

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Desain Penelitian

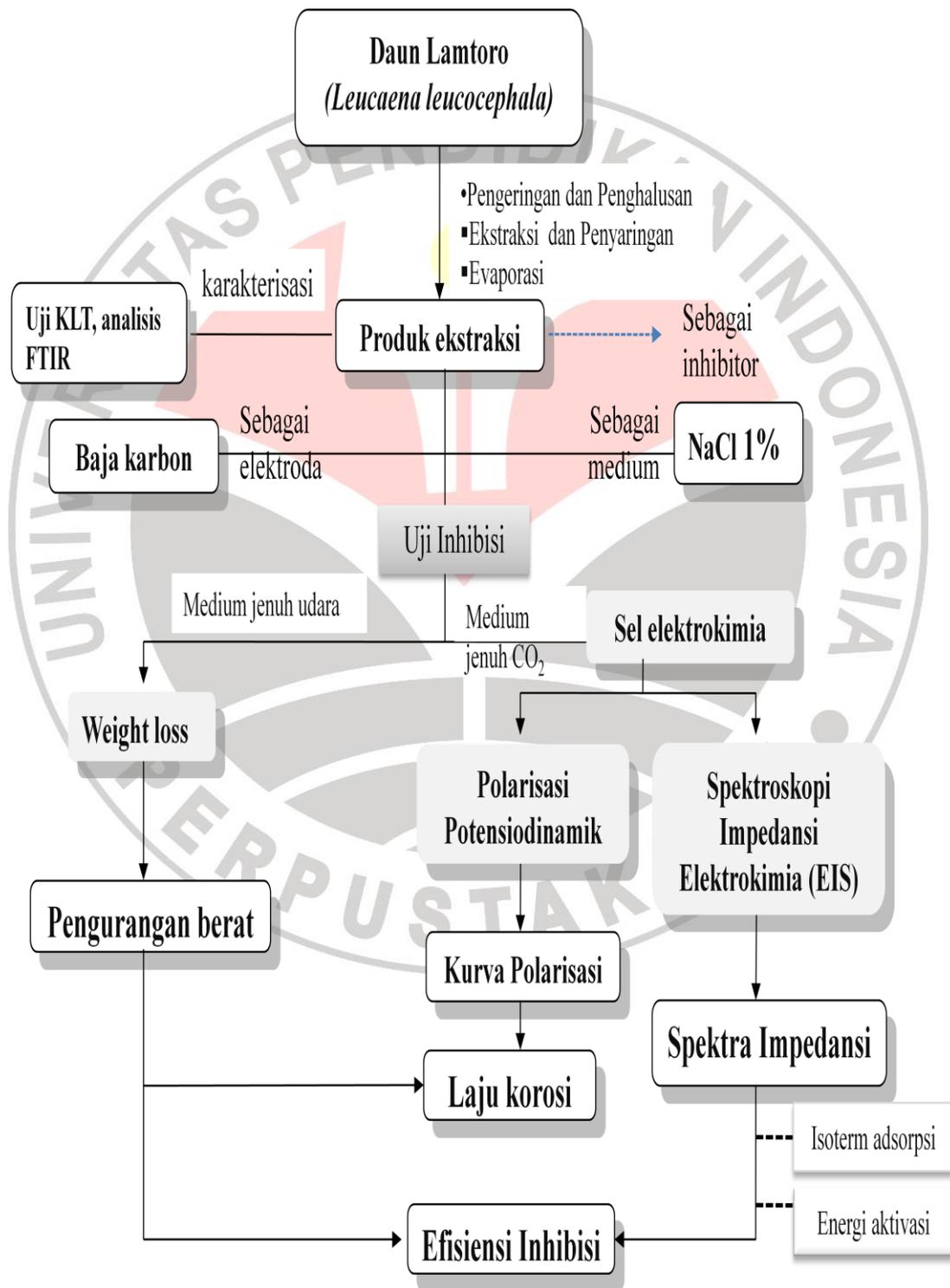
Penelitian yang dilakukan bertujuan untuk mengetahui potensi senyawa hasil ekstraksi dari daun lamtoro sebagai inhibitor korosi baja karbon unit *heat exchanger* pada proses *cooling tower system* dalam media NaCl 1% jenuh udara dan yang dijenuhkan dengan CO<sub>2</sub>. Agar penelitian lebih terarah dan mencapai tujuan yang ditetapkan, penelitian ini dibagi ke dalam beberapa tahap, yaitu

