

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Desain Penelitian

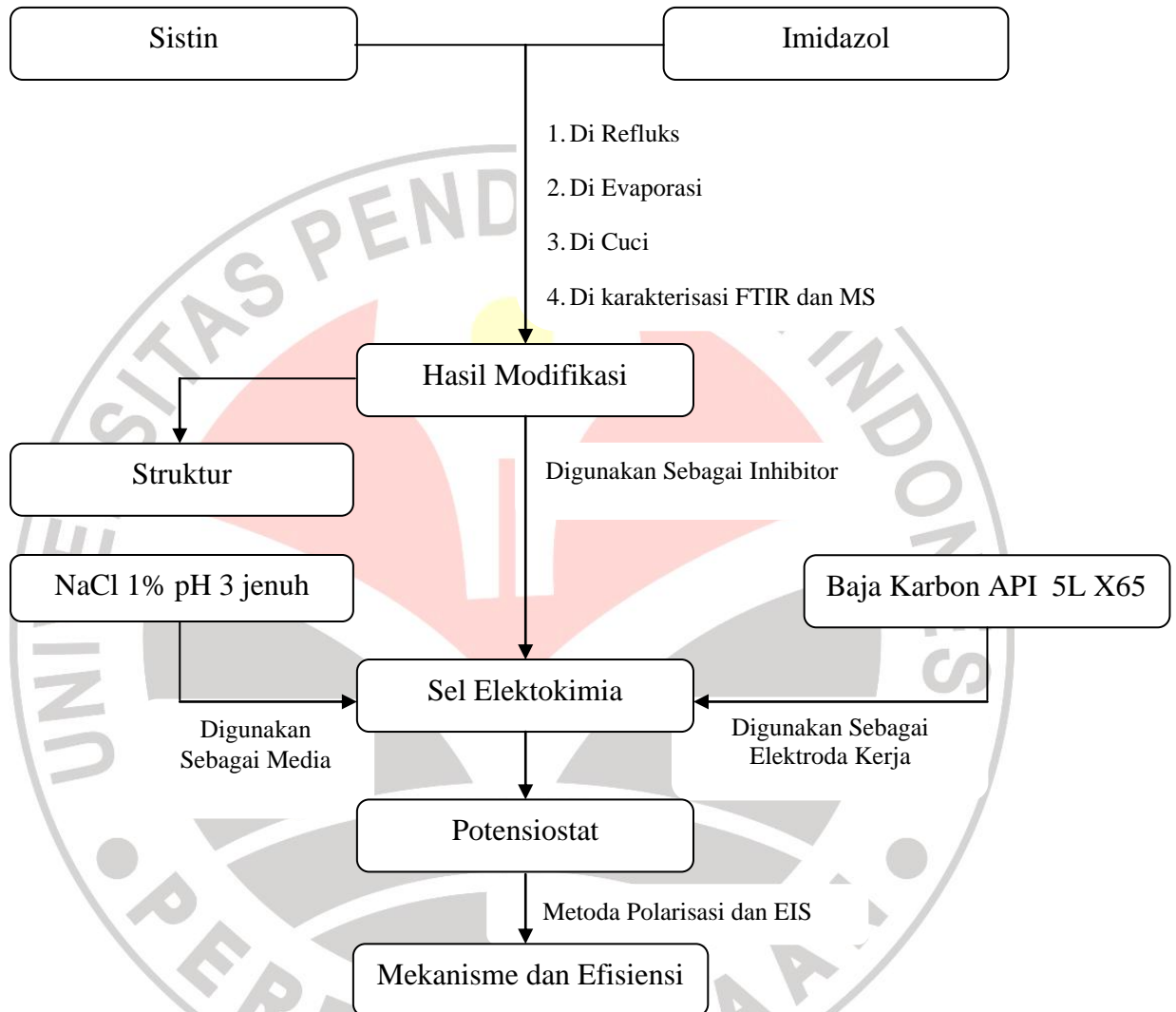
Secara umum, alur penelitian yang digunakan dalam penelitian ini meliputi modifikasi sistin dengan imidazol, karakterisasi struktur molekul produk hasil modifikasi, dan pengukuran efek inhibisi dari hasil modifikasi dengan menggunakan metode spektroskopi impedansi elektrokimia. Untuk mencapai tujuan tersebut dilakukan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Modifikasi sistin dengan imidazol,
2. Karakterisasi senyawa hasil modifikasi,
3. Pembuatan larutan induk untuk pengujian inhibitor,
4. Pelaksanaan pengujian dengan metoda spektroskopi impedansi elektrokimia, meliputi pengujian potensi sistin dan imidazol sebagai inhibitor korosi baja karbon.

