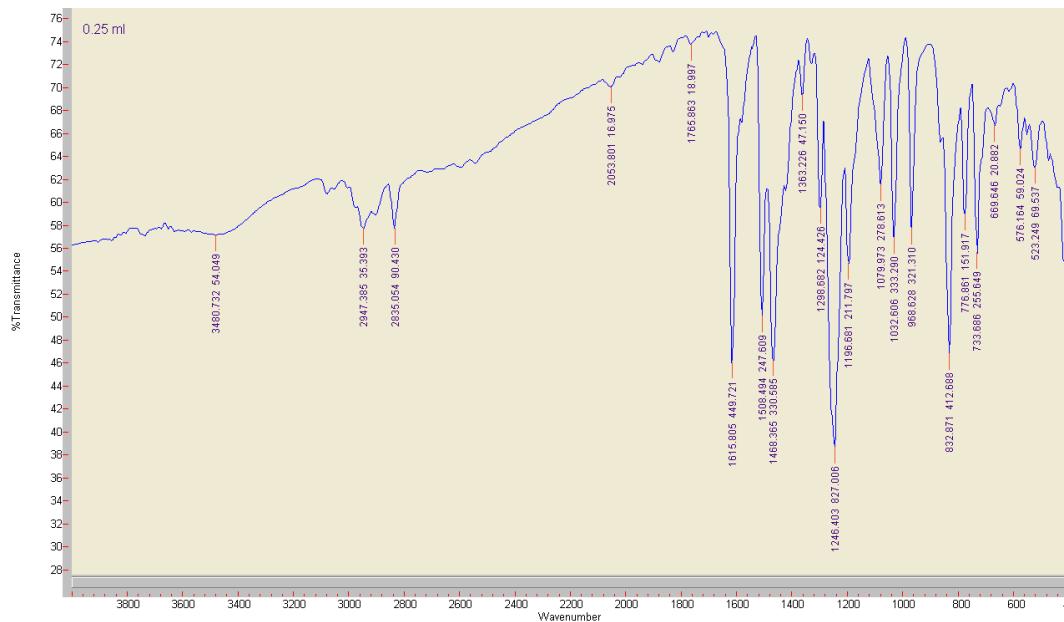
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan FTIR

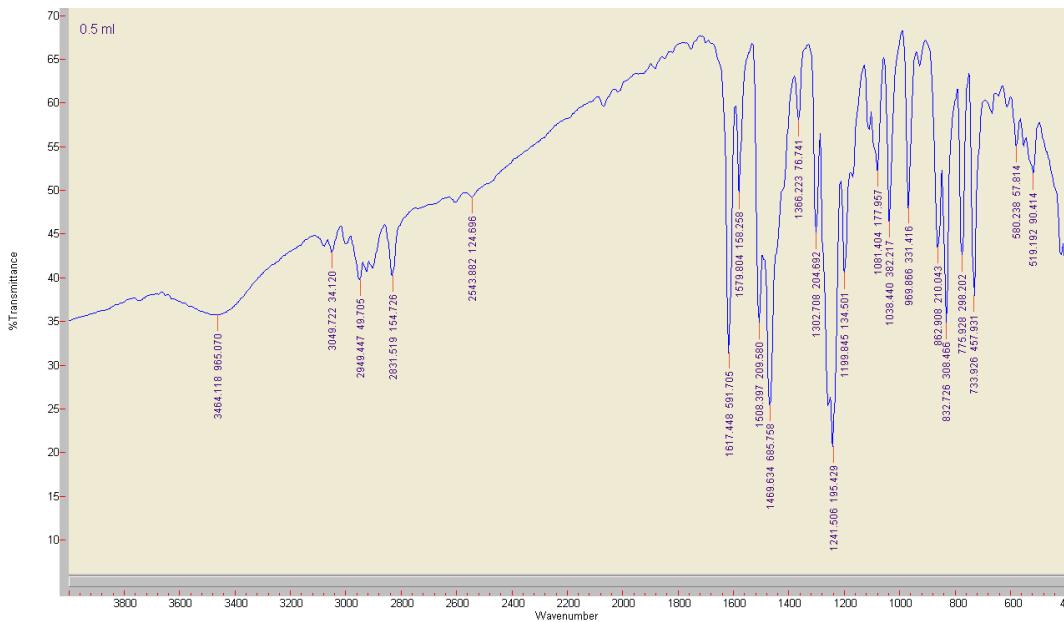
L.4.1.1 Hasil Karakterisasi P₀ (Produk Volume Katalis Asam 0 mL)



