

BAB III

METODE PENELITIAN

III. 1 Tempat Dan Waktu Penelitian

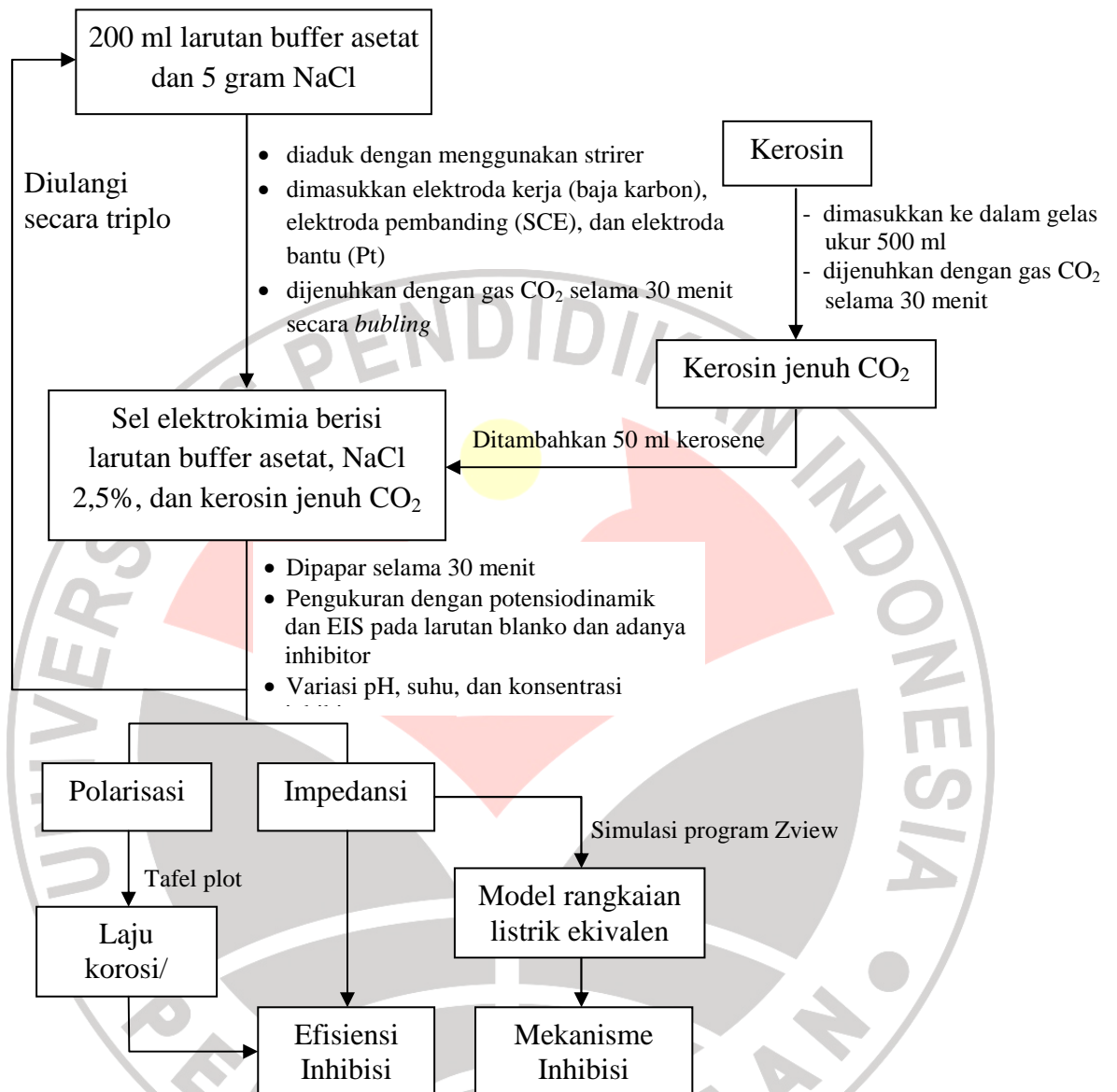
Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia, Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia, dan pengujian dilakukan di Laboratorium Korosi, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Bandung. Penelitian ini dilaksanakan dari tanggal 5 Mei 2009 dan berakhir pada tanggal 11 Agustus 2009.