1. Persiapan alat dan bahan
2. Ekstraksi senyawa yang terkandung dalam daun lamtoro dengan 2 cara, yaitu
  - a. Cara dingin (Maserasi)
  - b. Cara panas ( Refluks)
3. Karakterisasi senyawa hasil ekstraksi, meliputi:
  - a. Uji KLT
  - b. Karakterisasi gugus fungsi dengan FTIR
4. Persiapan sampel untuk uji korosi, meliputi:
  - a. Persiapan material elektoda kerja
  - b. Pembuatan larutan uji dan larutan induk inhibitor
5. Pengujian senyawa hasil ekstraksi dengan pengukuran laju korosi menggunakan metode *Weight loss*, EIS dan Tafel, meliputi:
  - a. Variasi waktu paparan (hari)
  - b. Variasi konsentrasi inhibitor

c. Variasi temperatur larutan uji

6. Analisis data

Tahapan-tahapan tersebut secara umum disajikan dalam bentuk diagram alir seperti pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Diagram alir penelitian

### **3.2 Lokasi Penelitian**

Tahapan persiapan bahan, uji karakterisasi dan uji korosi dengan menggunakan metode *weight loss* dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, sedangkan untuk uji korosi dengan metode polarisasi potensiodinamik dan metode EIS dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika Material (LKFM) Program Studi Kimia Institut Teknologi Bandung.

### **3.3 Alat dan Bahan**

#### **3.3.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat kimia standar yang biasa digunakan di laboratorium kimia serta beberapa alat khusus. Peralatan yang digunakan untuk ekstraksi senyawa organik dari daun lamtoro (*Leucaena leucocephala*) dengan cara dingin (maserasi) adalah erlemeyer, gelas ukur, erlemeyer vacum, kertas saring, batang pengaduk dan corong buchner. Peralatan yang digunakan untuk ekstraksi dengan cara panas (refluks) adalah set alat refluks, termometer, *magnetic stirrer*, gelas kimia, batang pengaduk, penangas air, gelas ukur, spatula, kertas saring, erlemeyer vacum, corong buchner. Untuk evaporasi pelarut hasil ekstraksi dengan cara maserasi atau refluks menggunakan set alat evaporator (*Buchi oilbath B-485*).

Peralatan yang dibutuhkan untuk karakterisasi senyawa hasil ekstraksi dengan uji KLT yaitu chamber, gelas ukur, plat KLT berupa lempeng silika dan pipa kapiler, sedangkan peralatan yang dipergunakan untuk karakterisasi gugus fungsi adalah set alat spektrofotometer FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400).

Peralatan yang digunakan untuk pengukuran laju korosi dengan metode pengurangan berat adalah set alat *weight loss*, termometer, aerator (bubling udara), dan *multi shaker*. Alat *weight loss* yang digunakan dibuat dengan modifikasi gelas kimia dua ukuran. Ukuran 250 ml sebagai tempat uji larutan inhibitor, sedangkan ukuran yang lebih besar sekitar 500 ml diletakkan sebagai pelapis bagian luar. Ruang antar kedua gelas digunakan sebagai termostat dimana air akan masuk dan keluar melalui penghubung yang dipasang pada gelas bagian luar. Bagian atas dari alat ini ditutup dengan *proof* yang terbuat dari karet dengan lubang di tengah untuk masuknya pipa konektor yang akan dialiri udara dari *bubling* udara.