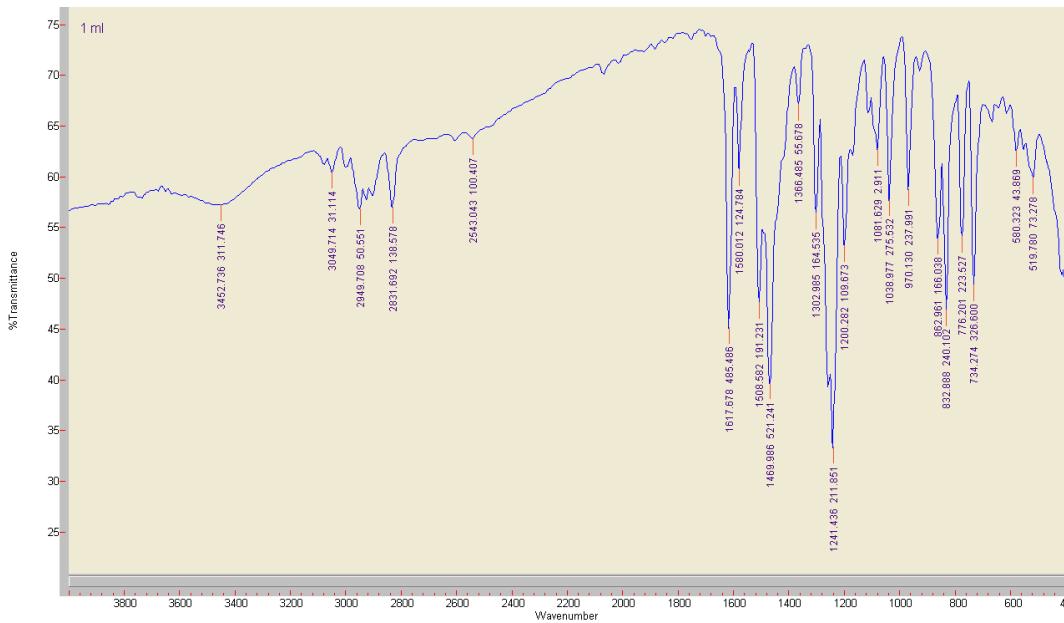
L.4.1.2 Hasil Karakterisasi P_{0,25} (Produk Volume Katalis Asam 0,25 mL)



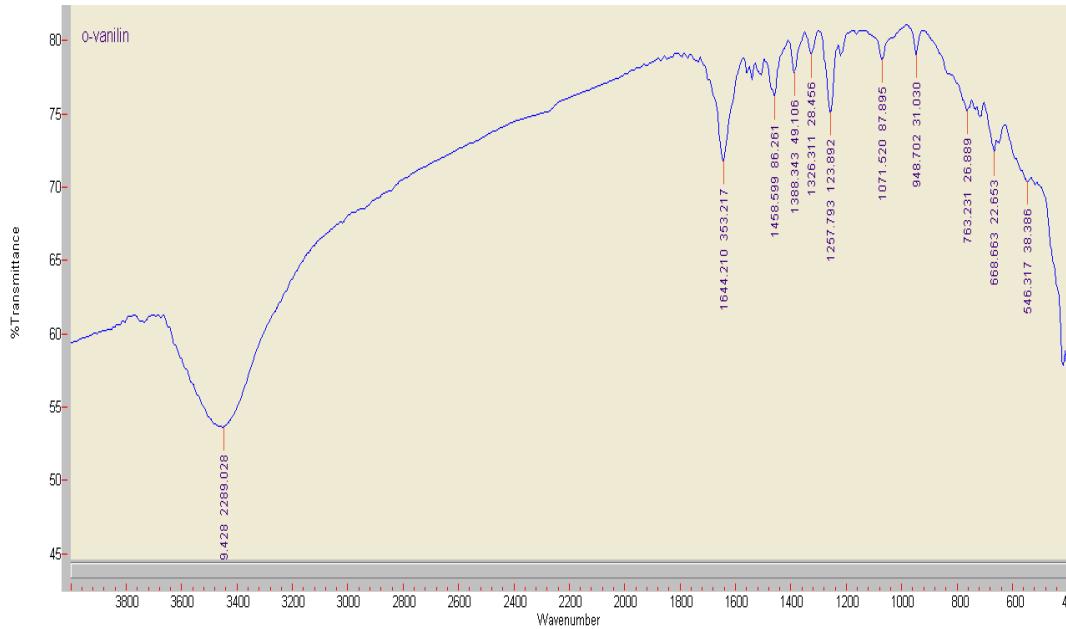
L.4.1.3 Hasil Karakterisasi P_{0,5} (Produk Volume Katalis Asam 0,5 mL)



