

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((P -TOLILIMINO)METIL)FENOL SEBAGAI INHIBITOR KOROSI MENGGUNAKAN *ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY* (EIS)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
TAUFIQURRAHMAN  
NIM. 17630063**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

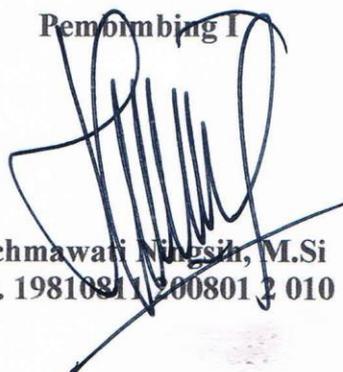
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((P -TOLILIMINO)METIL)FENOL SEBAGAI INHIBITOR KOROSI MENGGUNAKAN *ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY* (EIS)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
TAUFIQURRAHMAN  
NIM. 17630063**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
pada Tanggal 20 Juni 2022**

**Pembimbing I**



**Rachmawati Ningsih, M.Si  
NIP. 19810811200801 2 010**

**Pembimbing II**



**Oky Bagas Prasetyo, M.Pd  
NIDT. 19890113 20180201 1 244**

**Pembimbing III**



**Dr. Erna Hastuti, M.Si  
NIP. 19811119 200801 2 009**

**Mengetahui,  
Ketua Program Studi**



**Rachmawati Ningsih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 010**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SENYAWA BASA SCHIFF 2-METOKSI-6-((P -TOLILIMINO)METIL)FENOL SEBAGAI INHIBITOR KOROSI MENGGUNAKAN *ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE SPECTROSCOPY* (EIS)**

**SKRIPSI**

**Oleh:**  
**TAUFIQURRAHMAN**  
**NIM. 17630063**

**Telah Dipertahankan Di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 20 Juni 2022**

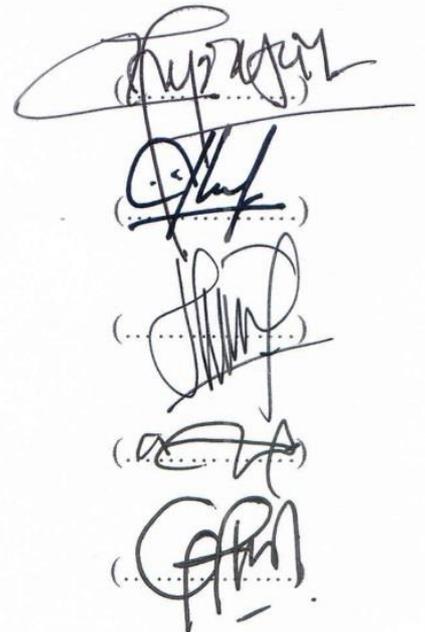
**Ketua Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.Si**  
**NIP. 19770925 200604 1 003**

**Anggota Penguji I : Ahmad Hanapi, M.Sc**  
**NIDT. 19851225 20160801 1 069**

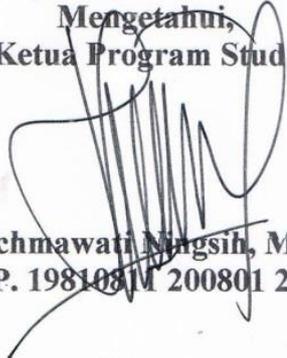
**Anggota Penguji II : Rachmawati Ningsih, M.Si**  
**NIP. 19810811 200801 2 010**

**Anggota Penguji III : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd**  
**NIDT. 19890113 20180201 1 244**

**Anggota Penguji IV : Dr. Erna Hastuti, M.Si**  
**NIP. 19811119 200801 2 009**



**Mengetahui,**  
**Ketua Program Studi**



**Rachmawati Ningsih, M.Si**  
**NIP. 19810811 200801 2 010**

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Taufiqurrahman

NIM : 17630063

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol sebagai Inhibitor Korosi Menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 25 Juni 2022

Yang membuat pernyataan,



Taufiqurrahman  
NIM. 17630054

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT dengan segala nikmat-Nya saya dapat menyelesaikan tugas akhir ini. Tanpa kehendak-Nya serta dukungan dari orang-orang di sekitar, saya tidak dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena ini, skripsi ini saya persembahkan kepada:

Kedua orang tua saya Bapak Husaini dan Ibu Chusnul Chotimah serta kedua kakak saya M. Khourul Azmi dan Hamdan Ilyurridha yang selama ini telah memberikan segala bentuk dukungan mulai dari masa awal perkuliahan hingga saya memperoleh gelar sarjana ini. Terima kasih telah menjadi orang tua yang sempurna dan kedua kakak yang baik bagi saya, kiranya tulisan ini hanya sebagian kecil hal yang dapat saya persembahkan kepada ayah, ibu, dan kedua kakak saya. Semoga kalian senantiasa diberi kesehatan dan panjang umur hingga saya sukses nantinya, Aamiin.

Bapak dan Ibu Dosen Kimia, khususnya Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd, Ibu Dr. Erna Hastuti, M.Si, Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc yang telah memotivasi, memberikan arahan, dan membimbing dengan sangat sabar selama ini. Semoga kebaikan Bapak dan Ibu Dosen melipat balasan yang lebih baik dari Allah SWT, Aamiin. Teman-teman sebimbingan bu Rachma, serta teman-teman terdekat saya yakni Nuriyah Sulkha, Aninda Quinsy A., Alivia Husin, Dhea Virta Tessa L., Elza Nurhidayati, Silvia Usmania, dan M. Ilham Kusuma W. Terima kasih atas keterlibatan dan waktu yang telah kalian berikan dalam proses penyelesaian skripsi ini. Semoga cita-cita kalian semua dapat terwujud kelak, Aamiin.

## **MOTTO**

*“Hidup seperti layaknya mengayuh sepeda, selama kita masih mau mengayuh (berusaha) sepeda tersebut meskipun pelan pasti kita akan sampai pada tujuan (hasil) jika kita berhenti mengayuh sepeda tersebut niscaya kita tidak akan sampai pada tujuan (hasil).”*

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah swt yang telah memberikan rahmat dan ridhoNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((p-tolilimino)metil)fenol sebagai Inhibitor Korosi Menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)”**. Shalawat serta salam kita haturkan kepada baginda kita yakni Nabi Muhammad SAW yang telah memberikan suri tauladan kepada umatnya. Semoga kita menjadi umat yang pandai dalam mensyukuri segala nikmat yang telah diberikan Allah SWT, dan dengan harapan kelak mendapat syafaat dari baginda Nabi Muhammad SAW. Amin.

Pada penyusunan Skripsi ini dibuat untuk memenuhi salah satu kriteria kelulusan yang ada di jurusan kimia. Skripsi ini dapat disusun karena dukungan, motivasi, serta bimbingan dari berbagai pihak. Tiada kata yang patut terucap untuk menguntai sedikit makna kebahagiaan ini. Oleh karena itu, izinkanlah penulis menyampaikan banyak terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen pembimbing penulis dan ketua program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Uin Maulana Malik

Ibrahim Malang yang telah mengarahkan, memberikan saran serta masukan kepada penulis.

4. Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd selaku dosen pembimbing agama penulis yang telah memberikan saran serta masukan kepada penulis.
5. Bapak Husaini dan Ibu Chusnul Chotimah selaku kedua orang tua penulis yang telah mendoakan, memberi semangat, dan nasihatnya.
6. Teman-teman seangkatan dan seperjuangan penulis yang telah memotivasi dan bekerja sama dengan penulis.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun dari berbagai pihak demi kesempurnaan proposal ini. Semoga proposal ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru, bermanfaat bagi kita semua dan untuk peradaban yang akan datang, Amin.

Malang, 21 Juni 2022

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>iError! Bookmark not defined.</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>vi</b>
<b>HALAMAN MOTTO .....</b>	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN.....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xiv</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>xv</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>xvi</b>
<b>مستخلص البحث .....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>BAB 1 PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan.....	4
1.4 Batasan Masalah .....	4
1.5 Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>6</b>
2.1 <i>o</i> -Vanilin.....	6
2.2 <i>p</i> -Toluidina .....	7
2.3 Senyawa Basa Schiff .....	8
2.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Metode Sonikasi.....	9
2.5 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff .....	10
2.5.1 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi FTIR .....	10
2.5.2 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi <sup>1</sup> H-NMR .....	11
2.6 Korosi .....	13
2.7 Inhibitor Korosi dengan Uji EIS.....	14
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>16</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	16
3.2 Alat dan Bahan .....	16
3.2.1 Alat.....	16
3.2.2 Bahan .....	16
3.3 Rancangan Penelitian .....	17
3.4 Tahapan Penelitian .....	17
3.5 Cara Kerja.....	18
3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Sonikasi.....	18
3.5.2 Uji Titik Leleh Produk Menggunakan <i>Melting Point Apparatus</i> .....	18
3.5.3 Uji Sifat Kimia dengan Larutan NaOH 2 M .....	18

3.5.4 Karakterisasi Produk menggunakan Spektroskopi FTIR.....	19
3.5.7 Karakterisasi Produk dengan <sup>1</sup> H-NMR.....	19
3.5.8 Uji Efisiensi Inhibitor Korosi.....	19
3.5.8.1 Pembuatan Spesimen Uji.....	19
3.5.8.2 Pembuatan Larutan Inhibitor Korosi.....	20
3.5.8.3 Uji Efisiensi Produk sebagai Inhibitor Korosi dengan Metode EIS .	20
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>21</b>
4.1 Sintesis Basa Schiff 2-metoksi-6-(( <i>p</i> -tolilimino)metil)fenol Menggunakan Metode Sintesis Sonikasi.....	21
4.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR .....	24
4.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan <sup>1</sup> H-NMR .....	26
4.4 Uji Efisiensi Inhibitor Korosi Menggunakan EIS .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>BAB V PENUTUPAN .....</b>	<b>36</b>
6.1 Kesimpulan .....	32
6.2 Saran .....	32
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>33</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir.....	41
Lampiran 2 Perhitungan .....	46
Lampiran 3 Data Hasil Penimbangan .....	50
Lampiran 4 Data Hasil Karakterisasi .....	51
Lampiran 5 Dokumentasi.....	54

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur <i>o</i> -vanilin .....	6
Gambar 2.2 Struktur <i>p</i> -toluidina .....	7
Gambar 2.3 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff.....	8
Gambar 2.4 Spektra hasil karakterisasi senyawa basa Schiff 2-methoxy-6-(( <i>p</i> -tolilimino)methyl)phenol .....	11
Gambar 2.5 Spektrum <sup>1</sup> H-NMR produk sintesis .....	12
Gambar 4.1 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(( <i>p</i> -tolilimino)metil)fenol.....	21
Gambar 4.2 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-(( <i>p</i> -tolilimino)metil)fenol.....	22
Gambar 4.3 Reaksi senyawa basa Schiff dengan larutan NaOH .....	23
Gambar 4.4 Kelarutan produk sintesis pada (a) Aquades (b) NaOH 2 M .....	24
Gambar 4.5 Spektra IR reaktan dan produk basa Schiff.....	24
Gambar 4.6 Spektra <sup>1</sup> H-NMR senyawa produk.....	26
Gambar 4.7 Dugaan struktur senyawa 2-metoksi-6(( <i>p</i> -tolilimino)metil)fenol .....	28
Gambar 4.8 Rangkaian ekivalen pengujian EIS .....	29
Gambar 4.9 (a) Plot Nyquist dan (b) Plot Bode dengan berbagai macam konsentrasi .....	30
Gambar L.4.1 Hasil spektrum FTIR senyawa <i>o</i> -vanilin .....	51
Gambar L.4.2 Hasil spektrum FTIR senyawa <i>p</i> -toluidina .....	51
Gambar L.4.3 Hasil spektrum FTIR senyawa basa Schiff.....	52
Gambar L.4.4 Hasil spektrum <sup>1</sup> H-NMR senyawa basa Schiff.....	52
Gambar L.4.5 Hasil spektrum <sup>1</sup> H-NMR senyawa basa Schiff perbesar 1× (a) .....	53
Gambar L.4.6 Hasil spektrum <sup>1</sup> H-NMR senyawa basa Schiff perbesar 1× (b) .....	53

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Klasifikasi korosi pada logam berdasarkan morfologi .....	14
Tabel 4.1 Gugus fungsi dan bilangan gelombang produk sintesis.....	25
Tabel 4.2 Jenis proton dan pergeseran kimia senyawa produk.....	27
Tabel 4.3 Hasil pengujian EIS .....	31
Tabel L.3.1 Penimbangan massa produk (gram) .....	50

## ABSTRAK

Taufiqurrahman. 2022. **Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol sebagai Inhibitor Korosi Menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS).** SKRIPSI. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd; Pembimbing III: Dr. Erna Hastuti, M.Si.

