

## **BAB III**

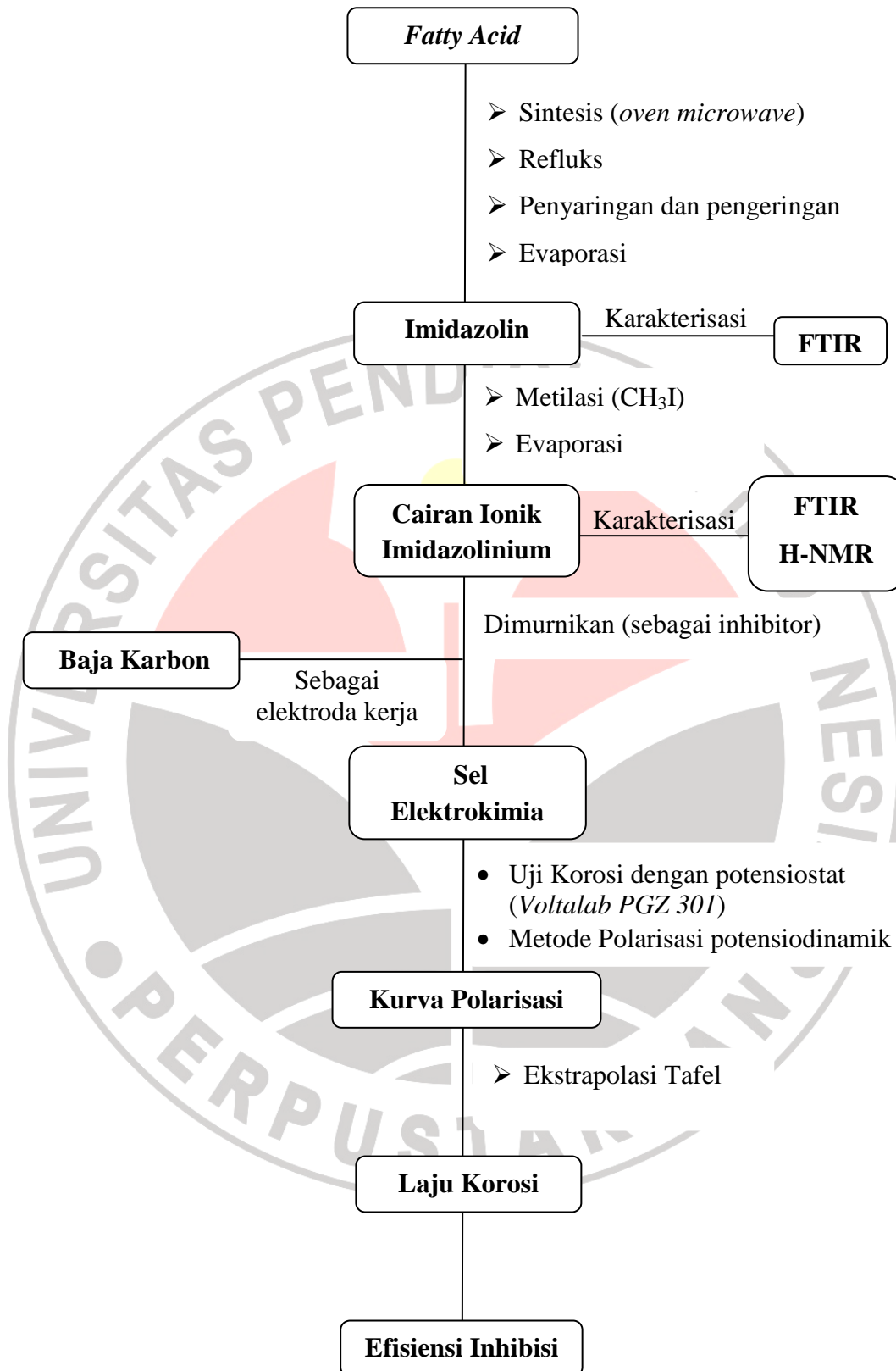
### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Desain Penelitian**