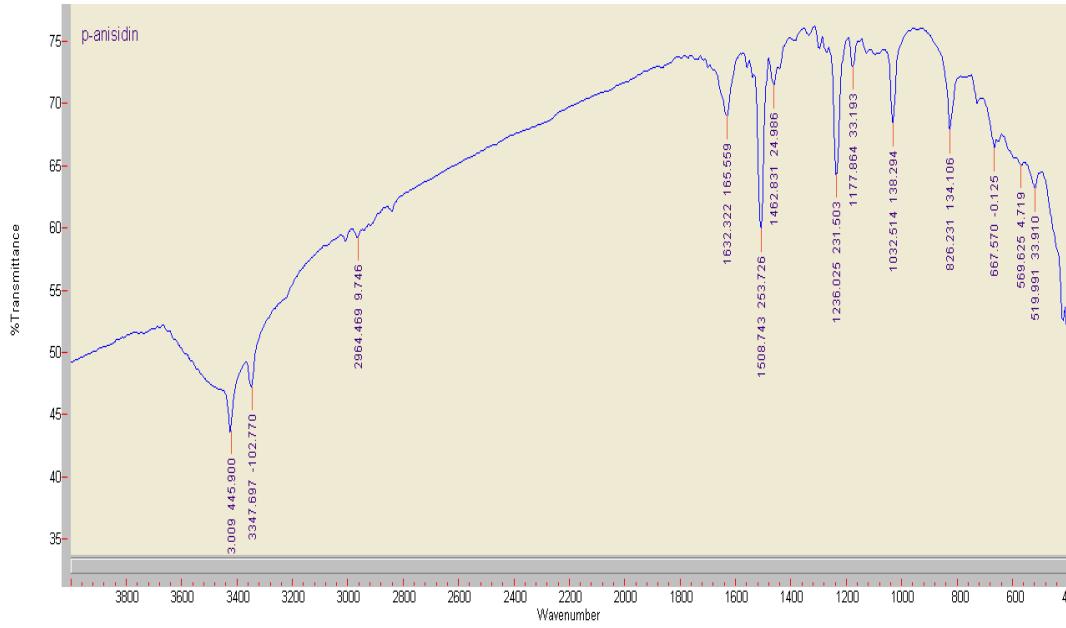
L.4.1.4 Hasil Karakterisasi P₁ (Produk Volume Katalis Asam 1 mL)



L.4.1.5 Hasil Karakterisasi Senyawa *o*-Vanilin



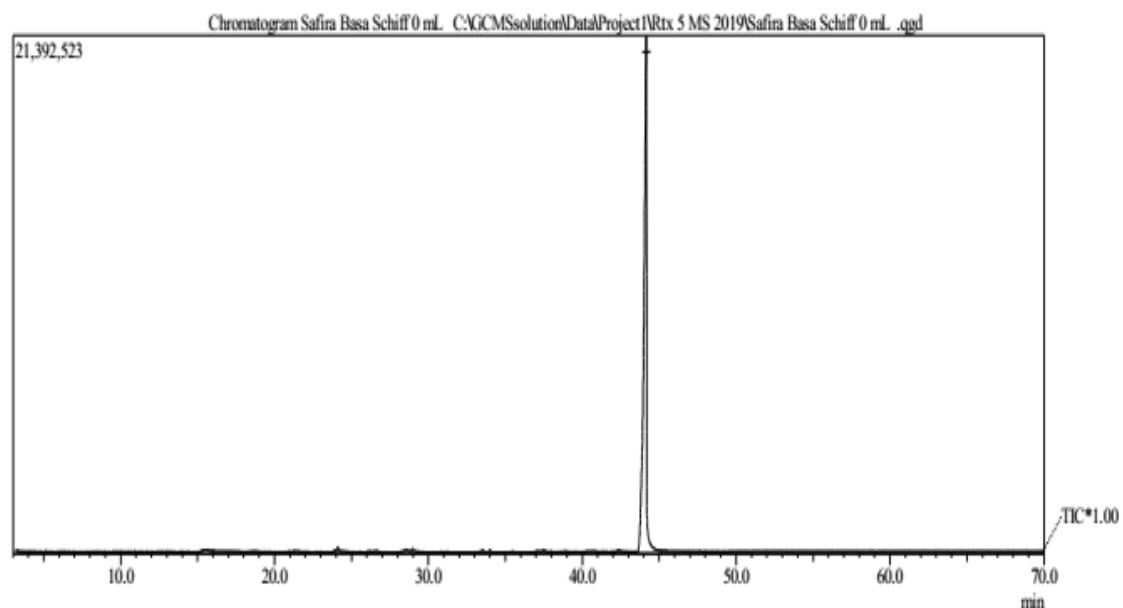
L.4.1.5 Hasil Karakterisasi Senyawa *p*-Anisidina