---

**Kata Kunci:** Basa Schiff, 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol, sonikasi, inhibitor korosi, *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)

Korosi merupakan salah satu permasalahan yang dapat mempengaruhi semua aspek kehidupan seperti, bidang industri, transportasi, dan pembangunan. Dalam penelitian ini, korosi dapat dihambat dengan basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol. Elektron bebas dari basa Schiff akan berinteraksi dengan permukaan logam sehingga melindungi logam tersebut. Basa Schiff disintesis menggunakan metode sonikasi. Hal tersebut dilakukan untuk mengefisiensi waktu, ramah lingkungan, dan mengurangi limbah kimia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil karakterisasi produk sintesis serta mengetahui aktivitasnya sebagai inhibitor korosi pada logam besi dengan media 1 M HCl. Pada penelitian ini, senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil) fenol dilakukan uji fisik meliputi uji titik leleh dan kelarutan, kemudian dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR, KG-SM, dan <sup>1</sup>H-NMR. Setelah itu dilakukan uji efisiensinya sebagai inhibitor korosi pada logam besi menggunakan metode *electrochemical impedance spectroscopy*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa basa Schiff memiliki warna orange dengan titik leleh 95-96°C serta mempunyai rendemen 99,2%. Produk larut dalam larutan NaOH dan tidak larut dalam air. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan terbentuknya ikatan -HC=N yang menjadi gugus khas produk pada bilangan gelombang 1642 cm<sup>-1</sup>. Hasil <sup>1</sup>H-NMR menunjukkan pergeseran kimia pada 8,61 ppm yang menjadi gugus khas -HC=N. Uji inhibitor senyawa basa Schiff pada plat besi dalam lingkungan HCl 1 M dilakukan dengan metode *electrochemical impedance spectroscopy* didapatkan nilai *R<sub>p</sub>* tertinggi yaitu 7,83 pada konsentrasi 100 ppm.

## ABSTRACT

Taufiqurrahman. 2021. **Synthesis and Characterization of Schiff Base 2-methoxy-6-((p-tolilimino)methyl)phenol as a Corrosion Inhibitor Using *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)***. THESIS. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor: Rachmawati Ningsih, M.Si; Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd; Supervisor III: Dr. Erna Hastuti, M.Si

---

**Keyword:** Schiff base, 2-methoxy-6-((p-tolilimino)methyl)phenol, sonication, corrosion inhibitor, *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*

Corrosion is one of the problems that can affect all aspects of life such as industry, transportation, and development. In this study, corrosion was inhibited with Schiff base 2-methoxy-6-((p-tolilimino)methyl)phenol. The free electrons of the Schiff base will interact with the metal surface thereby protecting the metal. Schiff base was synthesized using sonication method. This is done to save time, be environmentally friendly, and reduce chemical waste. This study aims to determine the results of the characterization of the synthesis product and to determine its activity as a corrosion inhibitor on ferrous metals with 1 M HCl acid media. In this study, the basic compound Schiff 2-methoxy-6-((p-tolilimino)methyl) phenol was subjected to physical tests including melting point and solubility tests, then characterized using FTIR, KG-SM, and <sup>1</sup>H-NMR spectrophotometers. After that, it was tested its efficiency as a corrosion inhibitor on ferrous metal using electrochemical impedance spectroscopy. The results showed that the Schiff base compound has an orange color with a melting point of 95-96°C and has a yield of 99.2%. The product is soluble in NaOH solution and insoluble in water. The results of FTIR characterization showed the formation of -HC=N bonds which became a typical product group at a wave number of 1642 cm<sup>-1</sup>. The <sup>1</sup>H-NMR results showed a chemical shift at 8.61 ppm which became a typical -HC=N group. Inhibitor test of Schiff base compound on iron plate in 1 M HCl environment was carried out using electrochemical impedance spectroscopy test, the highest *R<sub>p</sub>* value was obtained, namely 7.83 at a concentration of 100 ppm.

## مستخلص البحث

توفيق الرحمن. ٢٠٢٢. توليف وتوصيف مركبات قاعدة شيف ٢- ميثوكسي -٦- ((بارا-توليليمينو) ميثيل) الفينول كمثبطات للتآكل باستخدام التحليل الطيفي للمقاومة الكهروكيميائية (EIS). البحث الجامعي، قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية، مالانج، المشرفون: المشرف الأول راحماواقي نغسيه الماجستير، المشرف الثاني أوكي باغاس فراستيو الماجستير، المشرف الثالث الدكتور إرنا هاشتوتو الماجستير.

---

---

الكلمات المفتاحية: قاعدة شيف، ٢- ميثوكسي -٦- ((بارا-توليليمينو) ميثيل) الفينول، صوتنة، مثبط التآكل، مطياف المعاوقة الكهروكيميائية (EIS)

التآكل هو أحد المشاكل التي يمكن أن تؤثر على جميع جوانب الحياة مثل الصناعة والنقل، و تطور. في هذا البحث، يمكن منع التآكل باستخدام قاعدة شيف ٢- ميثوكسي -٦- ((بارا-توليليمينو) ميثيل) الفينول. ستتفاعل الإلكترونات الحرة لقاعدة شيف مع سطح المعدن وبالتالي تحمي المعدن. تم تصنيع قاعدة شيف باستخدام طريقة الصوتنة. يتم ذلك لتوفير الوقت والحفاظ على البيئة وتقليل النفايات الكيميائية. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد نتائج توصيف المنتج التخليقي وتحديد نشاطه كمثبط للتآكل على المعادن الحديدية باستخدام الهيدروكلوريك ١ مولار كوسيط. في هذه الدراسة، تعرض المركب الأساسي ٢- ميثوكسي -٦- ((بارا-توليليمينو) ميثيل) الفينول لاختبارات فيزيائية بما في ذلك اختبارات نقطة الانصهار والذوبان، تم تمييزه باستخدام التحليل الطيفي FTIR و KG-SM و H-NMR ١. بعد ذلك، اختبار كفاءته كمانع للتآكل على المعادن الحديدية باستخدام التحليل الطيفي للمقاومة الكهروكيميائية (EIS). أظهرت النتائج أن مركب قاعدة شيف له لون برتقالي مع درجة انصهار ٩٥ - ٩٦ درجة مئوية وله عائد ٩٩,٢% المنتج قابل للذوبان في محلول NaOH وغير قابل للذوبان في الماء. أظهرت نتائج توصيف FTIR تكوين روابط HC = N- والتي أصبحت مجموعة منتجات نموذجية عند رقم موجي يبلغ ١٦٤٢ سم<sup>-١</sup>. أظهرت نتائج H-NMR تحولاً كيميائياً عند ٨.٦١ جزء في المليون والتي أصبحت المجموعة النموذجية HC = N-. تم إجراء اختبار المانع لمركب قاعدة شيف على صفيحة حديدية في بيئة حمض الهيدروكلوريك ١ مولار باستخدام طريقة قياس الجاذبية، وكانت قيمة كفاءة المانع في اختبار مطيافية المعاوقة الكهروكيميائية، تم الحصول على أعلى قيمة Rp، وهي ٧.٨٣ بتركيز ١٠٠ جزء في المليون.

# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Korosi merupakan suatu masalah besar yang dapat mempengaruhi semua aspek kehidupan, seperti dalam bidang industri, transportasi, dan pembangunan. Korosi termasuk salah satu masalah terbesar dalam bidang industri, salah satu contoh kerugian yang ditimbulkan korosi adalah terjadinya penurunan kekuatan material dan biaya perbaikan akan naik lebih besar dari yang diperkirakan (Utomo, 2009). Korosi ini tidak dapat dihindari melainkan dapat dicegah dengan pemilihan bahan konstruksi yang tepat, pelapisan, proteksi katodik dan anodik serta penggunaan inhibitor korosi.

Senyawa basa Schiff mengandung struktur gugus azometin ( $-R-HC=N-$ ) yang dibentuk dari proses kondensasi amina primer dengan senyawa karbonil aktif seperti aldehida atau keton (Abirami dan Nadaraj, 2014). Senyawa basa Schiff memiliki aktivitas inhibitor korosi, farmakologi sebagai antioksidan, antikanker, antitumor, antinflamasi, insektisida, anti bakteri, dan anti tuberkulus. Senyawa basa Schiff juga bertindak sebagai ligan dari senyawa kompleks yang digunakan sebagai sensor, dan katalis (Hasanah, 2017).

Sintesis senyawa basa Schiff dapat dilakukan secara konvensional dan *green synthesis*. Sintesis secara konvensional memiliki kekurangan diantaranya dapat meningkatkan penggunaan bahan yang berbahaya bagi manusia dan lingkungan, waktu sintesis relatif lama dan rendemen relatif sedang. Maka dari itu, diperlukan metode sintesis senyawa basa Schiff yang lebih efektif yaitu

metode *green synthesis*. Metode *green synthesis* meliputi sintesis senyawa basa Schiff menggunakan katalis alami (Ma'rufah, 2019), menggunakan pelarut air, sintesis tanpa pelarut (*solvent free*) dengan metode penggerusan (Jovianto, 2020), serta metode sonikasi (Ahmad, dkk., 2020). Sebagaimana firman Allah SWT dalam Q.S al-A'raf ayat 74 yang berbunyi:

وَإِذْ ذُكِّرُوا إِذْ جَعَلْنَاكُمْ خُلَفَاءَ مِنْ أُمَّةٍ وَعَدْنَا بِنِعْمَةٍ كَبِيرَةٍ  
فَاذْكُرُوا آلَاءَ اللَّهِ وَلَا تَعْتُوا فِي الْأَرْضِ مُسْتَبِدِينَ

Artinya:” *Dan ingatlah ketika Dia menjadikan kamu khalifah-khalifah setelah kaum 'Ad dan menempatkan kamu di bumi. Di tempat yang datar kamu dirikan istana-istana dan di bukit-bukit kamu pahat menjadi rumah-rumah. Maka ingatlah nikmat-nikmat Allah dan janganlah kamu membuat kerusakan di bumi*”

Berdasarkan ayat diatas ingatlah ketika Allah menjadikan kalian pewaris-pewaris negeri 'Ad. Dia menurunkan kalian di sebuah negeri sebagai tempat tinggal yang indah. Tanah-tanahnya yang datar kalian jadikan istana-istana yang megah. Gunung-gunungnya kalian pahat untuk dijadikan rumah-rumah. Maka ingatlah nikmat-nikmat Allah ketika Dia menempatkan kalian di negeri seperti itu. Janganlah kalian berlaku semena-mena di muka bumi ini dengan menjadi perusak (Shihab, 2012). Sintesis basa Schiff merupakan salah satu upaya untuk menjaga dari kerusakan bumi. Salah satu metode *green synthesis* yang digunakan yaitu metode sonikasi.

Metode sonikasi memiliki kelebihan dengan memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi 42 kHz yang dapat mempercepat waktu kontak antara sampel dan pelarut meskipun pada suhu ruangan dan pengoporasian yang sederhana (Ashley, dkk., 2001), serta metode sonikasi juga efisien dan

mempersingkat waktu ekstraksi (Melecchi, dkk., 2006). Furqoni (2020) telah mensintesis senyawa basa Schiff dari senyawa *o*-vanilin dan anilina menggunakan metode sonikasi dilakukan selama 14 menit dengan hasil rendemen sebesar 97,070%. Sedangkan Fitri (2020) juga telah mensintesis basa Schiff dari senyawa *o*-vanilin dan *p*-toluidina dilakukan selama 14 menit dengan hasil rendemen sebesar 98,8%.

