

BAB III

METODA PENELITIAN

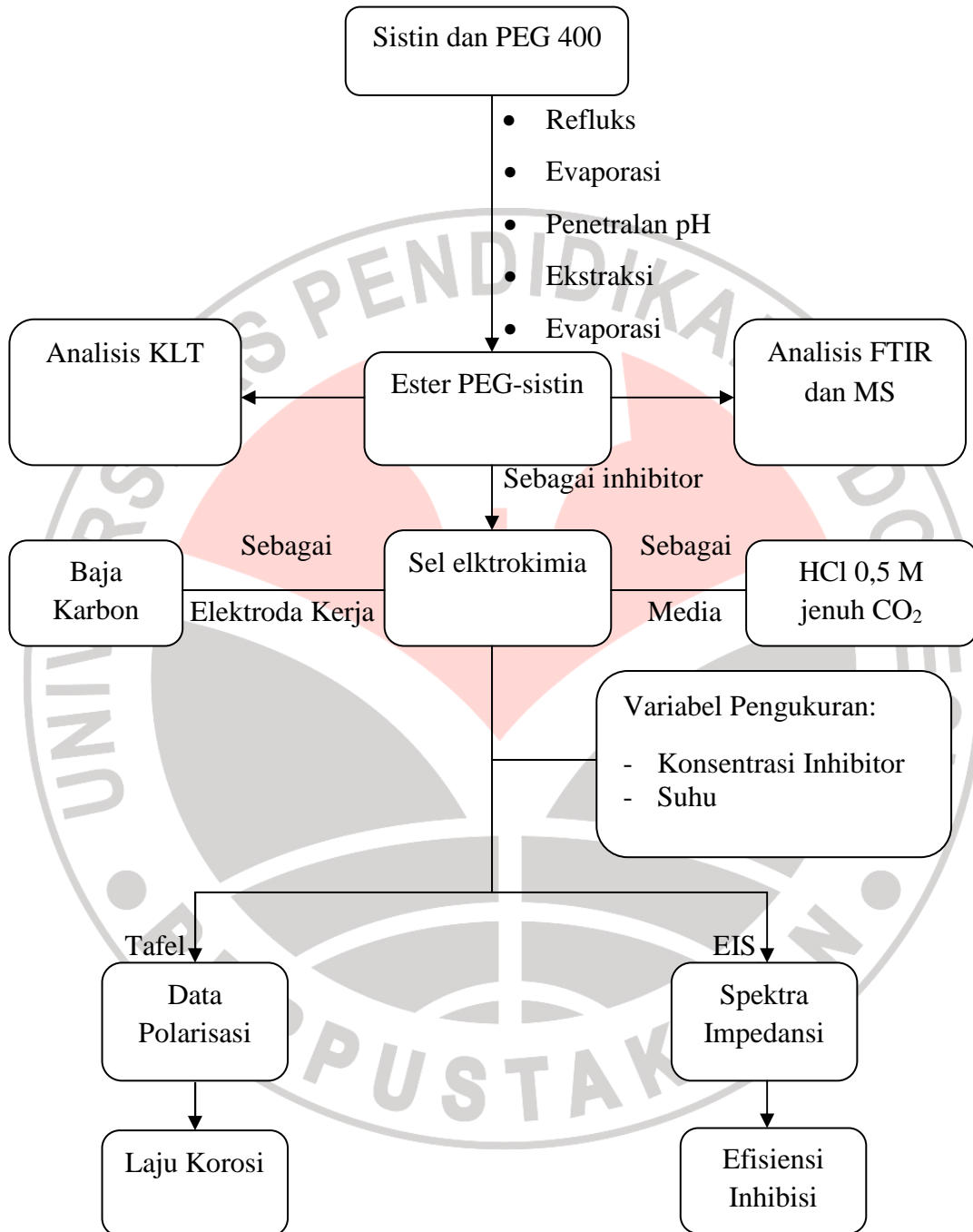
3.1 Desain Penelitian

Penelitian yang dilakukan merupakan uji aktifitas produk modifikasi sistin dengan PEG 400 sebagai inhibitor korosi baja karbon dalam media HCl 0,5 M jenuh CO₂. Proses penelitian secara umum terdiri dari tiga tahap. Tahap pertama adalah modifikasi senyawa sistin menggunakan PEG 400 dengan cara refluks. Tahap kedua adalah karakterisasi senyawa hasil modifikasi menggunakan FTIR dan MS. Tahap ketiga adalah pengukuran laju korosi serta efisiensi inhibisi produk modifikasi sistin dengan PEG 400 pada baja karbon dalam larutan HCl 0,5 M jenuh CO₂ dengan menggunakan metode EIS dan Tafel. Langkah-langkah yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Persiapan alat dan bahan,
2. Modifikasi senyawa sistin menggunakan PEG 400,
3. Analisis senyawa hasil modifikasi, meliputi:
 - a. Uji KLT
 - b. Karakterisasi gugus fungsi dengan FTIR
 - c. Analisis massa molekul relatif dengan MS
4. Pembuatan larutan induk hasil modifikasi untuk uji potensi inhibisi,
5. Pelaksanaan pengujian dengan metoda EIS dan Tafel, meliputi:
 - a. Variasi konsentrasi inhibitor
 - b. Variasi temperatur larutan uji
6. Analisis data.