L.4.2 Hasil Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan GC-MS

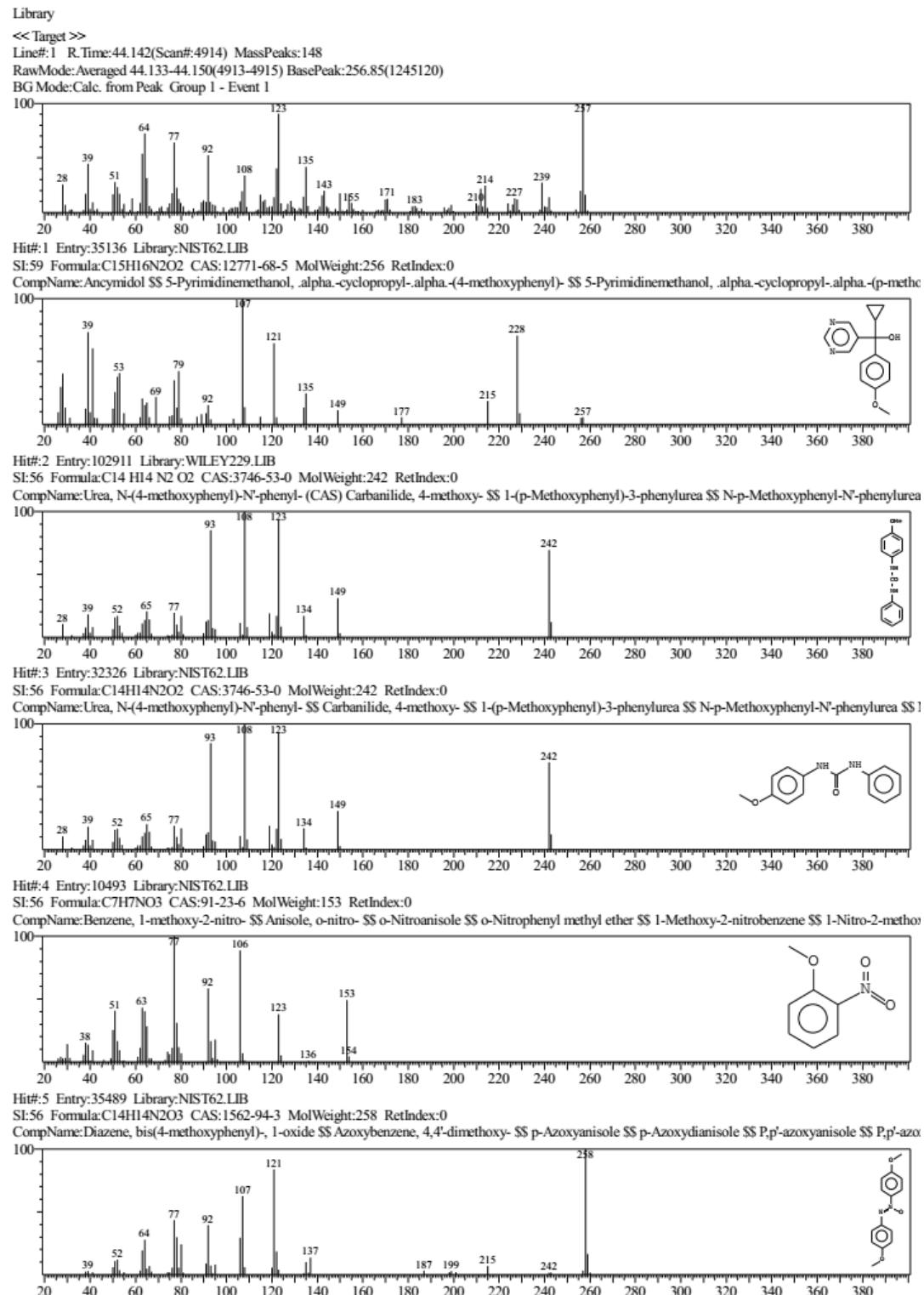
L.4.2.1 Hasil Karakterisasi Kromatografi Gas P₀ (Produk Volume Katalis

Asam 0 mL)

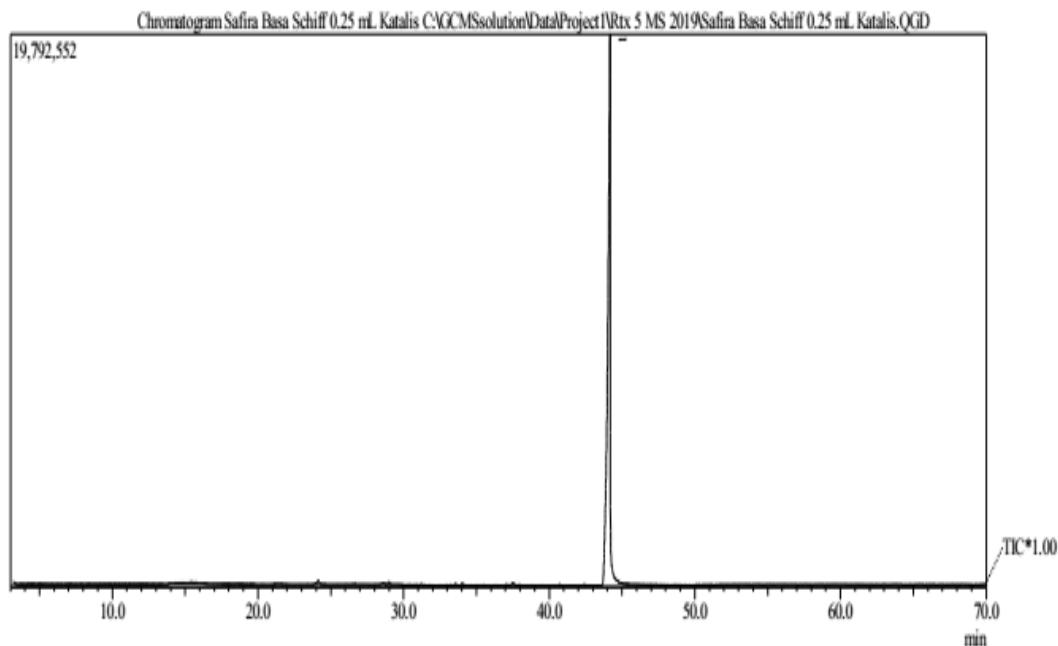


Peak Report TIC						
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	44.142	43.650	44.483	236920675	100.00	19568065
				236920675	100.00	19568065