Senyawa basa Schiff dapat digunakan sebagai inhibitor korosi. Inhibitor korosi ini dapat terjadi dikarenakan senyawa amina dari basa Schiff mempunyai pasangan elektron bebas yang akan berinteraksi dengan logam sehingga membentuk ligan yang dapat melindungi logam dari korosi. Metode *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS) berguna untuk mengetahui proses inhibisi korosi dari pemberian hambatan maupun daya tahan dari hubungan dengan logam dengan larutan (Mourya, dkk., 2014). Beberapa penelitian sintesis basa Schiff menggunakan EIS telah dilakukan oleh beberapa peneliti, salah satunya penelitian dari Badair, dkk. (2017) yang melakukan inhibitor korosi menggunakan 4-((3-formyl-4hydroxyphenyl)diazenyl) pada baja dalam medium 1 M HCL menggunakan EIS diperoleh efisiensi maksimum yaitu 94,11%. Selanjutnya penelitian lain yang mensintesis basa Schiff (1,2-1H-Benzoimidazol-2-yl)-(1,2-diphenyl-ethylidene)-amine) (BDEA) dengan pusat struktur simetri oleh 2-aminobenzimidazole dan benzil, mengaplikasikannya pada baja X80 menggunakan EIS dalam medium 1 M HCL diperoleh efisiensi maksimum yaitu 94,26% (Gou, dkk., 2021). Monticelli, dkk. (2018) juga mensintesis (2-(salicylideneimino) thiophenol diuji sebagai inhibitor korosi perunggu dalam

konsentrasi hujan asam sintetis pada pH 3,3 menggunakan EIS diperoleh nilai efisiensi hampir 100%.

Berdasarkan uraian di atas, maka peneliti melakukan sintesis senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina menggunakan metode *green synthesis* yaitu sonikasi. Kemudian senyawa hasil basa Schiff dikarakterisasi menggunakan FTIR, KG-SM, dan <sup>1</sup>H-NMR. Selanjutnya diaplikasikan sebagai inhibitor korosi menggunakan EIS dalam logam besi dengan media larutan 1 M HCL.

## 1.2 Rumusan Masalah

- a. Bagaimana karakteristik senyawa hasil sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina menggunakan metode sonikasi?
- b. Bagaimana efisiensi senyawa basa Schiff dari 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol sebagai aplikasi inhibitor korosi pada logam besi dengan metode EIS?

## 1.3 Tujuan

- a. Untuk mengetahui karakteristik senyawa hasil sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina menggunakan metode sonikasi.
- b. Untuk mengetahui efisiensi senyawa basa Schiff dari 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol sebagai aplikasi inhibitor korosi pada logam besi dengan metode EIS.

## 1.4 Batasan Masalah

- a. Reaktan yang digunakan yaitu *o*-vanilin dan *p*-toluidina.

- b. Metode yang digunakan yaitu metode sonikasi dengan waktu 14 menit.
- c. Karakterisasi senyawa hasil menggunakan FTIR dan  $^1\text{H-NMR}$ .
- d. Media hujam asam yang digunakan sebagai agen pengkorosi adalah 1 M HCL dengan lama waktu 1 hari.
- e. Inhibitor korosi menggunakan variasi konsentrasi 75, 100, dan 125 ppm.
- f. Metode yang digunakan untuk menentukan inhibitor korosi pada logam besi yaitu EIS.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

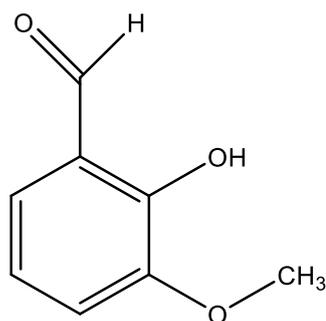
Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah berupa hasil senyawa basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-toluidina menggunakan metode sonikasi. Selain itu penelitian ini memberikan informasi mengenai karakteristik senyawa basa Schiff dan efisiensi sebagai inhibitor korosi pada logam besi dalam media asam.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 *o*-Vanilin

*o*-Vanilin (2-Hidroksi-3-metoksi-benzaldehide) merupakan senyawa organik berserat kuning muda dengan gugus fungsi aldehida, fenolik dan eter (Shahid, dkk., 2018). *o*-Vanilin mempunyai rumus kimia  $C_8H_8O_3$  (Feigl dan Anger, 2012). Senyawa ini ditemukan dalam minyak esensial dari banyak tanaman dan memiliki sifat antijamur serta antibakteri (Shaid, dkk., 2018). Senyawa ini secara fisik berwarna kuning kehijauan/kuning pucat (Kerton dan Marriot, 2013), dengan berat molekul 152,150 gram/mol, densitas 1,2143 gram/cm<sup>3</sup>, titik lelehnya 317,65 K (44,5°C), dan memiliki titik didih sebesar 538,65 K (265,5°C) (Yaws, 2015). Struktur molekul *o*-vanilin ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur *o*-vanilin (Wu, 2018).

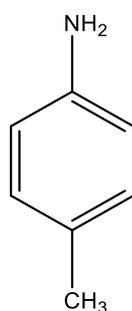
Gugus aldehida merupakan gugus yang paling mudah bereaksi secara adisi diantara gugus fungsi dari senyawa *o*-vanilin lainnya. Karbonil dari gugus aldehida menunjukkan muatan parsial positif pada atom karbon dan muatan

parsial negatif pada atom oksigen, atom karbon yang kekurangan elektron (elektrofil) dapat bereaksi dengan nukleofil (Bendale, dkk., 2011). Gugus aldehida pada *o*-vanilin juga dapat bereaksi dengan amina primer membentuk ikatan -HC=N melalui reaksi adisi-eliminasi (Sembiring, dkk., 2013).

## 2.2 *p*-Toluidina

Toluidina ( $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$ ) merupakan senyawa organik yang memiliki tiga isomer yaitu *o*-toluidina, *m*-toluidina, dan *p*-toluidina. Perbedaan dari ketiga isomer tersebut terletak pada posisi gugus metil terhadap gugus fungsi amino yang terikat pada cincin benzena. Perbedaan posisi dari gugus fungsi tersebut memengaruhi sifat kereaktifan dari cincin aromatis pada toluidina (Bowers, 2012).

*p*-Toluidina atau *p*-amino metilbenzena memiliki berat molekul 107,150 g/mol dan densitas 0,9616 g/mL. Sedangkan titik leleh dan titik didihnya adalah 43,7 dan 200,55°C. *p*-toluidina dapat larut dalam aseton, benzene, eter, *n*-heptana, etanol, dan air (Pepinsky, 1995). Rumus empiris untuk *p*-toluidina adalah  $\text{C}_7\text{H}_9\text{N}$ , dan struktur molekul *p*-toluidina ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Kaiser, 2014):



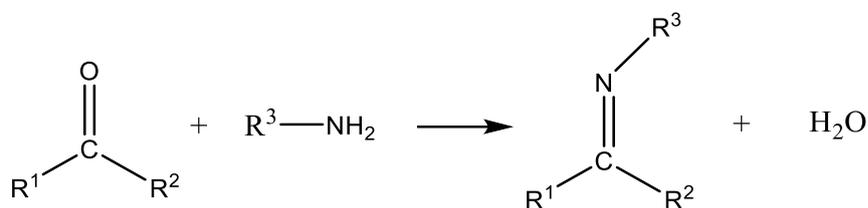
Gambar 2.2 Struktur *p*-toluidina.

### 2.3 Senyawa Basa Schiff

Basa schiff merupakan senyawa yang terdiri dari gugus amina atau gugus azomethine (-R-C---N-). Basa Schiff biasanya terbentuk melalui sebuah reaksi kondensasi amina primer dengan sebuah karbon aktif. Reaksi ini merupakan reaksi *reversible* yang membentuk intermediet sebuah karbinol amina dan membutuhkan suasana kering (tanpa air). Sintesis dilakukan melalui pembentukan benzena untuk menghasilkan titik reaksi asam yang banyak, namun tidak akan terjadi jika terdapat serangan gugus amina alifatik (Chasanah, dkk., 2015).

Gugus amina dari amonia bersifat tidak stabil karena tidak tersubstitusi dan akan mengalami polimerisasi jika dibiarkan, namun jika amonia tersebut diganti dengan amina primer maka akan menghasilkan produk imina yang lebih stabil yang kemudian disebut sebagai basa Schiff.

Mekanisme pembentukan senyawa basa Schiff umumnya melalui dua tahap. Pertama, adisi amina primer terhadap gugus karbonil yang bersifat parsial positif. Kedua, pelepasan molekul air untuk mencapai kestabilan sehingga terbentuk gugus imina (Hart, 2012). Skema reaksi umum sintesis senyawa basa Schiff ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff (Chawla, dkk., 2015).

## 2.4 Sintesis Senyawa Basa Schiff Menggunakan Metode Sonikasi

Senyawa basa Schiff dapat disintesis melalui dua metode, yaitu metode konvensional dan metode *green synthesis*. Metode konvensional dapat menimbulkan limbah yang berbahaya dan berpotensi mencemari lingkungan karena menggunakan pelarut organik untuk memisahkan kandungan airnya digunakan reagen bersifat agen azotroping (Zarei dan Jarrahpour, 2011), sehingga diperlukan metode sintesis senyawa basa Schiff yang lebih efektif, yaitu metode *green synthesis*. Metode sonikasi merupakan salah satu metode yang digolongkan dalam metode *green synthesis* (Bendale, dkk., 2011).

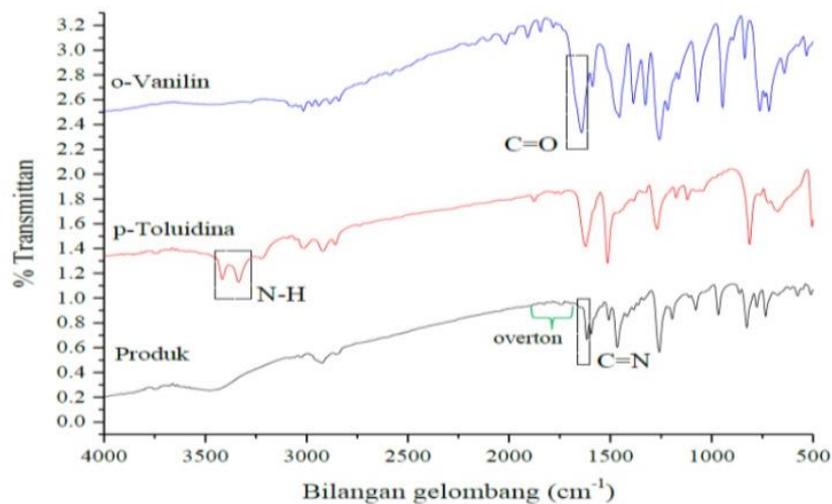
Metode sonikasi memiliki prinsip pemanfaatan efek gelombang ultrasonik yang berfrekuensi tinggi dan daya dimasukkan ke dalam campuran zat pada sistem kimia. Teknik ultrasonik dapat mempercepat laju reaksi, meningkatkan hasil, mempersingkat waktu reaksi, dan menggunakan *input* energi yang rendah. Energi yang ditransfer melalui serangkaian siklus kompresi dan ekspansi yang menciptakan gerakan yang melembutkan partikel-partikel yang telah terkumpul pada bagian permukaan (Thanu, dkk., 2019). Kecepatan perambatan gelombang ultrasonik bergantung pada modulus elastisitas dan densitas medium yang digunakan (Candani, dkk., 2018). Thala, dkk (2012) mensintesis basa Schiff dari nikotinohidrazid dan *m*-nitro benzaldihida dengan metode sonikasi, menggunakan air sebagai medium. Proses sintesis ini dilakukan selama 14 menit dan diperoleh rendemen yang cukup tinggi, yaitu 92%.

## 2.5 Karakterisasi Senyawa Basa Schiff

### 2.5.1 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi FTIR

Spektroskopi inframerah didasarkan pada fenomena terabsorpsinya radiasi elektromagnetik inframerah oleh vibrasi molekul (Setiabudi, dkk., 2012). Spektroskopi FTIR memiliki prinsip kerja yang cukup sederhana yakni apabila suatu radiasi gelombang elektromagnetik mengenai suatu materi, maka akan menimbulkan suatu interaksi berupa penyerapan energi (absorpsi) oleh molekul-molekul dari materi tersebut. Absorpsi sinar inframerah memiliki energi yang kurang untuk mengeksitasi elektron, namun dapat meningkatkan gerak vibrasi pada suatu molekul tersebut (Fessenden, dkk., 1982).