Yuliana Nuradras Thea, 2012

Modifikasi Sistin Dengan Imidazol Sebagai Inhibitor Korosi Pada Baja Karbon Dalam Larutan NaCl 1% pH 3 Jenuh CO<sub>2</sub>

Langkah-langkah tersebut secara umum disajikan dalam bentuk diagram alir berikut:



**Gambar 3.1** Diagram alir penelitian

Yuliana Nuradras Thea, 2012

Modifikasi Sistin Dengan Imidazol Sebagai Inhibitor Korosi Pada Baja Karbon Dalam Larutan NaCl 1% pH 3 Jenuh CO<sub>2</sub>

### 3.2 Alat

Peralatan yang digunakan yaitu:

1. Set alat refluks digunakan untuk mereaksikan sistin dan tionil klorida serta imidazol,
2. Evaporator (Buchi Oilbath B-485) untuk pemisahan pelarut DMSO,
3. FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI digunakan untuk karakterisasi gugus fungsi zat hasil sintesis,
4. *Mass Spectroscopy* (MS) *Waters* LCT Premier X6 digunakan karakterisasi berat molekul senyawa,
5. Potensiostat produksi Radiometer® (Tacussel-Radiometer, Voltalab PGZ 301) yang terdapat di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia Institut Teknologi Bandung (ITB) digunakan untuk pengukuran laju korosi dan efisiensi inhibisi zat inhibitor.

### 3.3 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini adalah: sistin (p.a Merck), imidazol (p.a Merck), dimethylsulfoxida (p.a Merck), tionil klorida (Merck), aseton teknis (Bratachem), HCl (p.a Merck).

### 3.4 Modifikasi Sistin dengan Imidazol

Modifikasi senyawa sistin dengan imidazol dilakukan dalam beberapa tahap. Tahap pertama adalah melarutkan 3,6014 gram sistin dalam 150 mL

Yuliana Nuradras Thea, 2012

**Modifikasi Sistin Dengan Imidazol Sebagai Inhibitor Korosi Pada Baja Karbon Dalam Larutan NaCl 1% pH 3 Jenuh CO<sub>2</sub>**

DMSO, kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit 1,1 mL  $\text{SOCl}_2$  ke dalam labu dasar bulat dari alat refluks. Proses refluks dilakukan selama 5 jam pada temperatur  $(70-80)^\circ\text{C}$ . Campuran hasil refluks didinginkan sampai temperatur kamar, digunakan untuk reaksi tahap selanjutnya tanpa proses pemisahan dan pemurnian. Selanjutnya, ditambahkan tetes demi tetes larutan 1,0218 gram Imidazol dalam 10 mL aseton. Reaksi antara larutan hasil refluks dan larutan Imidazol dilakukan pada temperatur  $10^\circ\text{C}$  selama 30 menit. Kemudian, dilakukan evaporasi untuk menghilangkan pelarutnya (DMSO) hingga diperoleh padatan berwarna kecoklatan, dicuci dengan aquades dan alkohol, dikeringkan serta ditimbang.

### 3.5 Karakterisasi Sistin dan Imidazol

Analisis gugus fungsi dilakukan menggunakan alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400). Prinsip dasar dari alat ini adalah energi radiasi dari sumber energi yang diserap oleh suatu molekul dikonversi menjadi energi vibrasi dan energi rotasi. Adapun mekanisme dari alat spektrofotometer inframerah adalah sinar inframerah yang berasal dari sumber cahaya dibagi menjadi dua setelah melewati sistem cermin. Cahaya terbagi menjadi berkas rujukan dan berkas contoh. Kedua berkas ini setelah melewati larutan blanko dan sel contoh akan bergabung kembali dalam *chopper* menjadi berkas yang selang-seling bergantian. Berkas yang selang-seling tersebut akan didifraksikan oleh satu kisi sehingga berkas tersebut terpecah berdasarkan panjang gelombangnya. Berkas kemudian diterima oleh detektor untuk diukur beda intensitas antara kedua berkas pada setiap panjang

Yuliana Nuradras Thea, 2012

Modifikasi Sistin Dengan Imidazol Sebagai Inhibitor Korosi Pada Baja Karbon Dalam Larutan NaCl 1% pH 3 Jenuh  $\text{CO}_2$

gelombang. Selanjutnya berkas diteruskan menuju rekorder untuk menghasilkan spektrum hasil analisis.

Karakterisasi massa molekul dengan alat MS (*Waters LCT Premier X6*). Prinsip dasar dalam spektroskopi massa yaitu pada perubahan komponen cuplikan menjadi ion-ion gas dan memisahkannya berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan ( $m/e$ ) (Khopkar, 2008). Suatu molekul berbentuk gas disinari elektron berenergi tinggi di dalam sistem hampa, maka terjadi ionisasi. Ion molekul terbentuk dan ion molekul yang tidak stabil pecah menjadi ion yang lebih kecil. Proses ionisasi menghasilkan partikel bermuatan positif, dimana masa terdistribusi terhadap senyawa induk.