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

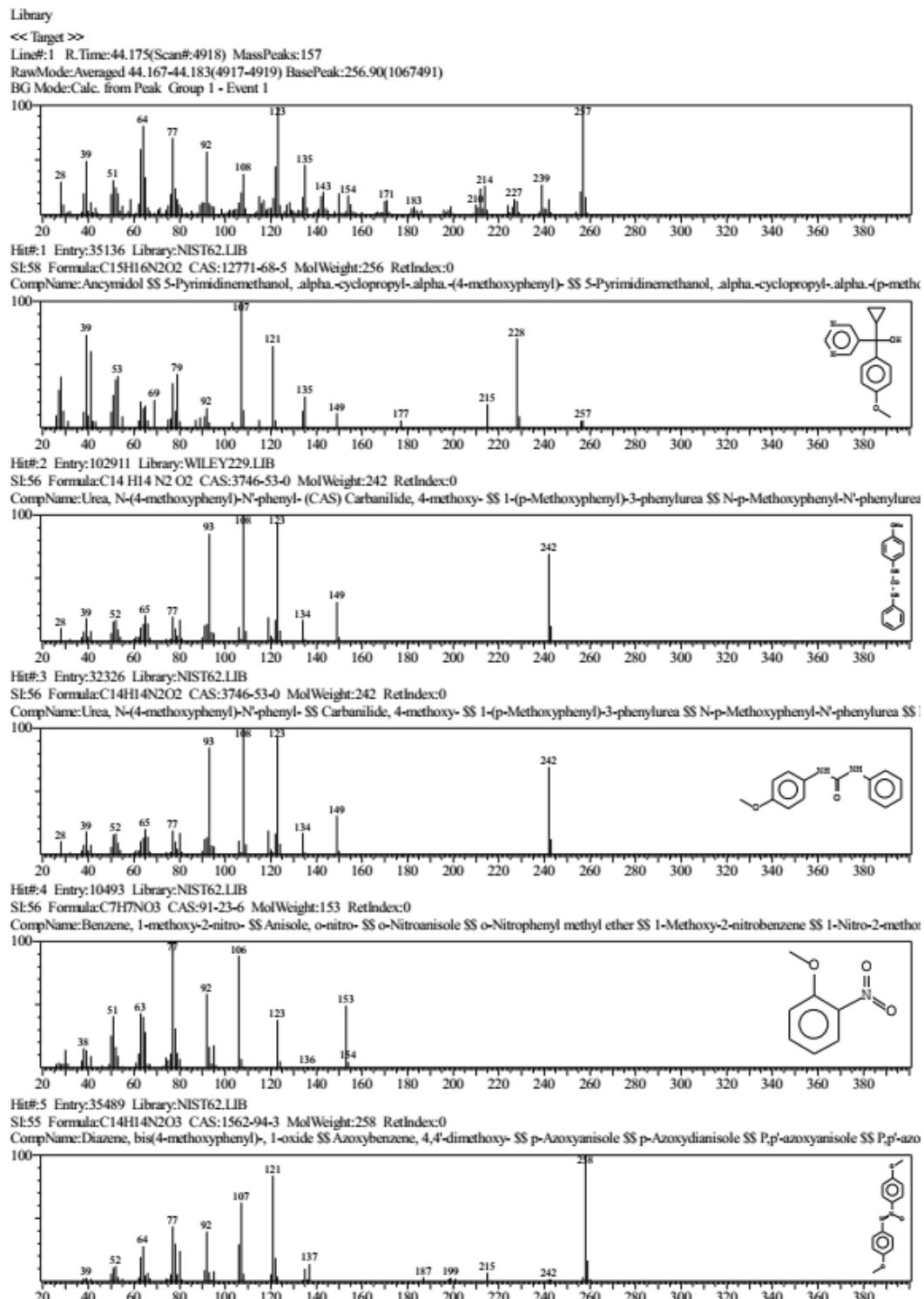


L.4.2.3 Hasil Karakterisasi Kromatografi Gas P_{0,25} (Produk Volume Katalis Asam 0,25 mL)