Identifikasi FTIR dengan menggunakan metode pelet KBr pada panjang gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ , karena pada daerah tersebut terdapat serapan vibrasi gugus fungsi senyawa (Gandjar dan Rohman, 2007). Serapan khas senyawa basa Schiff terletak pada  $\text{-HC=N}$  pada daerah 1600-1550  $\text{cm}^{-1}$  memiliki karakteristik serapan yang kuat (Ummathur, 2009). Menurut Muarya (2003), spektra FTIR pada hasil sintesis basa Schiff dari *o*-vanilin dan *p*-anisidina dengan serapan  $\text{-HC=N}$  sekitar daerah 1610  $\text{cm}^{-1}$ , O-H fenolik sekitar 3400  $\text{cm}^{-1}$ , dan C-O fenolik sekitar 1450  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra khas kompleks dapat dilihat dari serapan M-O sekitar 510  $\text{cm}^{-1}$  dan serapan M-N dengan daerah serapan sekitar 435  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra senyawa basa Schiff 2-methoxy-6-((*p*-tolilimino)methyl)phenol ditampilkan pada Gambar 2.4.

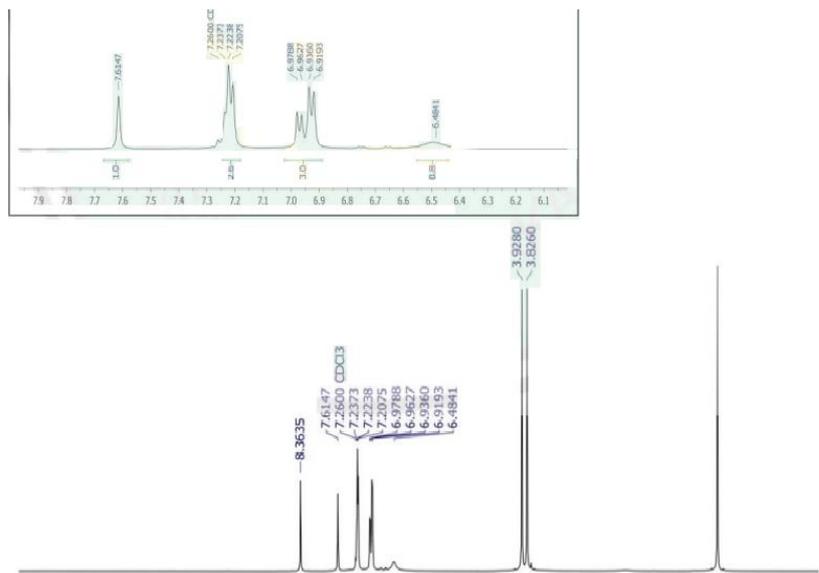


Gambar 2.4 Spektra senyawa basa Schiff 2-methoxy-6-((*p* tolilimino)methyl)phenol (Nadhiroh, 2020).

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

Spektroskopi *nuclear magnetic resonance* (NMR) adalah spektroskopi absorpsi yang memanfaatkan radiasi elektromagnetik pada frekuensi dari sifat-sifat sampel. Spektroskopi ini digunakan untuk menentukan struktur senyawa organik (Shloikhah, 2017). Prinsip dasar spektroskopi NMR yakni inti dari setiap isotop tertentu memiliki gerakan berputar di sekeliling sumbunya. Perputaran partikel berenergi akan menimbulkan kejadian magnetis sepanjang sumbu perputaran. Jika inti diletakkan di luar medan magnet maka momentum magnetisnya dapat sejajar atau melawan medan magnet (Willard, dkk., 1998).

Karakterisasi senyawa basa Schiff menggunakan spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  telah dilakukan oleh beberapa peneliti, salah satunya Surur (2019) telah melakukan karakterisasi senyawa basa Schiff dari vanilin dan *p*-toluidina menggunakan  $^1\text{H-NMR}$ .



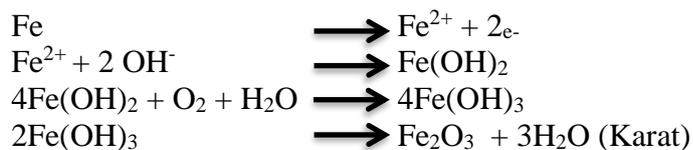
Gambar 2.5 Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  produk sintesis variasi waktu penggerusan 20 menit.

Berdasarkan data yang diperoleh dari spektrum  $^1\text{H-NMR}$  yaitu menunjukkan adanya dua sinyal proton metoksi ( $-\text{OCH}_3$ ) pada pergeseran kimia 3,83 ppm (3H, *s*) dan 3,93 ppm (3H, *s*). Sinyal proton hidroksil ( $-\text{OH}$ ) muncul pada pergeseran kimia, 6,48 ppm (1H, *s*). Selanjutnya muncul beberapa sinyal proton aromatis ( $\delta$  6-8 ppm) pada pergeseran kimia 6,92-6,94 ppm (2H, *d*); 6,96-6,98 ppm (1H, *d*); 7,21-7,22 ppm (2H, *d*); 6,96-6,98 ppm (1H, *d*); 7,21-7,22 ppm (2H, *d*); 7,24 ppm (1H, *d*); 7,62 ppm (1H, *s*). Kemudian adanya satu sinyal proton yang mengindikasikan sinyal proton amina ( $-\text{CH}=\text{N}$ ), yaitu pada pergeseran kimia 8,36 ppm (1H, *s*). Pelarut yang digunakan pada pengujian  $^1\text{H-NMR}$  adalah  $\text{CDCl}_3$  yang sinyalnya muncul pada pergeseran kimia 7,24 ppm (1H, *s*) diduga mengalami *overlapping* dengan sinyal pada pergeseran kimia 7,21-7,22 ppm (2H, *d*) sehingga sinyal pergeseran 7,24 ppm tersebut yang awalnya memiliki bentuk sinyal *doublet* dan memiliki jumlah proton dua.

## 2.6 Korosi

Kata “*corrosion*” berasal dari bahasa latin *rodere* yang artinya terkikis (Sastri, 2012). Korosi adalah reaksi kimia atau elektrokimia antara suatu materi berupa logam dengan lingkungannya yang mengakibatkan memburuknya kondisi logamnya (Cicek dan Al-Numan., 2011). Korosi merupakan suatu proses elektrokimia sehingga proses terjadinya korosi memerlukan beberapa syarat, di antaranya adanya anoda, katoda, larutan elektrolit/media, dan rangkaian listrik. Anoda dan katoda terdapat pada daerah-daerah permukaan logam yang terkorosi. Anoda merupakan daerah yang teroksidasi dengan melepaskan elektron dari atom logam netral dan menjadi ion logam yang membentuk korosi (bentuk teroksidasi) yang tidak dapat larut dalam media, sedangkan daerah katoda merupakan daerah yang tereduksi dengan menangkap elektron hasil dari logam. Revie (2011) menggambarkan proses korosi baja pada beton dengan persamaan reaksi sebagai berikut:

Reaksi Anoda:



Reaksi Katoda:



Terdapat berbagai jenis korosi pada permukaan logam. Tergantung dari bentuk morfologi korosi itu sendiri dan pengaruh mekanisme reaksi korosinya.

Jenis korosi berdasarkan morfologi permukaannya ditunjukkan pada Tabel 2.1 (Sastri,2012).

Tabel 2.1 Klasifikasi korosi pada logam berdasarkan morfologi.

No	Jenis Korosi	Keterangan
1.	Korosi general	Korosi galvanik
2.	Korosi Lokal	Korosi lubang, korosi celah, korosi lifiform
3.	Korosi akibat metalurgi	Korosi intergranular, sentisisasi, pengelupasan, paduan ulang
4.	Korosi akibat mikrobiologi	
5.	Korosi akibat pengaruh mekanik	Korosi
6.	Korosi akibat retakan	Stress korosi, retak

## 2.7 Inhibitor Korosi dengan Uji EIS

Inhibitor korosi merupakan substansi yang ditambahkan dalam jumlah sedikit ke media korosi dan dapat menurunkan laju korosi suatu logam (Raja dan Sethuraman, 2008). Inhibitor korosi berguna untuk mencegah dan meminimalisir terjadinya korosi pada permukaan logam karena dapat membentuk lapisan tipis pada permukaan logamnya. Inhibitor korosi mengandung senyawa yang mudah teroksidasi. Firdausi (2016) menggambarkan mekanisme inhibitor dalam mencegah terjadinya korosi adalah sebagai berikut:

- a) Inhibitor akan teradsorpsi secara kimia (kemisorpsi) ke permukaan logam dan membentuk lapisan tipis penghalang akibat adanya kombinasi antara ion inhibitor dan permukaan logamnya.
- b) Inhibitor membentuk lapisan proteksi oksida di permukaan logam.
- c) Inhibitor akan bereaksi dengan komponen lain membentuk senyawa kompleks.

Efisiensi dari inhibitor organik tergantung pada struktur kimia, ukuran molekul organik, ikatan rangkap terkonjugasi, panjangnya rantai karbon, tipe dan nomor ikatan setiap atom, jenis gugus yang dimiliki, kekuatan membentuk ikatan dengan permukaan logam, kemampuan lapisan penghalang membentuk crosslinked, dan jenis larutan elektrolitnya (Dariva, dkk., 2014).

Metode spektroskopi impedansi elektrokimia ini merupakan salah satu bagian dari pengukuran elektrokimia. Pengujian dengan metode ini berguna untuk mengetahui proses inhibisi korosi dari pemberian hambatan maupun daya tahan dari hubungan logam dengan larutan (Mourya, dkk., 2014). Metode ini menggunakan 3 jenis elektroda yaitu elektroda pembanding berupa Ag/AgCl, elektroda bantu berupa platina dan elektroda kerja berupa spesimen logam. Pengaturan yang dilakukan untuk pengukuran ini yaitu berupa frekuensi awal dan akhir serta amplitudonya di mana semua bagian ini menggunakan voltase AC pada potensial sirkuit terbuka. Output yang dihasilkan berupa diagram Nyquist yaitu respon impedansi dari logam yang diuji (Firdausi, 2016).

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada bulan November-Desember 2021 dan bertempat di Laboratorium Organik Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi <sup>1</sup>H-NMR dilakukan di Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, sedangkan uji inhibitor korosi dengan instrumen EIS dilakukan di Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, di antaranya adalah seperangkat alat refluks, seperangkat alat gelas, rak tabung reaksi, bola hisap, mortar dan alu, neraca analitik, cawan porselen, botol semprot, termometer, *melting point apparatus*, oven pipa kapiler, seperangkat alat sonikator *probe*, spektroskopi FTIR VARIAN tipe FT 1000, mortar agate, desikator, seperangkat instrumen KG-SM VARIAN CP-1000 saturn 2200, dan seperangkat instrumen EIS merk autolab metrohm tipe AUT84948.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini, di antaranya yaitu *o*-vanilin, *p*-toluidina, kloroform, aquades, aseton, 2 M NaOH, 1 M HCL, DMSO, lempeng besi.

### 3.3 Rancangan Penelitian

Sintesis basa Schiff pada penelitian ini dilakukan dengan metode sonikasi. Hasil produk sintesis diidentifikasi secara fisik, kimia, dan dikarakterisasi secara spektral. Pada identifikasi fisik, produk sintesis diuji titik lelehnya dengan *melting point apparatus* dan uji kelarutan dengan NaOH 2 M. Pada karakteristik secara spektral hasil produk dikarakterisasi dengan spektroskopi FTIR, <sup>1</sup>H-NMR, dan EIS. Analisis sintesis dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Secara kualitatif meliputi identifikasi dan karakterisasi senyawa yang dihasilkan dari sintesis, sedangkan secara kuantitatif meliputi hasil rendemen dari sintesis dan efisiensi inhibitor korosi.

### 3.4 Tahapan Penelitian

- a. Sintesis senyawa basa Schiff dengan metode sonikasi.
- b. Uji titik leleh produk menggunakan *melting point apparatus*.
- c. Uji kelarutan produk dengan larutan NaOH.
- d. Karakterisasi produk menggunakan spektroskopi FTIR.
- e. Karakterisasi produk dengan menggunakan spektroskopi <sup>1</sup>H-NMR.
- f. Uji efisiensi produk dalam media HCl 1 M.
- g. Uji efisiensi produk sebagai inhibitor korosi dengan metode *electrochemical impedance spectroscopy*.
- h. Analisis data.

### **3.5 Cara Kerja**

#### **3.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Sonikasi**

*o*-vanilin sebanyak 1,5369 g (0,01 mol), *p*-toluidina sebanyak 1,0824 g (0,01 mol) dan 15 mL air dimasukkan ke dalam *beaker glass* 50 mL dan dikenakan radiasi ultrasonik menggunakan *Vibra Cell Sonicator* selama 14 menit, dengan 5 detik *on* dan 5 detik *off*. Produk yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator hingga massanya konstan.