Adapun bagan alir penelitian yang akan dilakukan dapat dilihat pada Gambar

3.1.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

3.2 Persiapan Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang dipergunakan untuk refluks, penetralan pH, ekstraksi, dan evaporasi adalah set alat refluks, spatula, kaca arloji, neraca analitik, gelas ukur 100 ml dan 10 ml, termometer, corong pisah, corong buchner, erlemeyer berpenghisap, kertas saring, batang pengaduk, evaporator (*Buchi oilbath B-485*).

Peralatan yang dipergunakan untuk analisis KLT adalah pipa mikro, lempeng KLT, gelas ukur 10 ml, dan *Chamber*.

Peralatan yang dipergunakan untuk karakterisasi gugus fungsi dan karakterisasi masa molekul adalah set alat spektrofotometer FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400), dan set alat MS (Waters LCT Premier X6).

Peralatan yang dipergunakan untuk mengetahui efisiensi inhibisi dan daya impedansi adalah potensiostat produksi Radiometer® (Tacussel-Radiometer; Voltalab PGZ 301), yang dihubungkan dengan sel elektrokimia yang terbuat dari gelas dengan ukuran bagian dalam ± 100 ml dan bagian luar ± 300 ml, dengan rongga yang berfungsi sebagai tempat sirkulasi air untuk penangas yang dihubungkan dengan pipa konektor kaca pada bagian bawah gelas, sedangkan pada bagian tengah gelas terdapat pipa konektor kaca untuk mengalirkan gas ke gelas bagian dalam. Penutup sel memiliki empat buah lubang, masing-masing untuk menyisipkan baja karbon sebagai elektroda kerja, elektroda kalomel jenuh (SCE) sebagai elektroda acuan, elektroda platina sebagai elektroda bantu dan tempat memasukkan sampel. Posisi elektroda baja karbon dan platina dibuat berhadapan (Gambar 3.2).



Gambar 3.2 Sel elektrokimia yang dipergunakan dalam pengukuran menggunakan metode Tafel dan EIS

Elektroda kerja dibuat dari baja karbon API 5L X65 yang digunakan *Total Indonesia*. Sebelum dilakukan pengukuran, terlebih dahulu sel elektrokimia, elektroda platina dan kalomel dibersihkan menggunakan Teepol CH 53 dan dibilas dengan air bidestilat. Baja karbon dihaluskan menggunakan ampelas silikon karbida (grade 600-1200) lalu dibilas dengan air bidestilat dan aseton untuk menghilangkan lemak, produk korosi, atau zat inhibitor yang masih menempel, kemudian dikeringkan pada temperatur kamar.

Media uji sebanyak 100 ml dituangkan ke dalam sel elektrokimia. Elektroda baja karbon, kalomel dan platina dimasukkan melalui lubang pada penutup sel. Ketiga elektroda direndam pada media uji hingga terendam ± 2 cm. Ketiga elektroda dihubungkan dengan Potensiostat. Setelah semua elektroda terhubung, gas CO₂ dialirkan pada media uji dan dikocok dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 400 rpm.

3.2.2 Bahan

Bahan yang dipergunakan untuk penelitian ini antara lain sistin produksi Merck , PEG 400 produksi Merck , H_2SO_4 p.a produksi Merck , DMSO produksi Merck , etilasetat teknis produksi Bratachem, $NaHCO_3$ produksi Bratachem, metanol teknis produksi Bratachem, aquades, HCl pekat p.a produksi Merck , asam asetat pekat produksi Merck, dan butanol p.a produksi Merck.

3.3 Modifikasi Senyawa Sistin Menggunakan PEG 400

Senyawa sistin dimodifikasi menggunakan PEG 400 dengan cara refluks pada suhu $150^\circ C$. Perbandingan sistin : PEG 400 yaitu 1 : 3 (dengan asumsi bahwa penambahan porsi PEG dapat menggeser reaksi ke arah pembentukan hasil reaksi dan memudahkan terbentuknya produk ester) dengan penambahan pelarut DMSO sebanyak sepuluh kali volume keseluruhan dan H_2SO_4 sebagai katalis sebanyak 0,5% dari volume keseluruhan. Campuran di refluks hingga hasil KLT menunjukkan telah terjadi reaksi.

Hasil refluks dievaporasi untuk menghilangkan air sebagai hasil samping dan sebagian DMSO. Kemudian ditambah $NaHCO_3$ dan metanol untuk menghilangkan katalis, setelah penyaringan dilanjutkan dengan ekstraksi menggunakan etilasetat. Lalu dilakukan penghilangan pelarut dengan evaporator sampai adanya endapan.