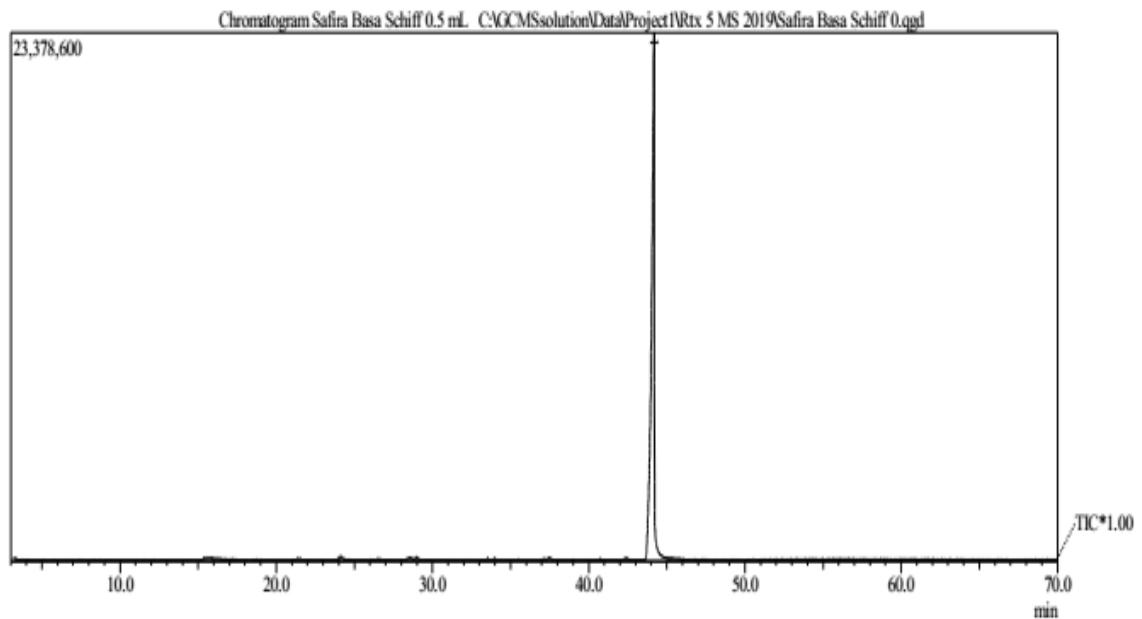


Peak Report TIC						
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	44.174	43.650	44.567	222926994	100.00	17500888
				222926994	100.00	17500888

L.4.2.4 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P_{0,25} (Produk Volume Katalis Asam 0,25 mL)

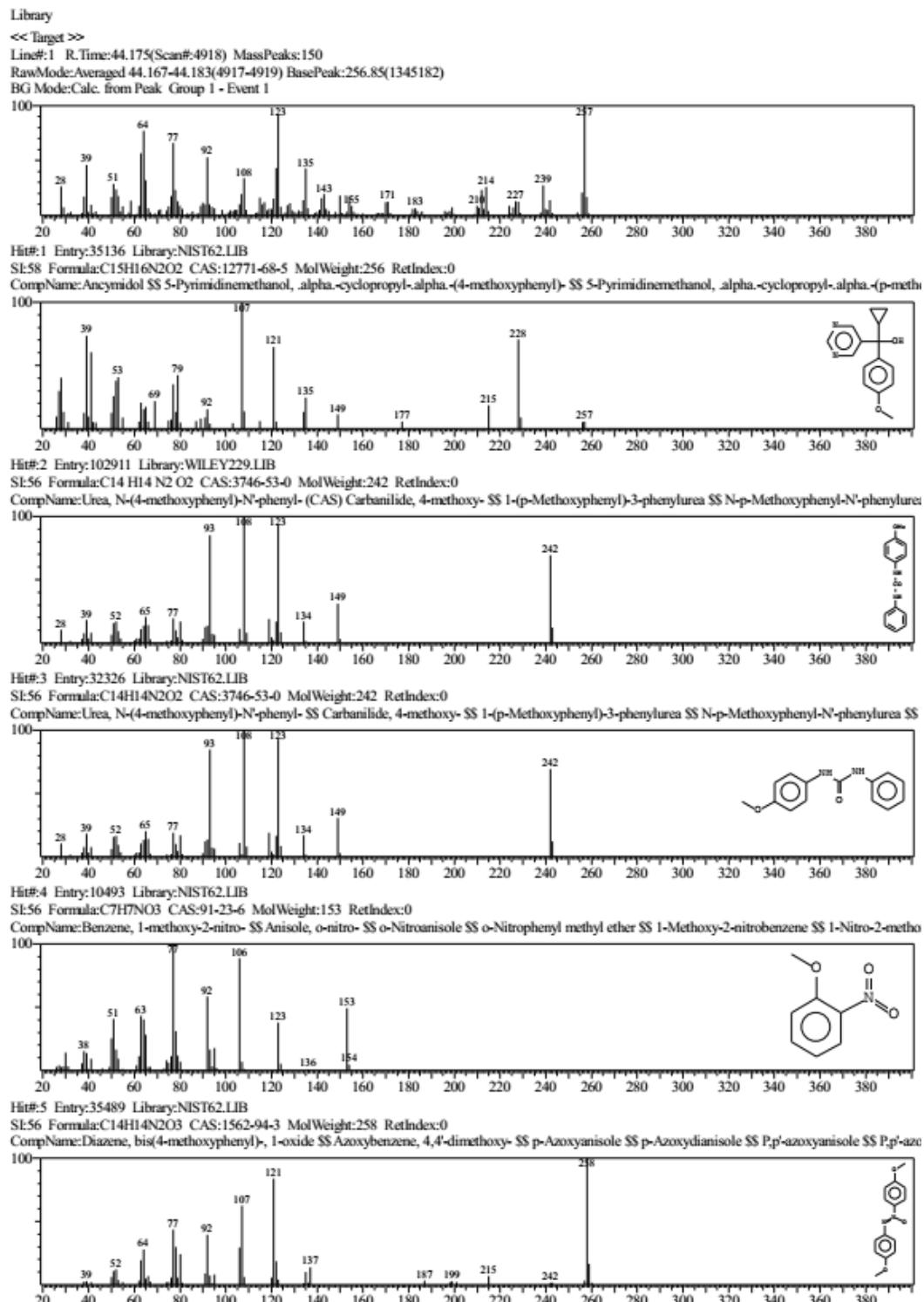


L.4.2.5 Hasil Karakterisasi Kromatografi Gas P_{0,5} (Produk Volume Katalis Asam 0,5 mL)