**Gambar 3.2** Alat *weight loss* yang digunakan untuk pengukuran penurunan berat dalam penentuan laju korosi.

Peralatan lain untuk mengukur laju korosi adalah potensiostat produksi Radiometer® (Tacussel-Radiometer, Voltalab PGZ 301) yang terdapat di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia ITB, dengan sel tiga elektroda; elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE), elektroda bantu (platina). Peralatan pendukung lainnya adalah tabung gas CO<sub>2</sub> dan termostat. Sel elektrokimia dibuat dari modifikasi gelas kimia ukuran 150 ml dan 300 ml yang disusun seperti pada gambar 3.3. gelas kimia berukuran kecil di bagian dalam untuk tempat larutan uji, sedangkan gelas kimia yang berukuran

lebih besar ditempatkan di bagian luar hingga ada ruang antar gelas untuk sirkulasi air yang berfungsi sebagai termostat. Pada bagian kanan bawah gelas dipasang pipa konektor kaca yang berfungsi untuk mengalirkan gas CO<sub>2</sub>. Penutup sel terbuat dari *proof* karet dengan empat lubang yang masing-masing berfungsi untuk elektroda kerja, elektroda acuan, elektroda bantu dan lubang untuk memasukan sampel inhibitor.



**Gambar 3.3** Sel elektrokimia yang digunakan untuk penentuan laju korosi dengan metode EIS dan Tafel.

### 3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah daun lamtoro (*Leucaena leucocephala*) dari perkebunan daerah Ciamis, methanol p.a produksi Bratachem, aquades, etil asetat p.a produksi Merck, n-hexan p.a, kloroform p.a, natrium klorida p.a produksi Merck.

### 3.4 Ekstraksi Senyawa yang Terkandung dalam Daun Lamtoro

Ekstraksi senyawa organik dari daun lamtoro dilakukan dengan dua cara, yaitu cara dingin (maserasi) dan cara panas (refluks). Kedua cara ini dilakukan sebagai perbandingan untuk hasil ekstraksi yang lebih baik secara kualitatif dan kuantitatif, kemudahan proses serta penggunaan biaya yang lebih efisien. Pada

dasarnya tahap preparasi sampel baik cara maserasi maupun cara refluks dilakukan hal yang sama. Daun lamtoro dikeringkan dengan cara dijemur selama 3-4 hari. Kemudian dihaluskan dengan menggunakan blender dan selanjutnya ditimbang sesuai kebutuhan.

#### **3.4.1 Cara Dingin (Maserasi)**

Ekstraksi dengan cara maserasi atau perendaman didasarkan berdasarkan waktu tertentu. Ekstraksi ini dilakukan selama 24 jam pada suhu kamar. Pelarut yang digunakan adalah metanol. Hasil ekstraksi kemudian disaring untuk memisahkan ampas (residu) dengan senyawa (filtrat) yang larut dalam pelarut. Tahap penyaringan senyawa hasil ekstraksi dilakukan dengan menggunakan corong buchner. Residu yang berupa ampas kembali dilakukan remaserasi selama 24 jam dan dilakukan hal yang sama sampai perendaman sebanyak empat kali dalam 24 jam. Filtrat yang masih larut dalam pelarutnya kemudian dipisahkan dengan cara evaporasi sehingga didapat senyawa hasil ekstraksi berupa pasta. Pasta hasil evaporasi kemudian ditimbang.

#### **3.4.2 Cara Panas (Refluks)**

Ekstraksi cara panas dilakukan sebagai pembanding dari cara dingin. Serbuk daun lamtoro yang telah ditimbang kemudian direfluks pada temperatur  $333^{\circ}\text{K}$  menggunakan pelarut metanol. Refluks dilakukan selama 6 jam. Campuran hasil refluks didinginkan sampai suhu kamar, kemudian dilakukan tahap selanjutnya, yaitu pemisahan pelarut. Pemisahan filtrat dari residunya dilakukan dengan cara penyaringan menggunakan corong buchner. Filtrat dari hasil pemisahan tersebut selanjutnya dilakukan evaporasi untuk menghilangkan

pelarutnya sehingga didapat padatan berupa pasta. Selanjutnya pasta tersebut ditimbang.

### 3.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Ekstraksi

#### 3.5.1 Uji KLT

Analisis KLT digunakan untuk melihat jumlah komponen senyawa campuran yang terekstraksi pada proses maserasi dan proses refluks. Lempeng KLT dipotong dengan ukuran 1cm x 6cm, batas atas 0,5cm dan batas bawah 1cm. Untuk meneteskan sampel pada lempeng KLT digunakan pipa kapiler. Lempeng yang telah ditetesi sampel kemudian dimasukkan dalam *chamber* yang berisi eluen atau fasa gerak.