#### **3.5.2 Uji Titik Leleh Produk Menggunakan *Melting Point Apparatus***

Senyawa hasil sintesis dimasukkan ke dalam pipa kapiler. Dipasangkan pipa kapiler dan termometer dalam alat *melting point apparatus* (MPA). Setelah itu, Alat MPA dinyalakan dan diatur suhu kenaikan hingga 20°C per menit. Jika suhu yang teramati sudah mendekati perkiraan titik leleh senyawa, maka kenaikan suhu diatur menjadi 1°C per menit. Proses pelelehan produk sintesis diamati hingga berubah menjadi cair. Dilakukan langkah yang sama terhadap reaktan sebagai pembanding.

#### **3.5.3 Uji Sifat Kimia dengan Larutan NaOH 2 M**

Hasil produk sintesis diambil sebanyak 0,005 g dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda, kemudian ditambahkan 5 mL aquades pada tabung 1, 5 mL NaOH pada tabung 2, dan 5 mL kloroform pada tabung 3. Campuran dikocok dengan jarak pengocokan sepanjang 10 cm dan diamati kelarutannya.

### 3.5.4 Karakterisasi Produk menggunakan Spektroskopi FTIR

Identifikasi gugus fungsi senyawa produk dilakukan dengan spektroskopi FTIR Varian tipe FT 1000. Produk hasil sintesis dicampur dengan KBr dengan perbandingan produk hasil sintesis:KBr (2:98) lalu digerus dengan mortar agate. Kemudian campuran dibentuk pelet, lalu diletakkan pada *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ .

### 3.5.5 Karakterisasi Produk dengan $^1\text{H-NMR}$

Senyawa hasil sintesis dilarutkan dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ . Kemudian dimasukkan ke dalam tabung NMR. Selanjutnya sampel diputar sekitar sumbunya agar semua bagian dari larutan terkena medan magnet yang sama. Hasilnya dianalisis menggunakan standar yang memiliki nilai pergeseran kimia 0 ppm.

### 3.5.6 Uji Efisiensi Inhibitor Korosi

#### 3.5.6.1 Pembuatan Spesimen Uji

Logam besi dipotong berbentuk lempengan dengan ukuran  $5 \times 2 \times 0,05$  cm. Setelah lempeng besi terbentuk selanjutnya dirapikan permukaannya dengan cara diampelas sampai halus. Lempeng besi yang sudah sesuai ukuran dicuci dengan aseton dan dikeringkan pada suhu ruangan (Chitra, dkk., 2010). Kemudian lempengan besi dilakukan uji XRF terlebih dahulu untuk mengetahui kandungan unsur-unsur di dalam lempengan besi. Lempeng besi diletakkan dalam sampel *holder* menggunakan radiasi foton 20 kV, arus 128 $\mu\text{A}$  selama 60 s dan dianalisa menggunakan XRF (Ma'rufah, 2019).

### **3.5.6.2 Pembuatan Larutan Inhibitor Korosi**

Larutan inhibitor korosi basa Schiff 1.000 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,25 g basa Schiff hasil sintesis di dalam 0,5 DMSO 2%, kemudian ditandabatkan dengan larutan 1 M HCl menggunakan labu takar 25 mL. Larutan inhibitor dengan konsentrasi yang diinginkan dibuat dengan cara mengencerkan larutan induk 1.000 ppm menggunakan larutan 1 M HCl. Variasi larutan inhibitor yang digunakan yaitu 75, 100, dan 125 ppm.

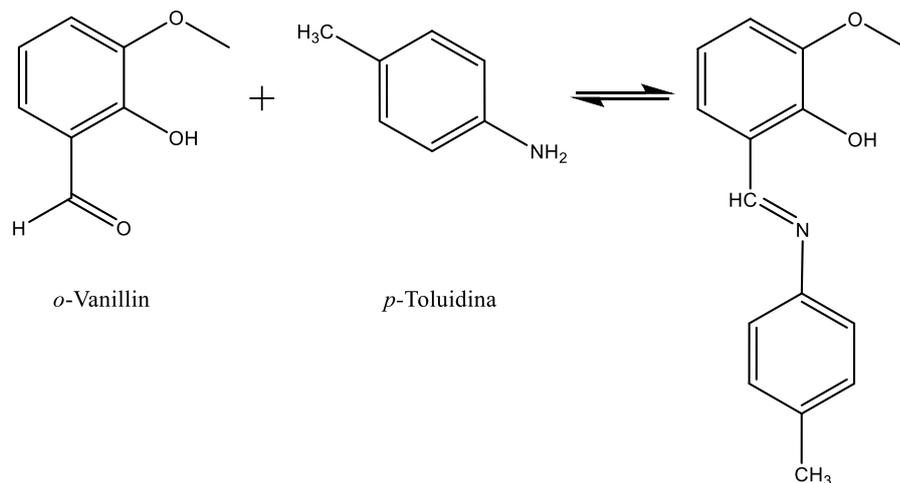
### **3.5.6.3 Uji Efisiensi Produk sebagai Inhibitor Korosi dengan Metode EIS**

Metode ini dikerjakan dengan autolab Metrohm tipe AUT84948 dengan 3 elektroda. Elektroda pembanding berupa Ag/AgCl, elektroda bantu berupa platina dan elektroda kerja adalah spesimen logam stainless steel 304. Elektroda kerja, elektroda bantu, dan elektroda pembanding dirangkai menjadi suatu sel dengan larutan elektrolit berupa media korosi yaitu asam klorida 1 M baik tanpa dan dengan pemberian inhibitor. Sistem yang sudah dirangkai tersebut kemudian dihubungkan dengan potensiostat dan komputer. Kemudian diatur frekuensinya awalnya 100 kHz dan frekuensi akhirnya 0,1 Hz dengan amplitudo sebesar 0.0001A. Pengukuran korosi dilakukan seperti pada metode polarisasi yaitu dengan merendam elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda bantu ke dalam media korosi tanpa penambahan inhibitor (blanko) dan dengan penambahan inhibitor dengan variasi konsentrasi TDA (2-4 g/L) dan pengukuran dilakukan pada suhu kamar (Firdausi, 2016).

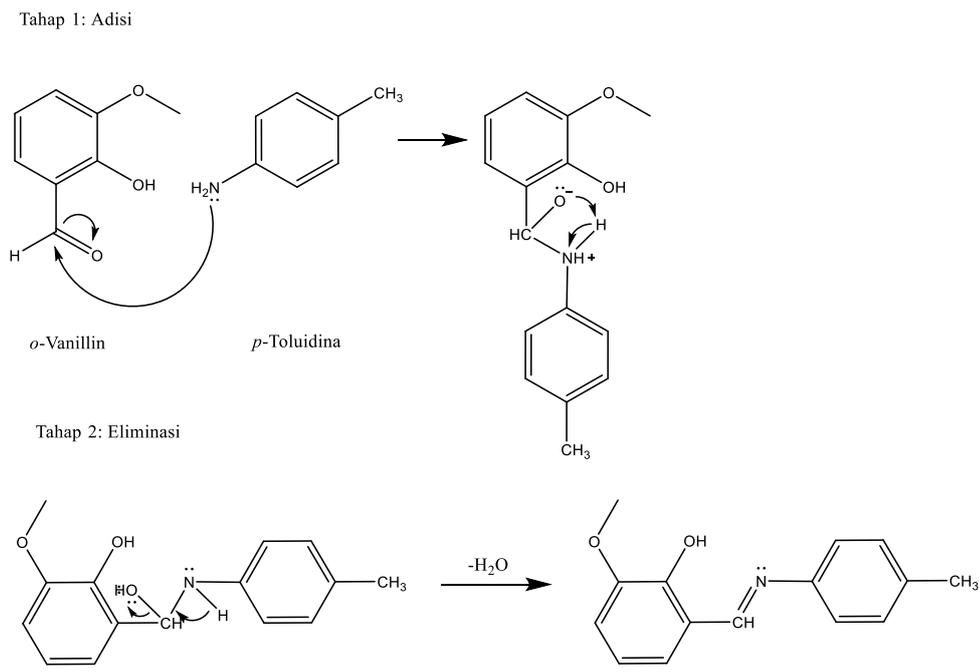
**BAB IV**  
**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**4.1 Sintesis Basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol Menggunakan Metode Sintesis Sonikasi**

Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dilakukan menggunakan metode sonikasi dengan pelarut air. Sintesis basa Schiff mereaksikan *o*-vanilin yang memiliki gugus (C=O) yang bertindak sebagai elektrofil dan *p*-toluidina yang memiliki gugus -NH<sub>2</sub> yang bertindak sebagai nukleofil. Pasangan elektron bebas atom N dari *p*-toluidina akan menyerang atom C karbonil yang bermuatan parsial positif dari *o*-vanilin, sehingga terjadi proses adisi yang diikuti eliminasi H<sub>2</sub>O membentuk ikatan -HC=N. Mekanisme reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol.



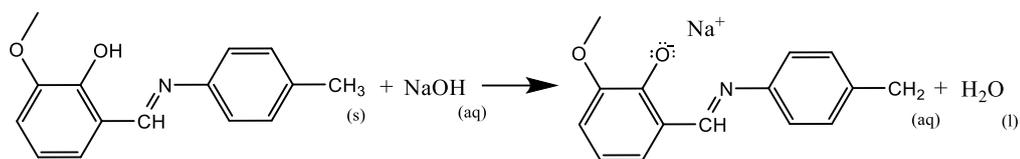
Gambar 4.2 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol.

Sintesis basa Schiff menggunakan media air dengan metode sonikasi. Pada proses sintesis gelombang ultrasonik yang kuat akan menyebabkan ikatan reaktan *o*-vanilin dan *p*-toluidina terputus sehingga semakin reaktif untuk bereaksi dan meningkatnya tumbukan antar reaktan. Pada proses ini, kedua reaktan dapat bereaksi menghasilkan produk berupa padatan berwarna oranye dengan presentasi rendemen sebesar 99,2%.

Uji sifat fisik-kimia dilakukan untuk menduga terbentuknya produk dengan mengamati sifat kimia dari produk dan adanya perubahan sifat fisika dari reaktan menjadi produk, dengan mengamati wujud, warna, massa, dan titik leburnya. Berdasarkan hasil pengamatan fisik, produk yang diperoleh berupa padatan berwarna oranye dengan titik lebur 95-96 °C yang berbeda dengan reaktannya. Warna reaktan *o*-vanilin kuning dengan titik lebur 44 °C dan *p*-

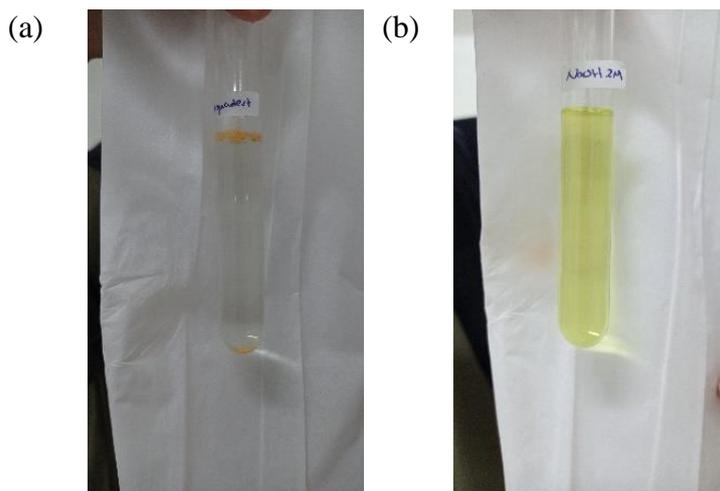
toluidina berwarna putih dengan titik lebur 43 °C sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa target telah terbentuk.

Uji sifat kimia dilakukan dengan cara melarutkan senyawa produk dengan larutan NaOH untuk mengetahui keberadaan gugus fenolat pada senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol. Uji kelarutan ini melibatkan transfer proton ion OH dari NaOH yang akan menyerang ion H<sup>+</sup> senyawa produk pada gugus fenolat yang bersifat asam sehingga terbentuk garam natrium yang akan larut dalam air. Uji kelarutan ini didasarkan pada prinsip asam basa Bronsted-Lowry. Reaksi antara senyawa produk dengan NaOH ditunjukkan Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Reaksi senyawa basa Schiff dengan larutan NaOH.