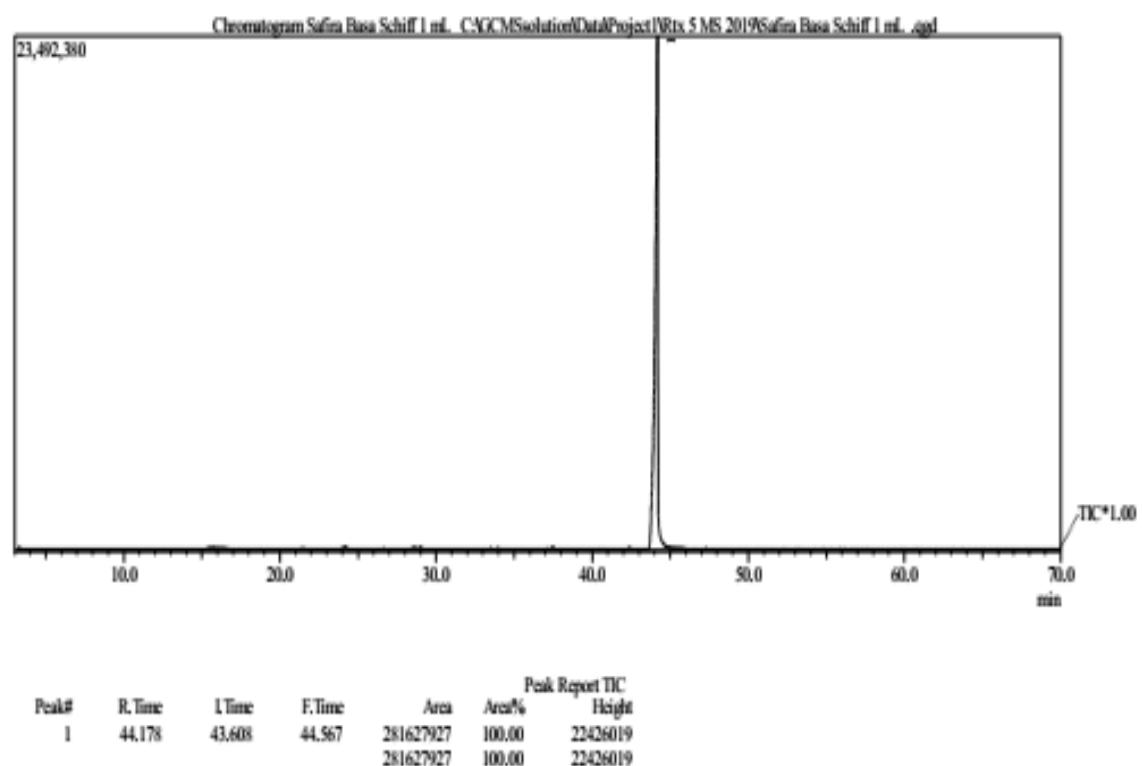


Peak Report TIC						
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	44.178	43.608	44.567	280475860	100.00	22344039
				280475860	100.00	22344039