3.4 Karakterisasi Senyawa Hasil Modifikasi

3.4.1 Analisis KLT

Analisis KLT digunakan untuk memonitor reaksi yang terjadi pada proses refluks. Lempeng KLT dipotong dengan ukuran 2,5cm x 6cm, batas atas 0,5cm

dan batas bawah 1cm. Pipa mikro digunakan untuk meneteskan sampel pada lempeng KLT. Setiap lempeng KLT digunakan untuk dua titik sampel, titik pertama sampel awal dan titik kedua sampel setelah reaksi. Lempeng yang telah ditetesi sampel kemudian dimasukkan dalam *Chamber* yang berisi eluen butanol : asam asetat : air dengan perbandingan 6 : 3 : 3. Setelah noda sampai pada batas atas, lempeng diangkat dan di lihat perbandingan tinggi nodanya dalam sinar UV. Lalu dihitung nilai Rf nya.

3.4.2 Analisis Data FTIR dan MS

Karakterisasi untuk mengetahui gugus fungsi yang menyusun senyawa ester PEG-sistin dilakukan dengan alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Sedangkan analisis masa molekul dilakukan dengan alat MS (Waters LCT Premier X6) di Laboratorium Kimia Bahan Alam Jurusan Kimia ITB.

3.5 Pengukuran Laju Korosi dan Efisiensi Inhibisi

3.5.1 Persiapan Larutan Uji dan Larutan Induk

Larutan uji dibuat dengan cara pengenceran HCl pekat menjadi HCl 0,5 M. Sedangkan larutan induk inhibitor dibuat dalam 5000 ppm sebanyak 25 ml (Gambar 3.3).



Gambar 3.3 HCl 0,5 M (a), Larutan induk 5000 ppm (b)

3.5.2 Prosedur Pengujian

3.5.2.1 *Open Circuit Potensial (OCP)*

Prosedur pengukuran baja karbon dalam media uji baik tanpa inhibitor maupun dengan inhibitor menggunakan dua metode yaitu EIS dan Tafel. Sebelum dilakukan pengukuran secara elektrokimia, sel elektrokimia dibiarkan selama 30 menit agar antaraksi antarmuka baja karbon/larutan mencapai keadaan mantap (*steady state*). Tercapainya keadaan mantap ini ditunjukkan oleh nilai *open circuit potential (OCP)* yang relatif stabil.

3.5.2.2 Uji Impedansi dengan Metode EIS

Sebelum pengukuran baja karbon dalam media uji dengan metode EIS, terlebih dahulu dilakukan setting diantaranya adalah nilai potensial DC yang diterapkan 'free', nilai frekuensi yang diterapkan mulai dari 50 kHz hingga 20 mHz, waktu OCP 4 menit, elektroda kerja 0,785 cm dan elektroda pembanding 1,1304 cm. Setelah tercapai keadaan mantap (*steady state*) dilakukan pengukuran dengan EIS dan diolah dengan program Voltmaster4.

3.5.2.3 Uji Polarisasi dengan Metode Tafel

Sebelum pengukuran baja karbon dalam media uji dengan metode Tafel, terlebih dahulu dilakukan setting diantaranya adalah potensial DC yang diterapkan sebesar ± 50 mV relatif terhadap nilai potensial korosi. Kurva polarisasi potensiodinamik dipindai dengan laju sapuan konstan pada $0,5 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ (ASTM G5, 1987).

3.5.2.4 Variasi Konsentrasi

Variasi konsentrasi berfungsi untuk mengetahui konsentrasi optimum inhibitor dalam media uji. Metoda yang digunakan adalah EIS. Uji impedansi dengan metode EIS dilakukan pada variasi konsentrasi 5 ppm hingga 30 ppm dengan rentang 5 satuan.

Pengukuran menggunakan metode EIS dilakukan secara kontinu, dengan cara pengukuran blanko pada suhu ruangan, kemudian dilanjutkan penambahan inhibitor dengan konsentrasi 5 ppm hingga konsentrasi inhibitor yang ditambahkan pada media uji sebanyak 30 ppm.

3.5.2.5 Variasi Temperatur

Variasi temperatur berfungsi untuk mengetahui temperatur optimum inhibitor dalam media uji. Metoda yang digunakan adalah EIS dan Tafel. Pada variasi temperatur, digunakan konsentrasi optimum inhibitor yang telah diketahui melalui metoda EIS sebelumnya. Variasi temperatur yang digunakan adalah $25 \text{ }^\circ\text{C}$ hingga $55 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan rentang 10 satuan.

Pengukuran dilakukan tidak secara kontinu. Sel *disetting* untuk satu suhu, setelah selesai pengukuran semua sel dibersihkan dan *disetting* ulang untuk suhu berikutnya hingga semua suhu diuji.