Secara umum, metode yang digunakan dalam penelitian ini meliputi aspek sintesis imidazolin, metilasi imidazolin menjadi imidazolinium (sebagai zat inhibitor), karakterisasi senyawa, dan pengukuran laju korosi serta efisiensi inhibisi dengan menggunakan metode polarisasi potensiodinamik (elektrokimia). Untuk mencapai tujuan tersebut dilakukan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Persiapan alat dan bahan,
2. sintesis dan karakterisasi senyawa imidazolin,
3. metilasi imidazolin menjadi imidazolinium,
4. karakterisasi senyawa hasil metilasi,
5. pembuatan larutan induk untuk pengujian korosi logam,
6. pelaksanaan pengujian dengan metoda polarisasi potensiodinamik, meliputi :
  - a. optimasi pH laju korosi tertinggi,
  - b. optimasi temperatur laju korosi tertinggi,
  - c. pengukuran kinerja inhibisi cairan ionik turunan imidazolin,
  - d. ekstrapolasi Tafel,
7. pendekatan termodinamika.

Secara skematik, langkah-langkah yang ditempuh dalam penelitian ini ditunjukkan pada gambar 3.1 berikut ini.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

## 3.2 Persiapan Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

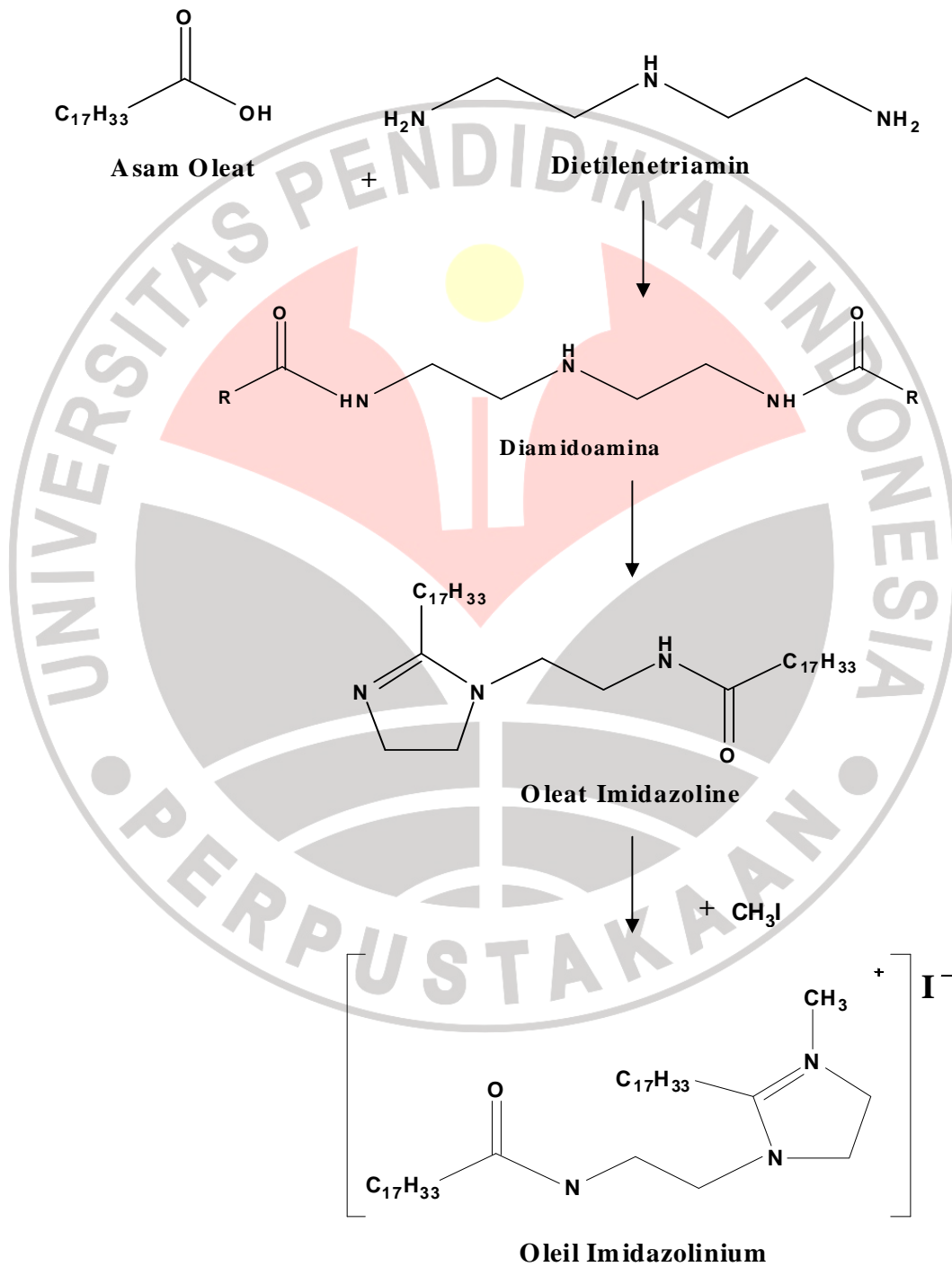
Peralatan yang digunakan adalah peralatan kimia biasa dan beberapa alat khusus. Untuk mereaksikan padatan CaO, asam lemak oleat, dan dietilentriamin (DETA) digunakan *oven microwave* (Sanyo EM-S1055S 800 W). Pemisahan pelarut etilasetat dan metilen klorida dilakukan menggunakan *evaporator* (Buchi Oilbath B-485). Karakterisasi gugus fungsi zat hasil sintesis dilakukan dengan FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Karakterisasi struktur senyawa dengan H-NMR di Pusat Penelitian KIMIA LIPI kawasan Puspitek Serpong. Proses pelarutan imidazolin dari padatan CaO dan metilasi menjadi imidazolinium dilakukan dengan set alat refluks. Selain itu, untuk pengukuran laju korosi dan efisiensi inhibisi zat inhibitor digunakan potensiostat produksi *Radiometer*<sup>®</sup> (*Tacussel-Radiometer, Voltalab PGZ 301*) yang terdapat di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia ITB.