III.2 Desain Penelitian

Penelitian ini terdiri dari dua tahap, yaitu tahap preparasi dan tahap pengujian laju korosi dan efisiensi inhibisi senyawa inhibitor dengan metode *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) dan polarisasi potensiodinamik. Diagram desain penelitian disajikan pada gambar 3.1.

III.3 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pH meter (Consort, German) untuk mengukur pH larutan uji, sedangkan untuk menguji laju korosi dan efisiensi inhibisi senyawa inhibitor, digunakan seperangkat alat potensiostat PGZ 301 buatan Radiometer (Tacussel-radiometer) dan software Volta Master 4 versi 7.08.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

Sel elektrokimia dibuat dari dua buah gelas kimia yang disusun sedemikian rupa sehingga gelas kimia bagian dalam berukuran 250 ml sebagai tempat larutan uji dan gelas kimia bagian luar 600 ml berfungsi sebagai mantel pemanas, seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Sel elektrokimia yang dibuat dari gelas kimia

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Metenamina, asam asetat pekat (CH_3COOH), natrium asetat (CH_3COONa), air bidetilasi, aseton, NaCl , kerosin dan baja karbon API 5L X65 dengan komposisi (dalam persen, %): Fe (97.9327); C (0.0737); Si (0.2882); S (0.0068); P (0.01530); Mn (1.5353); Ni (0.0129); Cr (0.0224); V (0.0276); Cu (0.0051); W (0.0029); Ti (0.0169); Sn (0.0005); Al (0.0282); Nb (0.0396); Zr (0.0009); Zn (0.0014) (Wahyuningrum.2007).

III.4 Tahap Preparasi

111.4.1 Tahap Preparasi Material.

Baja karbon API 5L X65 sebagai elektroda kerja terlebih dahulu dipotong dari pipa induk kemudian dibubut secara silindris dengan ukuran panjang ± 4 cm

dan diameter 1,4 cm, baja karbon tersebut dibor dan kabel dimasukkan pada lubang yang telah dibor kemudian disolder, elektroda tersebut dibungkus dengan mantel yang terbuat dari resin sehingga yang kontak dengan larutan uji hanya bagian permukaan depannya dengan luas paparan 1,5 cm². Sebelum digunakan sebagai elektrode kerja, sampel baja karbon diampelas hingga halus dengan grade (600 – 1200), kemudian dibilas dengan air bidestilasi dan dibersihkan dengan aseton, selanjutnya dikeringkan.

III.4.2 Tahap Preparasi Larutan Uji

Larutan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan buffer asetat, dengan rentang pH dari 3,06 sampai dengan 5,03. Larutan buffer ini dibuat dengan campuran asam asetat pekat dan konsentrasi Na-asetat yang tetap yaitu 2.5 gram per 250 ml, variasi asam ini dimaksudkan agar daya hantar listrik dalam larutan relatif sama.

III.5 Tahap pengujian

III.5.1 Metode Tafel

Pada pengukuran dengan metode Tafel, elektroda kerja (WE) dipasang pada sel elektrokimia berhadapan-hadapan dengan elektroda bantu Pt dengan jarak ± 2,5 cm, sedangkan elektroda pembanding pada posisi sembarang. Larutan buffer asetat dimasukkan dalam sel elektrokimia kemudian ditambahkan 5 gram NaCl dan diaduk dengan stirer pada putaran sedang. Setelah itu elektroda kalomel jenuh (SCE) sebagai elektroda pembanding dimasukkan ke dalam sel dan larutan

dijenuhkan dengan gas CO₂ secara *bubbling*. kemudian, sebanyak 50 ml kerosin yang sudah dijenuhkan dengan gas CO₂ dimasukkan ke dalam sel elektrokimia. Dengan demikian dalam sel elektrokimia terdapat campuran larutan elektrolit dan kerosin dengan perbandingan persen volum: 80 : 20.

Potensiostat dinyalakan, kemudian metode polarisasi diterapkan untuk mengukur polarisasi baja karbon akibat berinteraksi dengan media. Data polarisasi diolah dengan software Voltmaster hingga pada layar monitor muncul hubungan potensial sel terhadap arus pada setiap saat. Pada pengujian dengan metode Tafel, pengukuran polarisasi dilakukan sebanyak tiga kali/triplo. Setelah pengujian selesai, elektrode kerja dibersihkan dan dihaluskan kembali dengan ampelas, kemudian dibilas dengan air bidestilat dan dibersihkan dengan aseton. Setelah kering dimasukkan kembali ke dalam sel elektrokimia untuk dilakukan pengukuran dengan adanya inhibitor di dalam media.