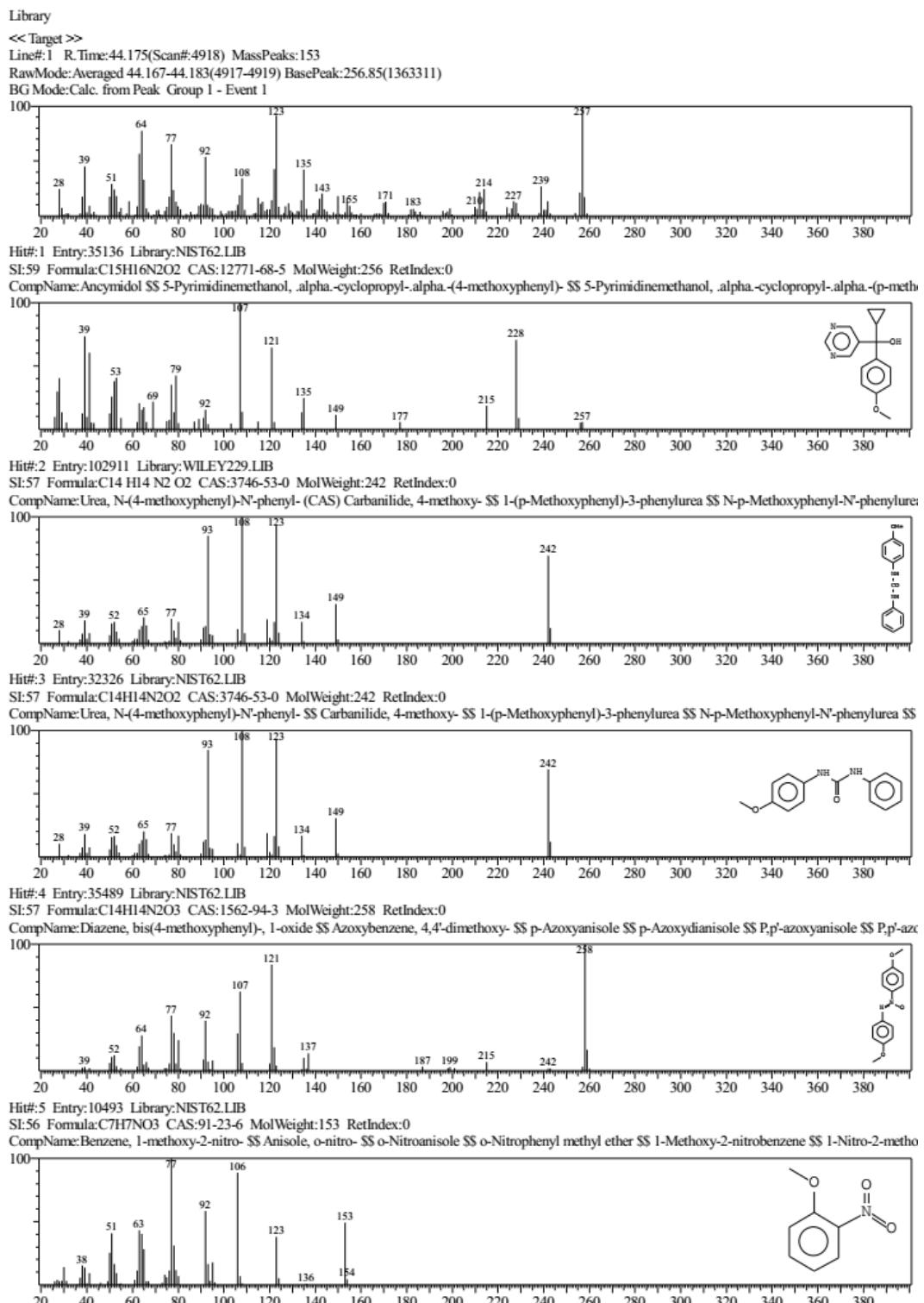
L.4.2.6 Hasil Karakterisasi Spektroskopi Massa P_{0,5} (Produk Volume Katalis Asam 0,5 mL)



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



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



C:\GCMSsolution\Project1\Rtx 5 MS 2019\Safira Basa Schiff 1 mL.qgd



GCMS-QP2010S SHIMADZU

Kolom : Rtx 5
 Panjang : 30 meter
 ID : 0,25 mm
 Film : 0,25 um
 Gas pembawa : Helium
 Pengionan : EI 70 Ev

Method

[Comment]

===== Analytical Line 1 =====

[GC-2010]

Column Oven Temp.	: 70.0 °C	
Injection Temp.	: 300.00 °C	
Injection Mode	: Split	
Flow Control Mode	: Pressure	
Pressure	: 13.7 kPa	
Total Flow	: 28.0 mL/min	
Column Flow	: 0.50 mL/min	
Linear Velocity	: 25.9 cm/sec	
Purge Flow	: 3.0 mL/min	
Split Ratio	: 49.0	
High Pressure Injection	: OFF	
Carrier Gas Saver	: OFF	
Splitter Hold	: OFF	
Oven Temp. Program		
Rate	Temperature(°C)	Hold Time(min)
-	70.0	5.00
5.00	300.0	19.00

< Ready Check Heat Unit >

Column Oven : Yes
 SPLI : Yes
 MS : Yes

< Ready Check Detector(FTD) >

< Ready Check Baseline Drift >

< Ready Check Injection Flow >

SPLI Carrier : Yes
 SPLI Purge : Yes

< Ready Check APC Flow >

< Ready Check Detector APC Flow >

External Wait : No

Equilibrium Time : 3.0 min

[GC Program]

[GCMS-QP2010]

IonSourceTemp	: 250.00 °C
Interface Temp.	: 305.00 °C
Solvent Cut Time	: 3.00 min
Detector Gain Mode	: Relative
Detector Gain	: +0.00 kV
Threshold	: 0

[MS Table]

-Group 1 - Event 1-

Start Time	: 3.20min
End Time	: 70.00min
ACQ Mode	: Scan
Event Time	: 0.50sec
Scan Speed	: 1250
Start m/z	: 28.00
End m/z	: 600.00

Sample Inlet Unit : GC

[MS Program]

Use MS Program : OFF

L.4.3 Hasil Karakterisasi XRF Lempeng Besi *Cutter Joyko L-150*

23-jul-2019 13:51:57

Sample results

Page 1

Sample ident	
E 884	

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

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

Lampiran 5. Dokumentasi

L.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dari *o*-Vanilin dan *p*-Anisidina



Senyawa *p*-Anisidina



Pencampuran kedua reaktan dengan katalis jus lemon



Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode penggerusan



Produk sintesis setelah pengeringan dalam desikator



Uji Sifat kimia senyawa produk sintesis dalam NaOH

L.5.2 Uji Efisiensi Inhibitor Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-(((4-metoksi fenil)imino)metil)fenol



Senyawa basa Schiff hasil
sintesis dilarutkan dalam DMSO



Larutan induk 10000
ppm inhibitor



Uji efisiensi inhibisi senyawa basa Schiff



Uji efisiensi inhibisi senyawa *o*-vanilin



Uji efisiensi inhibisi senyawa *p*-anisidina