### 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini adalah: asam oleat-*cis ekstrak pure* produksi Merck, metil iodida p.a produksi Aldrich, dietilenatriamina p.a produksi Aldrich, metilen klorida (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>) teknis produksi Bratachem, etilasetat teknis produksi Bratachem, kalsium oksida p.a produksi Merck, dan metanol teknis produksi Bratachem, garam natrium klorida p.a produksi Aldrich, asam asetat pekat produksi Merck, garam natrium asetat p.a produksi Merck, aseton teknis produksi Bratachem, butanol p.a produksi Merck, dan kerosin (minyak tanah) produksi PT. Pertamina (diambil dari Depot

Pertamina Padalarang) yang didestilasi ulang di Laboratorium Kimia Organik Program Studi Kimia ITB.

### 3.3 Sintesis Cairan Ionik Turunan Imidazolin



**Gambar 3.2** Reaksi pembentukan cairan ionik turunan imidazolin

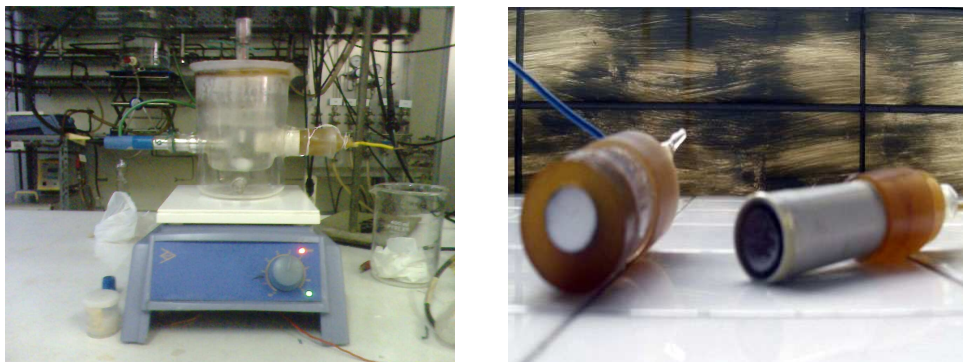
Imidazolinium disintesis berdasarkan dua tahap reaksi, yakni pembentukan senyawa imidazolin dan pembentukan imidazolinium melalui metilasi terhadap imidazolin. Reaksi pembentukan senyawa imidazolin dilakukan dalam *oven microwave* (Sanyo EM-S1055S 800 W) selama 6,5 menit dengan mereaksikan 20 mmol atau 2,06 gram DETA (dietilentriamina) dengan 40 mmol atau 11,3 gram asam oleat dalam 20 gram padatan CaO.