**Gambar 3.4** Alat uji KLT.

Fasa gerak yang digunakan adalah n-hexan:etil asetat dengan perbandingan 1:1, etil asetat 100%, etil asetat : metanol dengan perbandingan 8:2, dan kloroform : metanol dengan perbandingan 9:1. Setelah noda sampai pada batas atas, lempeng diangkat dan dilihat perbandingan banyaknya noda dan tinggi nodanya dari masing-masing lempeng dengan eluen yang berbeda dalam sinar UV. Untuk penentuan analisis masing-masing senyawa yang terekstraksi dapat dilanjutkan dengan perhitungan nilai  $R_f$  nya.

### 3.5.2 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR

Karakterisasi untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam campuran senyawa hasil ekstraksi dilakukan dengan alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

## 3.6 Persiapan Sampel Uji Korosi

### 3.6.1 Persiapan Material

Spesimen uji untuk pengukuran *weight loss* menggunakan baja karbon jenis ASTM213/T22 yang berasal dari salah satu PLTU di daerah Bandung. Spesimen ini dibuat dengan cara memotong sampel baja karbon dengan ukuran 2cm x 1,8cm dengan ketebalan 5mm. Sebelum digunakan, spesimen terlebih dahulu dihaluskan dengan ampelas SiC (grade 180 – 800), dicuci dengan aquades dan aseton, kemudian dikeringkan dan ditimbang.



**Gambar 3.5** Spesimen uji *Weight Loss*.

Spesimen uji (elektroda kerja) untuk pengukuran dengan metode polarisasi potenciotat dan EIS dibuat dari baja karbon ASTM213/T22. Elektroda ini dibentuk dan dibubut sampai mempunyai paparan (diameter) 1,2cm, kemudian direkatkan dengan resin epoksi. Sebelum dipakai untuk pengukuran, permukaan baja dihaluskan dengan kertas ampelas silikon karbida (*grade* 150-1000) dan dibilas dengan air bidestilat dan aseton, selanjutnya dikeringkan dan elektroda kerja siap dipakai.



**Gambar 3.6** Elektroda kerja

### 3.6.2 Pembuatan Larutan Uji (Medium) dan Larutan Induk Inhibitor

Media yang digunakan untuk larutan uji korosi dalam penelitian ini adalah larutan NaCl 1% dalam air destilat. Larutan uji dibuat dengan cara melarutkan sebanyak 10 gram NaCl kualitas p.a ke dalam air destilat pada labu ukur 1 liter. Sedangkan larutan induk inhibitor dibuat dalam konsentrasi 10.000 ppm dengan cara melarutkan senyawa hasil ekstraksi dalam bentuk pasta sebanyak 1 gram ke dalam 100 ml larutan uji.



**Gambar 3.7** (a) Larutan Uji dan (b) Larutan Induk.

## 3.7 Pengukuran Laju Korosi

### 3.7.1 Pengukuran *Weight Loss*

Pengukuran *weight loss* dilakukan dengan cara sebagai berikut; ke dalam beberapa alat *weight loss*, dimasukkan media uji masing-masing 100 ml. Media uji terdiri dari satu larutan blanko, dan lima lainnya berupa larutan inhibitor dengan variasi konsentrasi 20, 40, 60, sampai 200 ppm dengan rentang 20 satuan

yang telah diencerkan dari larutan induk. Ke dalam masing-masing gelas yang berisi media uji dengan dan tanpa inhibitor dialiri udara secara *bubling* menggunakan aerator. Sampel baja karbon yang telah ditimbang sebagai berat awal sampel dimasukkan ke dalam media uji tersebut dengan cara digantung menggunakan benang. Setelah perendaman sampel baja karbon dilakukan selama 48 jam, sampel baja karbon dikeluarkan dan dicuci dengan asam oksalat 0,1 M untuk menghilangkan karat kemudian dicuci dengan air destilat dan diikuti dengan aseton. Setelah kering sampel ditimbang kembali sebagai berat akhir sampel. Selisih berat awal dan berat akhir sampel dihitung untuk menentukan laju korosi.