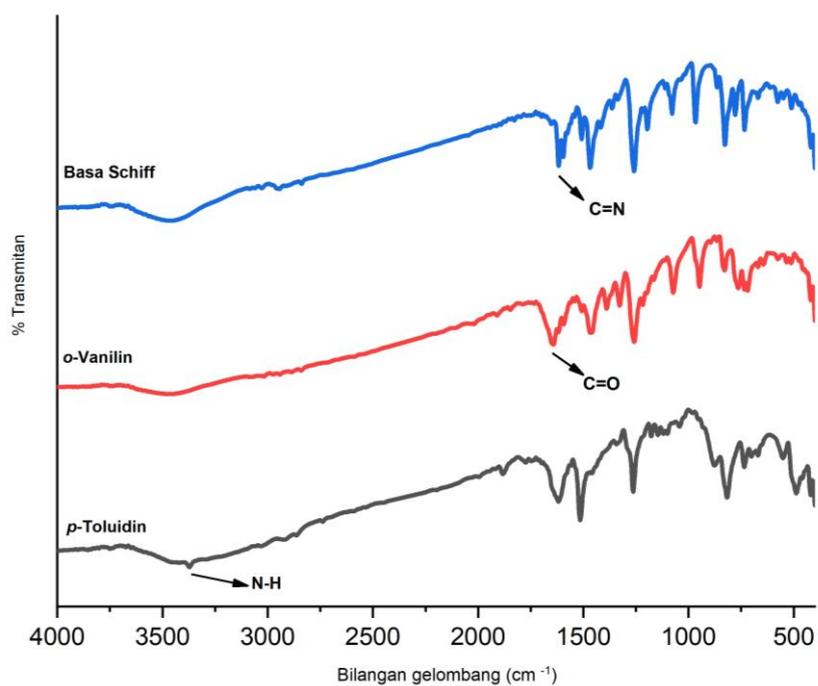
Uji sifat kimia pada penelitian ini dilarutkan dalam aquades dan NaOH 2 M. Produk hasil sintesis ketika dilarutkan dalam aquades menghasilkan larutan yang tidak larut dengan disertai adanya padatan dalam larutan. Sedangkan, produk hasil sintesis ketika dilarutkan dalam NaOH 2 M menghasilkan produk larut sempurna disertai dengan berubahnya warna menjadi kuning. Gambar 4.4 menunjukkan hasil kelarutan produk sintesis dalam aquades dan NaOH 2 M.



Gambar 4.4 Kelarutan produk sintesis pada (a) Aquades (b) NaOH 2 M.

#### 4.2 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR

Karakterisasi spektroskopi FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada reaktan dan produk sintesis. Spektra FTIR reaktan dan produk hasil sintesis ditunjukkan Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Spektra IR reaktan dan produk basa Schiff

Pada Gambar 4.5 dapat diketahui bahwa senyawa produk memiliki spektra IR yang berbeda dari reaktan dengan hilangnya serapan C=O karbonil pada *o*-vanilin dan N-H pada *p*-toluidina. Pada spektra IR produk terdapat serapan khas gugus imina -HC=N pada bilangan gelombang 1645-1605  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini menunjukkan kemungkinan terbentuknya produk berupa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol. Serapan gugus fungsi produk ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Gugus fungsi dan bilangan gelombang produk sintesis.

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )		Intensitas
	Produk	Referensi*	
O-H <i>stretch</i>	3462	3550-3230	<i>m</i>
$\text{C}_{sp^2}$ -H aromatik	3020	3080-3010	<i>w</i>
$\text{C}_{sp^3}$ -H alifatik	2942	2975-2865	<i>w</i>
-HC=N	1617	1645-1605	<i>w</i>
C=C aromatik	1508 dan 1467	1525-1470 dan 1470-1430	<i>s</i>
C-O fenol	1258	1260-1180	<i>s</i>

Keterangan:

-v : *variable* (bervariasi)

w : *weak* (lemah)

m : *medium* (sedang)

s : *strong* (kuat)

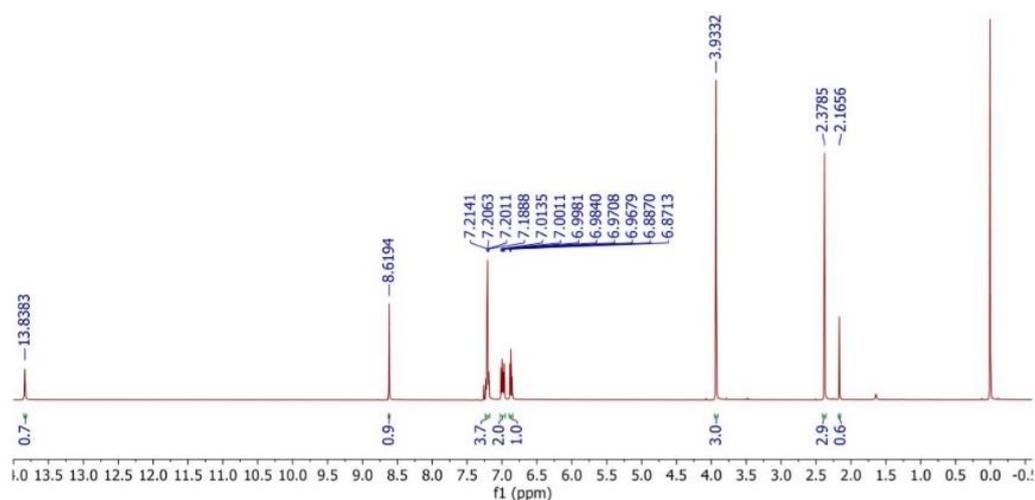
\* : Socrates, G (2001)

Berdasarkan Tabel 4.1 serapan gugus O-H *stretch* muncul pada bilangan gelombang 3460  $\text{cm}^{-1}$  dengan serapan melebar dan intensitas sedang. Gugus  $\text{C}_{sp^2}$ -H aromatik yang berada dalam gelombang memiliki bilangan 3020  $\text{cm}^{-1}$  serta gugus  $\text{C}_{sp^3}$ -H alifatik berada pada bilangan gelombang 2942  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas lemah. Gugus C=C aromatik memiliki 2 serapan yaitu berada pada bilangan gelombang 1508 dan 1467  $\text{cm}^{-1}$  dikarenakan pada reaktan terdapat serapan gugus C=C aromatik serupa pada *o*-vanilin pada bilangan gelombang

1467  $\text{cm}^{-1}$  dan *p*-toluidina pada bilangan gelombang 1515  $\text{cm}^{-1}$ . Serapan gugus C-O fenol berada pada bilangan gelombang 1258  $\text{cm}^{-1}$  dengan serapan yang kuat. Serta, pada serapan bilangan gelombang 1617  $\text{cm}^{-1}$  terdapat gugus -HC=N yang merupakan serapan khas dari senyawa produk yang menunjukkan kemungkinan terbentuk. Dikarenakan tidak terdapat serapan gugus C=O dari *o*-vanilin dan gugus N-H dari *p*-toluidina berturut-turut pada bilangan gelombang 1642, 3420, dan 3371  $\text{cm}^{-1}$ .

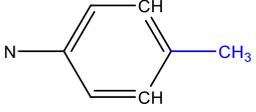
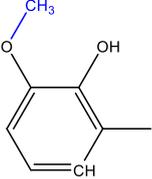
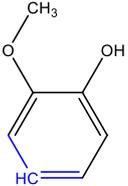
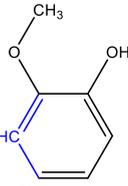
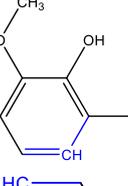
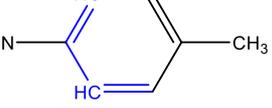
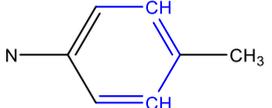
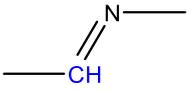
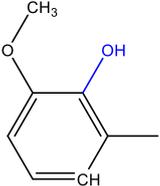
### 4.3 Karakterisasi Produk Sintesis Menggunakan $^1\text{H-NMR}$

Karakterisasi spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  dilakukan untuk menentukan struktur produk sintesis yang terbentuk. Hasil spektra senyawa produk 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dalam  $\text{CDCl}_3$  ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  senyawa produk.

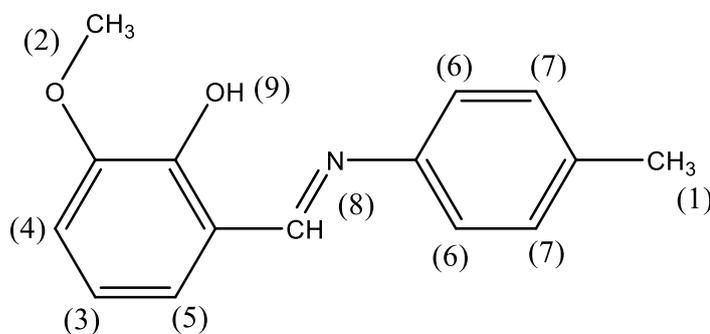
Tabel 4.2 Jenis proton dan pergeseran kimia senyawa produk.

No	Kedudukan atom H	$\delta$ (ppm)	Integrasi	Bentuk sinyal
1		2,37	3	<i>Singlet</i>
2		3,93	3	<i>Singlet</i>
3		6,85 - 6,88	1	<i>Triplet</i>
4		6,96 - 6,98	1	<i>Doublet</i>
5		6,99 - 7,01	1	<i>Doublet</i>
6		7,18 - 7,20	2	<i>Doublet</i>
7		7,21 - 7,23	2	<i>Doublet</i>
8		8,61	1	<i>Singlet</i>
9		13,83	1	<i>Singlet</i>

Berdasarkan Gambar 4.6 menunjukkan data spektrum  $^1\text{H-NMR}$  senyawa produk. Data spektrum ini menunjukkan adanya sinyal metil ( $-\text{CH}_3$ ) pada pergeseran kimia 2,37 ppm (3H, *s*). Selanjutnya sinyal proton metoksi ( $-\text{OCH}_3$ )

muncul pada pergeseran kimia 3,93 ppm (3H, *s*). Sinyal aromatis muncul dengan beberapa sinyal ( $\delta$  6,8-7,2 ppm) pada pergeseran kimia 6,85-6,88 ppm (1H, *t*); 6,96 - 6,98 ppm (2H, *d*); 6,99 -7,01 ppm (2H, *d*); 7,18 -7,20 ppm (2H, *d*); 7,21 - 7,23 ppm (2H, *d*). Kemudian sinyal proton amina (-CH=N) muncul pada pergeseran kimia 8,61 ppm (1H, *s*). Sinyal proton hidroksil (-OH) muncul pada pergeseran kimia 13,83 ppm (1H, *s*).

Pada hasil spektrum H-NMR terdapat satu sinyal pada pergeseran kimia 2,16 ppm (1H, *s*) yang diduga sebagai pengotor. Pengotor ini diduga dari basa Schiff yang memiliki sifat higroskopis atau kemampuan suatu zat menyerap air dari sekitarnya (Nusky, 2019). Pergeseran kimia dari sinyal air pada pelarut asetonitril muncul pada 2,1 ppm (Anggara, 2014). Dugaan struktur senyawa produk ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Dugaan struktur senyawa 2-metoksi-6((*p*-tolilimino)metil)fenol.

Sintesis senyawa basa Schiff 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol dilakukan menggunakan metode sonikasi dengan menggunakan pelarut air. Pelarut air yang digunakan pada sintesis ini menerapkan prinsip-prinsip *green chemistry* yang ramah lingkungan guna tidak menghasilkan limbah yang berbahaya bagi lingkungan. Allah SWT telah memperingatkan manusia untuk

tidak berbuat kerusakan di bumi setelah diciptakan dengan baik dalam Q.S al-A'raf ayat 56:

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

Artinya: " *Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi setelah (diciptakan) dengan baik. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan penuh harap. Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang yang berbuat kebaikan.*"

Berdasarkan ayat diatas Jangan kalian membuat kerusakan di muka bumi yang telah dibuat baik dengan menebar kemaksiatan, kezaliman dan permusuhan. Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut akan siksa-Nya dan berharap pahalanya. Kasih sayang Allah sangat dekat kepada setiap orang yang berbuat baik, dan pasti terlaksana (Shihab, 2012). Sungguh suatu kezaliman merusak lingkungan dan alam yang telah Allah SWT ciptakan dengan baik.