Hasil reaksi direfluks sampai mendidih ( $80^{\circ}\text{C}$ ) agar terjadi pelarutan imidazolin dari padatan CaO, dengan penambahan 80 ml pelarut etilasetat ke dalam labu dasar bulat yang berisi campuran imidazolin. Setelah itu, campuran disaring (agar CaO terpisah) dalam kondisi panas dan dikeringkan dengan pompa vakum serta dievaporasi sampai imidazolin mengental. Sedangkan reaksi metilasi dilakukan dengan mereaksikan imidazolin yang didapat dan  $\text{CH}_3\text{I}$  dengan perbandingan 1:1,5 mol dalam 70 ml pelarut  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (metilen klorida). Proses reaksi ini dilakukan dengan alat refluks selama 4 jam.

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

#### **3.4.1 Sel elektrokimia dan spesimen uji**

Sel elektrokimia dibuat dari gelas kimia dengan ukuran volume 600 ml. Pada bagian atas dan bawah gelas dipasang pipa berfungsi untuk memasukan air sebagai penangas. Selain itu, di sisi kanan dan kiri bagian bawah dibuat pipa konektor untuk memasukan elektroda kerja dan elektroda bantu. Penutup sel dibuat dari karet dengan tiga buah lubang, masing-masing untuk menyisipkan elektroda rujukan, luaran dan masukan gas, serta masukan sampel inhibitor.



(a)

(b)

**Gambar 3.3** Sel Elektrokimia dengan tiga elektroda (a) dan elektroda kerja (b)

Spesimen uji (elektroda kerja) dibuat dari baja karbon API 5L X65 yang digunakan *Total Indonesia*. Elektroda ini dibuat dengan cara memotong sampel baja karbon, dibubut sampai diameter 1,5 cm dan panjang 4 cm, kemudian direkatkan dengan resin epoksi. Sebelum dipakai untuk pengukuran, permukaan baja dihaluskan dengan kertas ampelas silikon karbida (*grade* 600-1200) dan dibilas dengan air bidestilat dan aseton agar dipastikan tidak ada lemak, produk korosi, atau zat inhibitor yang masih menempel, selanjutnya dikeringkan pada temperatur kamar.

### 3.4.2 Persiapan Larutan Uji

Larutan uji dibuat dengan melarutkan padatan kristal natrium asetat dan asam asetat dari asam asetat pekat (98%) dalam aqua destilat. Larutan uji berupa larutan buffer asetat pada rentang pH 3,18 s.d 5,20, dibuat dengan cara memvariasikan  $[HAc]/[NaAc]$  dalam  $[NaAc]$  tetap 0,1 M, dan 0,1 M larutan natrium asetat (pH  $10,25 \pm 0,1$ ) agar berdaya hantar sama.

### 3.4.3 Pengukuran Laju Korosi dan Inhibisi

Laju korosi baja karbon dan efek inhibisi dari cairan ionik diukur menggunakan metoda polarisasi potensiodinamik. Hasil dari pengukuran berupa kurva polarisasi anodik dan katodik yang direkam pada laju sapuan tetap sebesar  $2,5 \text{ mV s}^{-1}$ . Kurva tersebut selanjutnya diekstrapolasi menggunakan teknik Tafel untuk memperoleh besaran-besaran listrik berupa tahanan polarisasi,  $R_p$ , tetapan Tafel anodik,  $b_a$  dan tetapan Tafel katodik,  $b_c$ . Berdasarkan nilai-nilai tersebut dapat ditentukan kerapatan arus korosi,  $I_{\text{kor}}$  yang ditentukan melalui persamaan Stern-Geary:

$$i_{\text{corr}} = \frac{b_a b_c}{2,303(b_a + b_c)} \frac{1}{R_p} = \frac{B}{R_p} \quad (13)$$

dengan  $b_a$  dan  $b_c$  menyatakan kemiringan Tafel anodik dan Tafel katodik, dan  $B$  adalah tetapan Stern-Geary. Laju korosi baja karbon dan efek inhibisi dari cairan ionik ditentukan berdasarkan kerapatan arus korosi melalui persamaan:

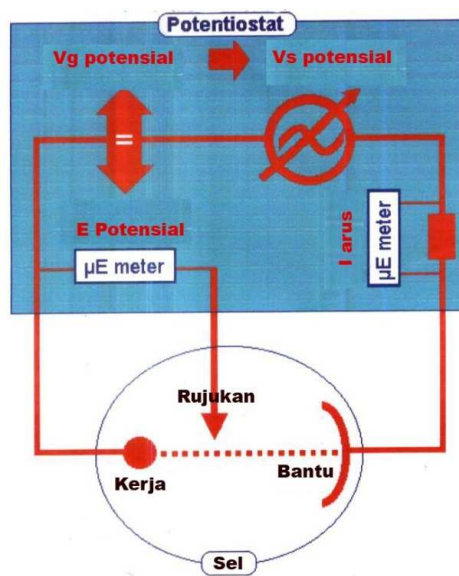
$$V_{\text{kor}} = 3,27 \times 10^{-3} \frac{A_e}{\rho} I_{\text{kor}}$$

### 3.4.4 Prosedur Pengujian

Prosedur pengujian korosi baja karbon dalam media uji dengan menggunakan metoda polarisasi potensiodinamik adalah sebagai berikut.

Ke dalam sel elektrokimia dituangkan larutan uji sebanyak 200 ml, dialiri gas  $\text{CO}_2$  secara terus-menerus, dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada kecepatan 400 rpm. Elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE), dan elektroda bantu (platina) direndam dalam media uji. Ketiga elektroda tersebut dihubungkan dengan potensiostat buatan

*Radiometer*<sup>®</sup> (*Tacussel-Radiometer, Voltalab PGZ 301*). Prinsip kerja dari potensiostat secara skematik digambarkan dalam gambar 3.4. Pada gambar tersebut dinyatakan bahwa pasangan elektroda kerja dan elektroda rujukan mengukur potensial sel, sedangkan pada saat bersamaan pasangan elektroda kerja dan elektroda bantu mengukur arus.



**Gambar 3.4** Skema alat potensiostat

Sebelum dilakukan pengukuran terhadap sel elektrokimia tanpa inhibitor (blanko) dan dengan inhibitor, sel elektrokimia yang dijenuhkan dengan gas  $\text{CO}_2$ , dibiarkan sekitar 15 menit agar antaraksi antarmuka antara baja karbon dan larutan uji mencapai keadaan mantap (*steady state*), diketahui dari hasil nilai OCP (*Open Circuit Potential*), yang menyatakan hubungan potensial sel sebagai fungsi waktu. Menurut Ismail (2007), pengukuran dengan metoda polarisasi dapat dilakukan, jika pada potensial yang terukur dengan nilai potensial sel menunjukkan nilai yang konstan atau mempunyai selisih 0,1 mV/menit. Pengukuran selanjutnya dilakukan untuk mendapatkan data laju korosi dari sel elektrokimia tanpa inhibitor dan dengan inhibitor dengan tiga kali pengukuran (triplo). Namun, sebelum



pengukuran sel elektrokimia dengan inhibitor dilakukan, ke dalam larutan uji terlebih dahulu ditambahkan kerosin murni sebanyak 50 ml agar kondisi larutan uji menyerupai kondisi pertambangan minyak bumi sebenarnya.

#### **3.4.5 Optimasi pH**

Pengaturan pH dilakukan untuk mengetahui kondisi pH pada saat laju korosi baja karbon mencapai maksimum dan untuk mengetahui pengaruh inhibitor terhadap laju korosi baja karbon pada pH uji. Pengendalian pH media dilakukan menggunakan buffer asetat dalam rentang pH 3,18 s.d 5,20.

#### **3.4.6 Optimasi Temperatur**

Untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap laju korosi baja karbon dan pengaruh inhibitor dalam larutan uji dilakukan variasi temperatur. Umumnya laju korosi akan bertambah dengan naiknya temperatur. Percobaan dilakukan pada pH media dengan laju korosi maksimum (hasil percobaan 3.4.5) pada temperatur: 298 K, 308 K, 318 K, 328 K, dan 338 K (selang pengukuran 10 derajat).

#### **3.4.7 Optimasi Konsentrasi Inhibitor**

Penentuan kadar optimum inhibisi korosi baja karbon dari inhibitor cairan ionik turunan imidazolin dilakukan dengan cara merendam spesimen uji dalam larutan uji pada pH dan temperatur dengan laju korosi baja karbon mencapai maksimum. Konsentrasi cairan ionik turunan imidazolin yang diuji adalah: 20, 40, 60, 80, dan 100 (ppm), sampai dampak inhibisinya terhadap baja karbon relatif konstan.