### **3.7.2 Pengukuran Polarisasi dan EIS**

#### ***Open Circuit Potential (OCP)***

Sebelum dilakukan pengukuran, sel elektrokimia berisi media uji yang telah ditambahkan inhibitor dibiarkan selama 15 menit agar antaraksi antarmuka baja karbon dengan larutan mencapai keadaan mantap (*steady state*). Tercapainya keadaan ini ditunjukkan oleh nilai *Open Circuit Potential (OCP)* yang relatif stabil. Jika nilai OCP sudah menunjukkan harga konstan :  $< 0,1$  mV/menit, pengukuran dengan metoda EIS maupun dengan metoda polarisasi potensiodinamik dapat dilakukan

#### ***Pengukuran Impedansi dengan EIS***

Pengukuran laju korosi dengan metode EIS dilakukan pada suhu 308°K, 323°K, dan 338°K dengan variasi konsentrasi dari 40 ppm sampai 200 ppm dengan rentang 40 satuan dan dilakukan secara kontinue untuk tiap kondisi satu temperatur. Variasi konsentrasi pada metode EIS digunakan untuk mengetahui

konsentrasi optimum inhibitor dalam larutan uji dalam setiap temperatur. Nilai potensial DC yang diterapkan 'free', yang berarti potensial yang dioperasikan dalam sel sama dengan potensial yang terukur berdasarkan hasil OCP. Nilai frekuensi yang diterapkan mulai dari 10 kHz hingga 50 mHz, waktu OCP 4 menit, elektroda kerja 1,1304 cm dan elektroda pembanding 0,785 cm. Setelah keadaan mantap tercapai dan parameter untuk polarisasi dimasukkan (update) ke dalam file program voltamaster 4, selanjutnya dilakukan pengukuran korosi baja karbon. Pengukuran larutan blanko dilanjutkan dengan penambahan inhibitor secara kontinue pada masing-masing temperatur mulai dari konsentrasi 40 ppm hingga konsentrasi inhibitor 200 ppm dalam larutan uji sebanyak 100 mL.

Data yang diperoleh dari pengukuran secara EIS berupa spektra impedansi yang disajikan dalam aluran Nyquist. Spektra ini, selanjutnya diproses dengan menggunakan regresi lingkaran (*circular regression*) untuk memperoleh besaran-besaran yang berkaitan dengan sifat listrik antar muka, yaitu tahanan larutan ( $R_s$ ), tahanan transfer muatan ( $R_{ct}$ ) dan kapitanasi lapisan rangkap listrik ( $C_{dl}$ ).

#### ***Uji Polarisasi dengan Metoda Tafel***

Pengukuran polarisasi dalam menentukan laju korosi dengan menggunakan metode Tafel dilakukan dengan variasi temperatur. Pada pengukuran ini potensial DC yang diterapkan sebesar  $\pm 75$  mV relatif terhadap nilai potensial korosi. Kurva polarisasi potensiodinamik dipindai dengan laju sapuan konstan pada  $0,5 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ . Variasi temperatur yang digunakan mulai dari  $308^\circ\text{K}$  sampai  $338^\circ\text{K}$  dengan rentang 15 satuan. Berbeda dengan metode EIS, pengukuran dengan metode Tafel dilakukan secara diskontinue. Sel *disetting*

untuk tiap satu pengukuran. Setelah selesai pengukuran, sel harus dibersihkan terlebih dahulu kemudian di *setting* ulang untuk pengujian selanjutnya.

Hasil pengukuran polarisasi menyatakan hubungan potensial dan arus setiap saat yang berupa kurva polarisasi. Selanjutnya kurva tersebut diekstrapolasi dengan metode Tafel untuk memperoleh besaran-besaran yaitu potensial korosi ( $E_{corr}$ ), tahanan polarisasi ( $R_p$ ), kemiringan tafel anodik ( $\beta_a$ ) dan tafel katodik ( $\beta_c$ ) dan rapat arus korosi ( $I_{corr}$ ).