Perumusan metode *green synthesis* dimulai dari para ilmuwan yang melakukan penelitian untuk menanggulangi pencemaran lingkungan. Perumusan ini merupakan salah satu anugerah kepada manusia yang diberikan kelebihan daripada makhluk lain yaitu berupa akal pikiran. Anugerah ini digunakan untuk terus menggali ilmu dan melakukan penelitian guna mencapai kehidupan yang lebih baik. Salah satu contoh penelitian untuk mencapai kehidupan yang lebih baik adalah sintesis senyawa basa Schiff dengan metode sonikasi.

Sintesis senyawa basa Schiff memiliki banyak manfaat seperti sebagai farmakologi sebagai antioksidan, antikanker, antitumor, antinflamasi, insektisida, antibakteria, antituberkolus, dan antikorosi. Allah SWT berfirman dalam Q.S Luqman ayat 10:

خَلَقَ السَّمَوَاتِ بِغَيْرِ عَمَدٍ تَرَوْنَهَا وَأَلْفَىٰ فِي الْأَرْضِ رَوَا سِيَّيَ أَنْ تَمِيدَ بِكُمْ وَبَثَّ فِيهَا مِنْ كُلِّ دَابَّةٍ ۗ وَأَنْزَلْنَا مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ

Artinya: "Dia menciptakan langit tanpa tiang (seperti) yang kamu lihat dan meletakkan di bumi gunung-gunung (yang kukuh) agar ia tidak mengguncangkanmu serta menyebarkan padanya (bumi) segala jenis makhluk bergerak. Kami (juga) menurunkan air hujan dari langit, lalu Kami menumbuhkan padanya segala pasangan yang baik."

Berdasarkan ayat diatas Allah menciptakan langit tanpa tiang-tiang yang dapat kalian lihat. Dan menjadikan gunung-gunung yang kokoh di bumi agar tidak menggoyangkan kalian dan mengembangbiakkan segala macam hewan yang melata dan bergerak. Dan Kami turunkan hujan dari langit, lalu Kami tumbuhkan dengannya di bumi segala macam yang baik dan bermanfaat (Shihab, 2012).

Kalimat زَوْجٍ كَرِيمٍ memberikan arti segala sesuatu memiliki pasangan buruk dan baik. Sehingga dalam penelitian ini sebagai wujud syukur atas anugrah yang telah diberikan, peneliti melakukan sintesis senyawa basa schiff sebagai inhibitor korosi. Sehingga dapat mengurangi kerusakan dalam konstruksi atau yang lain sebagainya yang menggunakan besi. Allah SWT berfirman dalam Q.S Ali 'Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَخِتَابِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ۗ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا ۗ سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ۙ

Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal ayat (190) (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya

*Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Maha Suci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka ayat (191)”*

Berdasarkan ayat diatas sesungguhnya penciptaan langit dan bumi oleh Allah dengan kesempurnaan dan ketepatan, perbedaan antara siang dan malam, cahaya dan kegelapan, rentang panjang dan pendeknya waktu, merupakan tanda-tanda yang jelas bagi mereka yang memiliki akal yang mengetahui keesaan dan kekuasaan Tuhan. Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, perbedaan rentang waktu siang dan malam adalah sebagai tanda-tanda kekuasaan Tuhan bagi para Ulu al-Albab (orang-orang yang berpengetahuan mendalam). Telah menjadi ciri Ulu al-Albab bahwa mereka selalu merenungkan keagungan dan kebesaran Allah dalam hati di mana pun mereka berada, dalam keadaan duduk, berdiri dan berbaring. Mereka selalu merenungkan penciptaan langit dan bumi, dan keunikan yang terkandung di dalamnya sambil berkata,"Tuhanku, tidak Engkau ciptakan jagat ini tanpa ada hikmah yang telah Engkau tentukan di balik itu (Shihab, 2012). Manusia merupakan ciptaan Allah yang paling istimewa di bumi ini, akal merupakan anugrah terbesar yang diberikan oleh Allah dan keistimewaan yang hanya dimiliki oleh manusia dan tidak dimiliki oleh makhluk lainnya. Sintesis basa Schiff merupakan salah satu upaya peneliti dalam mensyukuri nikmat yang diberikan oleh Allah SWT. Hasil sintesis berupa padatan berwarna merah dengan rendemen 99,2 %. Basa Schiff ini mempunyai aktivitas sebagai inhibitor korosi, sehingga dapat mengurangi eksplorasi bahan alam guna mencukupi kebutuhan manusia.

## BAB V

### PENUTUPAN

#### 6.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

- a. Produk hasil sintesis dari *o*-vanilin dan *p*-toludina didapatkan senyawa 2-metoksi-6-((*p*-tolilimino)metil)fenol yang mempunyai sifat fisik berupa padatan berwarna oranye dengan titik leleh 95-96 °C serta mempunyai sifat kelarutan terhadap NaOH. Senyawa basa Schiff ini memiliki rendemen 99,2% menggunakan metode sonikasi.
- b. Hasil karakterisasi FTIR dari produk hasil sintesis menunjukkan serapan khas gugus imina (-HC=N) pada bilangan gelombang 1642 cm<sup>-1</sup>. Karakterisasi dengan <sup>1</sup>HNMR dari produk hasil sintesis didapatkan 15 lingkungan kimia didukung dengan sinyal khas *singlet* proton imina pada pergeseran kimia 8,61 ppm (1H, *s*).
- c. Hasil efisiensi inhibisi produk sintesis menggunakan metode EIS didapatkan nilai tahanan transfer elektron (*R<sub>p</sub>*) tertinggi pada 100 ppm dengan nilai 7,8374.

#### 6.2 Saran

Perlu dilakukan uji efisiensi inhibitor dengan variasi konsentrasi yang lebih banyak untuk memperoleh hasil yang sangat baik dan menggunakan plat besi dengan kualitas yang bagus.

## DAFTAR PUSTAKA

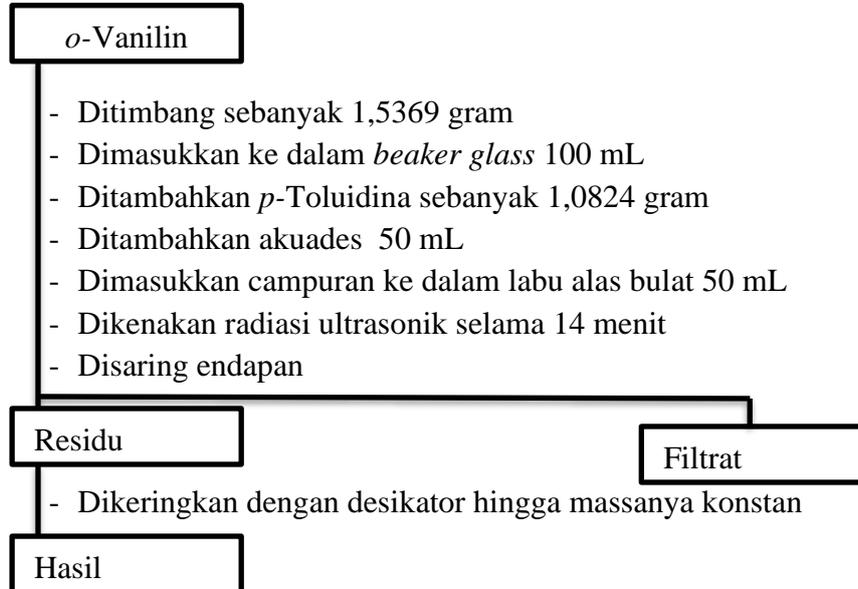
- Abirami, M. dan Nadaraj, V. 2014. Synthesis of Schiff Bases under Solvent-free Condition: As a Green Approach. *Internasional Journal of ChemTech Research*, 6 (4): 2534-2538.
- Ahmad, Aziz., Obaid-Ur-Rahman, Rehman, Wajid., Kashif, Muhammad., Zaman, Rehmat., Ali, Mohsin., Mir, Sadullah., dan Qureshi, Muhammad Tausef. 2020. Ultrasonic Assisted synthesis, characterization and bioactivity assessment of novel piperonal based schiff base and its metal complexes. *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, 39 (2): 105-111.
- Al-Mahalli, I. J., As-Suyuti, I. J. 2008. Terjemah Tafsir Jalalain Jilid 1. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Ashley, Kevin., Andrews, Ronnee, N., Cavazosa, Laura., dan Demange, Martine. 2001. Ultrasonic extraction as a sample preparation technique for elemental analysis by atomic spectrometry. *Journal Analytic At Spectrom*, 16: 1147-1153.
- Basiony, N. M. EL., Elgendy, Amr., Nady, H., Migahed, M. A., Zaki, E. G. 2019. Adsorption Characteristics and Inhibition Effect of Two Schiff Compounds on Corrosion of Mild Steel in 0.5 M HCl Solution: Experimental, DFT Studies, and Monte Carlo Simulation. *Royal Society of Chemistry*. 9: 10473-10485.
- Bedair, M. A., El-Sabbah, M. M. B., Fouda, A. S., Elaryian, H.M. 2017. Synthesis, Electrochemical and Quantum Chemical Studies of Some Prepared Surfactans Based on Azodyle and Schiff Base as Corrosion Inhibitor for Steel in Acid Medium. *Corrosion Science*, 128 (2): 34-38.
- Bendale, Atul, R., Bhatt, Rohit., Nagar, Akhil., Jadhav, Anil, G., dan Vidyasager, G. 2011. Schiff Bases Synthesis by Unconventional Route: An Innovative Green Approach. *Der Pharma Chemica*, 3(2): 36-37.
- Bowers, J.S. 2012. Toluidinaes. *Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 37.
- Chasanah, Ulfa, Wiwit., Widodo, Didik, Setiyo., Mulyani., dan Nies, Suci. 2015. Sintesis Elektrokimia Kompleks Cu(II)-Basa Schiff N-Benziliden Anilin dan Uji Aktivitas sebagai Antibakteri terhadap Escherichia Coli dan Staphylococcus Aureus. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 18 (1): 34-38.
- Chawla, A., Sukhmandeep, K., Kuldeep, K., Chawala, P., dan Dhawan, R, K, A. 2015. A Current of Synthesis Methods of Schiff Bases. *SK International Journal of Multidisciplinary Researc Hub*. 2 (11): 10-18.
- Chitra, S., Parameswari, K., Sivakami, C., dan Selvaraj, A. 2010. Sulpha Schiff Bases as Corroton Inhibitor for Mild Steel in 1 M Sulfuric Acid. *Chemical Engineering Bulletin*. 14: 1-6.



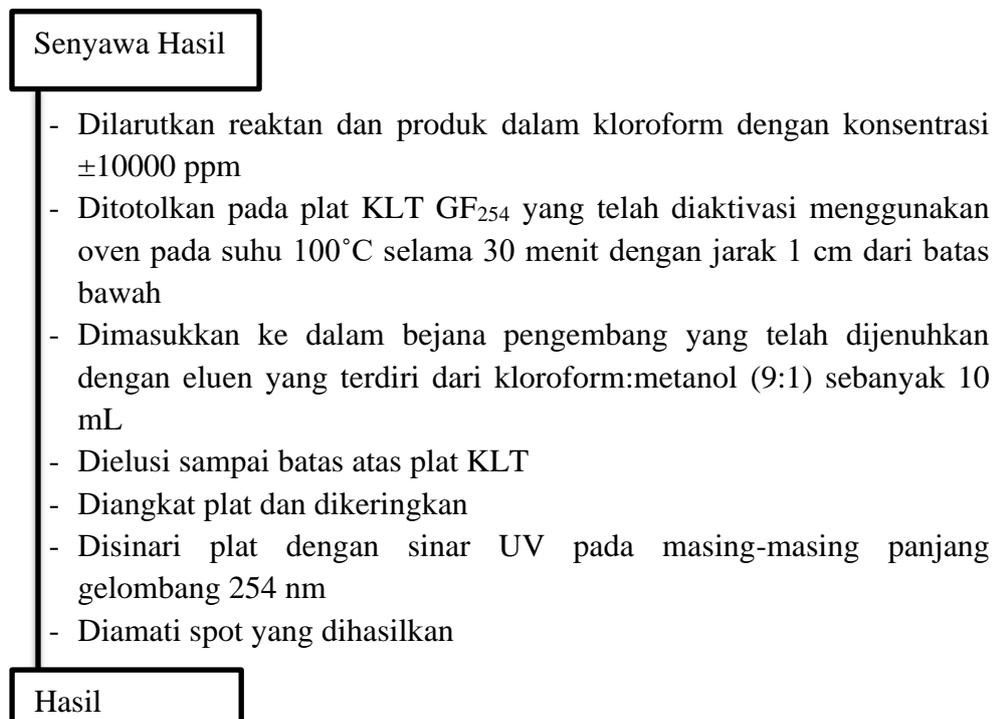
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Alir