### **3.6 Pengukuran Laju Korosi dan Efisiensi Inhibisi**

Untuk memperoleh nilai laju korosi dan efisiensi inhibisi dari produk yang dihasilkan, dilakukan beberapa tahap preparasi sebelum dilakukan pengukuran. Berikut adalah tahapan preparasi;

#### **3.6.1 Persiapan larutan uji dan larutan induk**

Larutan media uji dibuat dengan mengencerkan NaCl 30 gram dengan buffer asetat 3 liter sehingga larutan media uji menjadi NaCl 1% dengan pH 3. Sedangkan larutan induk inhibitor dibuat dalam konsentrasi 3000 ppm dengan melarutkan 0,075 gram produk ke dalam 25 mL NaCl 1% pH 3.

Yuliana Nuradras Thea, 2012

Modifikasi Sistin Dengan Imidazol Sebagai Inhibitor Korosi Pada Baja Karbon Dalam Larutan NaCl 1% pH 3 Jenuh CO<sub>2</sub>



**Gambar 3.2** Larutan induk

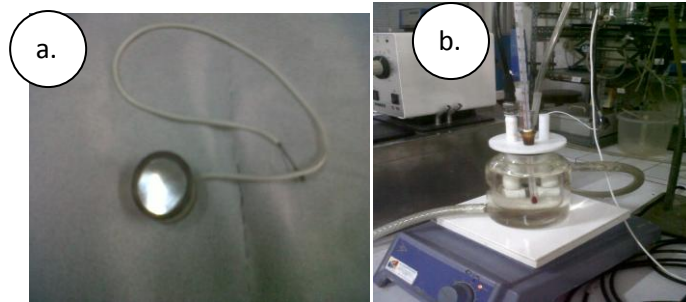
### **3.6.2 Persiapan sel elektrokimia dan spesimen uji**

Sel elektrokimia dibuat dari gelas kimia pyrex ukuran 300 mL. Gelas kimia berukuran kecil di bagian dalam untuk wadah larutan uji sedangkan yang besar di bagian luar. Ruang antar gelas digunakan untuk sirkulasi air melalui pipa yang dipasang pada bagian atas dan bawah. Sirkulasi air ini berfungsi sebagai termostat. Pada bagian kiri bawah dibuat pipa konektor untuk memasukan gas CO<sub>2</sub>. Selain itu, penutup sel dibuat dari karet dengan empat buah lubang, masing-masing untuk menyisipkan elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE), dan elektroda bantu (platina) dan termometer. pesimen uji (elektroda kerja) dibuat dari baja karbon API 5X L65 yang digunakan *Total Indonesia*. Sebelum digunakan untuk pengukuran, permukaan baja karbon dihaluskan dengan kertas ampelas silikon karbida (*grade* 600-1200), dibilas dengan air bidestilat dan aseton agar dipastikan tidak ada lemak, produk korosi, atau zat inhibitor yang masih menempel, selanjutnya dikeringkan pada temperatur kamar.

Yuliana Nuradras Thea, 2012

Modifikasi Sistin Dengan Imidazol Sebagai Inhibitor Korosi Pada Baja Karbon Dalam Larutan NaCl 1% pH 3 Jenuh CO<sub>2</sub>

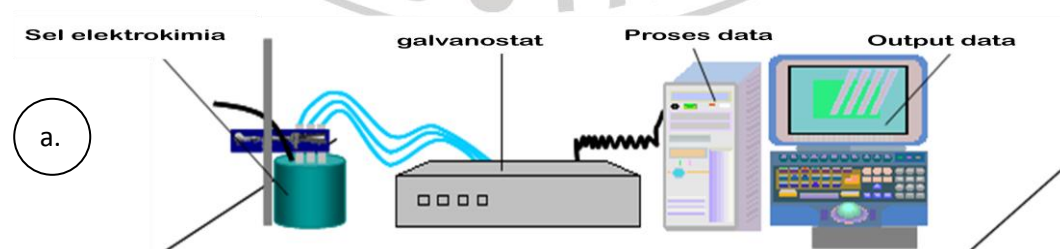




**Gambar 3.3** (a) Elektroda kerja., (b) Sel elektrokimia

### 3.7 Prosedur Pengujian

Prosedur pengujian korosi baja karbon dalam media uji dilakukan dengan menggunakan metoda EIS dan Tafel. Ke dalam sel elektrokimia dituangkan larutan asam yang sesuai dengan kondisi sumur produksi minyak bumi. Elektrode kerja dibuat dari baja karbon API 5X L65 (*work electrode*), elektrode kalomel (*reference*), dan elektrode platina (*auxiliary*) dicelupkan ke dalam media dan diaduk dengan pengaduk magnet. Ketiga elektroda dihubungkan dengan *galvanostat-Potentiostat* buatan *Radiometer* (Voltalab 40, type PGZ 301), seperti ditunjukkan pada Gambar 3.4 Secara simultan, pasangan elektroda kerja dan elektroda rujukan mengukur potensial sel, pasangan elektroda kerja dan elektroda bantu mengukur arus korosi. Data luaran hasil pengukuran diproses oleh komputer menggunakan program *Voltmaster 4*.