#### L.1.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff dengan Metode Sonikasi



#### L.1.2 Identifikasi Senyawa Produk dengan KLT



### L.1.3 Uji Titik Leleh Menggunakan *Melting Point Apparatus*

Senyawa Hasil

- Dimasukan ke dalam pipa kapiler
- Dipasangkan pipa kapiler dan termometer dalam MPA
- Dinyalakan MPA dan diatur suhu kenaikan hingga 20°C per menit
- Diturunkan suhu menjadi 10°C per menit
- Diatur kenaikan suhu menjadi 1°C per menit jika suhu yang teramati mendekati perkiraan titik leleh senyawa
- Diamati proses pelelehan produk sintesis hingga berubah menjadi cair
- Dilakukan langkah yang sama terhadap reaktan sebagai pembanding

Hasil

### L.1.4 Uji Kelarutan dengan Larutan NaOH

0,005 g Produk

- Dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda
- Ditambahkan 2 mL akuades pada salah satu tabung reaksi
- Ditambahkan NaOH 2 M sebanyak 2 mL pada tabung reaksi lain
- Dikocok
- Diamati perubahan yang terjadi

Hasil

### L.1.5 Karakterisasi Produk dengan Spektroskopi FTIR

Senyawa Hasil

- Digerus dengan mortar agate
- Dicampurkan dengan gerusan *pellet* KBr dengan perbandingan 1:5
- Diletakkan campuran pada *cell holder*
- Dilewati berkas sinar inframerah pada rentang bilangan gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$

Hasil

### L.1.6 Karakterisasi Produk dengan KG-SM

#### Produk Basa Schiff

- Dilarutkan dengan aseton *p.a* dengan konsentrasi 50000 ppm
- Diinjeksikan menggunakan *syringe* ke dalam injektor KG-SM VARIAN CP-3800 SATURN2200 dengan kondisi operasional sebagai berikut:
 

Jenis Kolom	: AGILENT J&W VF-5MS
Panjang Kolom	: 30 meter
Oven	: Terprogram 100°C (10 menit) - 290°C (20 menit)
Temperatur Injektor	: 310°C
Tekanan Gas	: 16,5 kPa
Kecepatan aliran gas	: 1 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium
- Diamati hasil kromatogram dan spektra yang diperoleh

Hasil

### L.1.7 Penentuan Rendemen Produk

#### Produk Hasil Sintesis

- Ditimbang produk sintesis
- Dilakukan perhitungan dengan menggunakan rumus:
 
$$\% \text{ Kemurnian} = \frac{\text{luas area puncak}}{\text{luas area total}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{kemurnian GC (\%)} \times \text{massa produk sintesis}}{\text{massa teoritis}}$$

Hasil

### L.1.8 Pembuatan Spesimen Uji

#### Logam Besi

- Dipotong bentuk lempengan dengan ukuran 5 x 2 x 00,5 cm
- Dirapikan permukaan samping dengan amplas sampai halus
- Dicuci dengan aseton
- Dikeringkan pada suhu ruang

Hasil

### L.1.9 Pembuatan Larutan 1 M HCL

HCL 37%

- Dipipet 8,29 mL
- Dimasukkan labu ukur 100 mL
- Ditandabatkan dengan aquades
- Dihomogenkan

Hasil

### L.1.10 Pembuatan Larutan Inhibitor

Padatan Hasil Sintesis

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

Larutan Inhibitor 10.000 ppm

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

Hasil

### L.1.11 Uji efisiensi produk sebagai inhibitor korosi dengan metode EIS

Logam Besi

- Dirangkai bersama dengan elektroda pembanding dan elektroda bantu
- Direndam dalam 1 M HCL baik dan tanpa inhibitor
- Dilakukan pengukuran impedansi dengan frekuensi 100 kHz sampai 0,1 Hz dengan amplitudo sebesar 0.0001 A
- Diplot untuk mendapatkan parameter korosi

Hasil

**L.1.12 Analisa Permukaan Logam Stainless Stell 304**

Logam Besi

- Disiapkan spesimen yang telah diampelas, tanpa inhibitor (dalam 1 M HCL saja) dan dengan inhibitor (dalam 1 M HCL + 3,5 g/L ekstrak TDA
- Diambil gambar permukaan logam besi

Hasil

## Lampiran 2. Perhitungan

### L.2.1 Penentuan massa *o*-vanilin (99%) 0,01 mol yang digunakan

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{BM senyawa} &= 152,1437 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,01 \text{ mol} \\
 \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,01 \text{ mol} \times 152,1437 \text{ g/mol} \\
 &= 1,5215 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Massa yang ditimbang

$$\frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{1,5215 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 1,5215}{99 \text{ g}} \\
 &= 1,5369 \text{ g}
 \end{aligned}$$

### L.2.2 Penentuan massa *p*-Toluidina (99%) 0,01 mol yang digunakan

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_7\text{H}_9\text{N} \\
 \text{BM senyawa} &= 107,1564 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa} &= 0,01 \text{ mol} \\
 \text{Massa yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,01 \text{ mol} \times 107,1564 \text{ g/mol} \\
 &= 1,0716 \text{ g}
 \end{aligned}$$

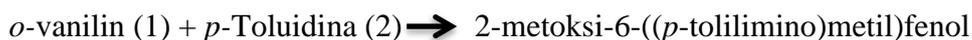
$$\frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{\text{massa yang dibutuhkan}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\frac{99 \text{ g}}{100 \text{ g}} = \frac{1,0716 \text{ g}}{\text{massa yang ditimbang}}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa yang ditimbang} &= \frac{100 \text{ g} \times 1,0716}{99 \text{ g}} \\ &= 1,0824 \text{ g} \end{aligned}$$

### L.2.3 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 2-metoksi-6-((p-tolilimino)metil)fenol

Reaksi:



Reaksi	Senyawa (1)	+	Senyawa (2)	$\rightarrow$	Senyawa (3)
Mula-mula	0,01 mol		0,01 mol		-
Bereaksi	0,01 mol		0,01 mol		0,01 mol
Setimbang	-		-		0,01 mol

$$\text{Rumus molekul senyawa} = \text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2$$

$$\text{BM senyawa (3)} = 241,1103 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mol senyawa (3)} = 0,01 \text{ mol}$$

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

$$= 0,01 \text{ mol} \times 241,1103 \text{ g/mol}$$

$$= 2,4111 \text{ g}$$

Penentuan % Hasil Produk Sintesis

$$\% \text{ Rendemen} = \% \text{ luas area} \times \frac{\text{Massa produk jenis}}{\text{Massa teoritis}}$$

$$\text{Rendemen} = 100\% \times \frac{2,3937}{2,4111} = 99,2\%$$

### L.2.4 Pembuatan Larutan 1 M HCL

Diketahui : M (%) = 37%

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

Ditanya : massa....?

$$\text{Jawab} : M = \frac{\% M \times 10 \times p}{\text{berat molekul}}$$

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

$$M = 12,6 \text{ M}$$

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

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

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

### L.2.5 Pembuatan larutan inhibitor 1000 ppm

Diketahui : berat molekul = 100 mL = 100 gr

$$M_{\text{inh}} = 1.000 \text{ ppm}$$

Ditanya : Massa produk....?

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

$$1.000 \text{ ppm} = \frac{\text{Massa Produk}}{100 \text{ gr}} \times 10^6 \text{ ppm}$$

$$\text{Massa Produk} = 0.1 \text{ gram}$$

### L.2.6 Pembuatan Larutan 75; 100; 125 ppm

Diketahui :  $M_1 = 1.000 \text{ ppm}$

$$V_2 = 20 \text{ mL}$$

Ditanya :  $V_1$ .....?

Jawab :  $M_1 \times V_2 = M_2 \times V_2$

#### L.2.6.1 Larutan 75 ppm

diketahui :  $M_2 = 75 \text{ ppm}$

jawab :  $1.0000 \text{ ppm} \times V_1 = 75 \text{ ppm} \times 20 \text{ mL}$

$$V_1 = 1.5 \text{ mL}$$

**L.2.6.2 Larutan 100 ppm**

diketahui :  $M_2 = 200 \text{ ppm}$   
jawab :  $10.0000 \text{ ppm} \times V_1 = 100 \text{ ppm} \times 20 \text{ mL}$   
 $V_1 = 2 \text{ mL}$

**L.2.6.3 Larutan 125 ppm**

diketahui :  $M_2 = 125 \text{ ppm}$   
jawab :  $10.0000 \text{ ppm} \times V_1 = 125 \text{ ppm} \times 20 \text{ mL}$   
 $V_1 = 2.5 \text{ mL}$

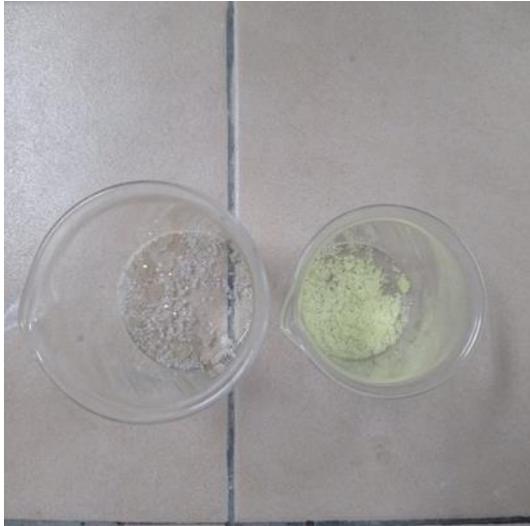
**Lampiran 3. Data Hasil Penimbangan**

Tabel L.3.1 Penimbangan Massa Produk (gram)

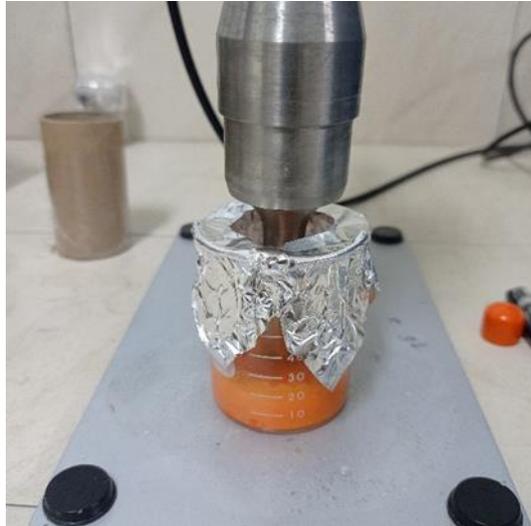
Penimbangan	Massa Produk (gram)
1	2,3875
2	2,3903
3	2,3959
4	2,3936
5	2,3942
6	2,3880
7	2,3878
8	2,3930
9	2,3937

## Lampiran 5. Dokumentasi

### L.5.1 Sintesis Senyawa Basa Schiff



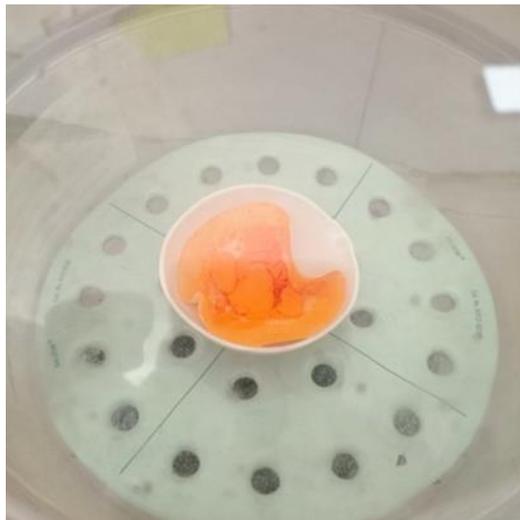
Reaktan.



Sonikasi selama 14 menit.



Hasil setelah sonikasi 14 menit.



Didesikator.

### L.6.2 Uji Sifat Kimia Basa Schiff



Uji kelarutan dengan aquades.



Uji kelarutan dengan NaOH 2 M.

### L.6.3 Uji Electrochemical Impedance Spectroscopy



Alat EIS.