**Gambar 3.4** Disain alat pengukuran polarisasi dan impedansi elektrokimia

Yuliana Nuradras Thea, 2012

Modifikasi Sistin Dengan Imidazol Sebagai Inhibitor Korosi Pada Baja Karbon Dalam Larutan NaCl 1% pH 3 Jenuh CO<sub>2</sub>

### **3.7.1 *Open Circuit Potensial (OCP)***

Sebelum pengukuran secara elektrokimia, sel elektrokimia berisi media uji atau media uji yang telah ditambah inhibitor dibiarkan selama 30 menit agar antaraksi antarmuka kuningan dengan larutan mencapai keadaan mantap (*steady state*) yang ditunjukkan oleh nilai *open circuit potential (OCP)* yang relatif konstan (Ismail, K.M, 2007 dalam (Sunarya, 2008).

### **3.7.2 Uji impedansi dengan metode EIS**

Sebelum pengukuran impedansi dan kapasitansi kuningan dalam media uji dilakukan dengan metoda spektroskopi impedansi elektrokimia (EIS), terlebih dahulu alat *potensiostat disetting* diantaranya nilai potensial DC yang diterapkan '*free*', rentang frekuensi yang diterapkan mulai dari 100 kHz hingga 10 mHz, waktu untuk OCP 4 menit, dan area elektroda kerja yang digunakan 0,785 cm. dan pengukuran dilakukan setelah larutan mencapai keadaan mantap (*steady state*).

### **3.7.3 Uji Polarisasi dengan metode Tafel**

Sebelum pengukuran kuningan dalam media uji dengan metode Tafel, terlebih dahulu alat *potensiostat setting* diantaranya potensial DC yang diterapkan sebesar  $\pm 75$  mV relatif terhadap nilai potensial korosi. Kurva polarisasi potensiodinamik dipindai dengan laju sapuan konstan pada  $0,5 \text{ mV.s}^{-1}$  (ASTM G5, 1987). (Sunarya, 2008).

### **3.7.4 Variasi konsentrasi dan temperatur**

Yuliana Nuradras Thea, 2012

Modifikasi Sistin Dengan Imidazol Sebagai Inhibitor Korosi Pada Baja Karbon Dalam Larutan NaCl 1% pH 3 Jenuh CO<sub>2</sub>



Dalam pengukuran nilai laju korosi dan efisiensi inhibisi, digunakan dua variable berbeda yaitu variasi konsentrasi dan variasi temperatur. Variasi konsentrasi berfungsi untuk mengetahui konsentrasi optimum inhibitor dalam media uji yang dilakukan dengan metode EIS. Variasi konsentrasi yang digunakan adalah (20, 40, 60, 80, dan 100) ppm. Pengukuran dilakukan secara kontinu, yaitu pengukuran blanko, kemudian dilanjutkan pengukuran dengan penambahan inhibitor konsentrasi 20 ppm dan terus dilakukan hingga konsentrasi inhibitor yang ditambahkan pada media uji sebanyak 100 ppm. Pengukuran dilakukan dalam temperatur 338 K.

Variasi temperatur berfungsi untuk mengetahui temperatur optimum inhibitor dalam media uji yang dilakukan dengan metode Tafel. Pada variasi temperatur, konsentrasi inhibitor yang digunakan adalah konsentrasi optimum yang telah diketahui dari pengukuran variasi konsentrasi. Variasi temperatur yang digunakan adalah 308K, 323K, dan 338K. Pengukuran dilakukan secara diskontinu yaitu sel *disetting* untuk satu temperatur dan setiap memulai pengukuran temperatur berbeda diawali dengan pengukuran blanko. Setelah selesai pengukuran semua sel dibersihkan dan di *setting* ulang untuk temperature berikutnya hingga semua temperatur diuji.

Yuliana Nuradras Thea, 2012

Modifikasi Sistin Dengan Imidazol Sebagai Inhibitor Korosi Pada Baja Karbon Dalam Larutan NaCl 1% pH 3 Jenuh CO<sub>2</sub>