Parameter elektrokimia yang diperoleh dari pengukuran polarisasi ini adalah E_{kor}, R_p, B_a, B_c. Parameter-parameter tersebut digunakan untuk menentukan rapat arus korosi melalui persamaan Stern-Gerry :

$$i_{corr} = \frac{ba.bc}{2.303(ba + bc) Rp}$$

Selanjutnya laju korosi ditentukan dengan menggunakan persamaan:

$$V_{corr} = 3.27 \times 10^{-3} \frac{Ae}{\rho} i_{cor} \quad (\text{ASTM G3-1989})$$

dengan Ae adalah masa ekuivalen logam (g.mol⁻¹.ek⁻¹), ρ adalah masa jenis logam (g.cm⁻³), dan i_{kor} adalah rapat arus korosi (μA.cm⁻²) (Sunarya, 2008).

III.5.2 Metode EIS

Metode EIS digunakan untuk menentukan tahanan transfer muatan dan lapis rangkap listrik pada antarmuka baja karbon-larutan. Prosedur pengujian dengan metode ini hampir sama dengan metode Tafel. Parameter elektrokimia yang diperoleh dari pengujian ini adalah R_s , R_{ct} dan C_{dl} , dimana R_s adalah tahanan larutan, R_{ct} adalah tahanan transfer muatan, dan C_{dl} adalah kapasitansi lapis rangkap listrik.

Pada awal pengujian dilakukan pengujian OCP (*open circuit potensial*) untuk mengetahui kestabilan antaraksi antara permukaan elektroda dan larutan uji. Elektroda dibiarkan hingga mencapai keadaan mantap (*steady state*) dalam elektrolit. Keadaan stabil ini ditunjukkan oleh nilai potensial $\leq 0,1$ mV/menit. Potensial ini dinyatakan sebagai potensial keadaan mantap (*steady state potensial*, E_{ss}) (Khaled, 2006). Pengujian OCP ini berlangsung selama 4 menit, dilanjutkan dengan pengujian impedansi elektrokimia. Pada pengujian dengan EIS, amplitudo yang digunakan dari puncak ke puncak sebesar 10 mV pada rentang frekuensi dari 0,1 Hz hingga 100 kHz. Pada pengukuran impedansi, persen efisiensi inhibisi ditentukan melalui persamaan:

$$\% IE = \frac{R_{ct(inh)} - R_{ct}}{R_{ct(inh)}} \times 100\%$$

dengan R_{ct} dan $R_{ct(inh)}$ adalah tahanan transfer muatan dari logam dalam larutan tanpa inhibitor dan adanya inhibitor.

III.5.3 Optimasi pH media

Penentuan pH optimum dilakukan pada rentang pH 3,06 – 5,03. Pengujian dilakukan tanpa inhibitor (blanko) dan pada suhu ruang sebanyak 5 kali yaitu pada pH 3,06; 3,50; 3,94; 4,55, dan 5,03, sehingga didapat laju korosi optimum pada rentang pH tersebut. Setelah itu, pH dengan korosi optimum digunakan sebagai pH acuan untuk menentukan temperatur optimum.

III.5.4 Optimasi temperatur sistem

Penentuan temperatur optimum dilakukan pada rentang suhu 299 – 339 K. Pengujian dilakukan pada pH optimum dan tanpa inhibitor (blanko) sebanyak 5 kali yaitu pada temperatur 299; 309; 319 ; 329, 339 (K), sehingga diperoleh nilai temperatur optimum untuk korosi baja karbon. Temperatur dan pH optimum dalam mengkorosi baja karon digunakan sebagai acuan pada pengukuran optimasi konsentrasi inhibitor.

III.5.5 Optimasi konsentrasi inhibitor

Penentuan konsentasi optimum inhibisi senyawa inhibitor dilakukan pada pH optimum terkorosi dan temperatur optimum terkorosi. Pangujian optimasi konsentasi senyawa inhibitor dilakukan sebanyak 5 kali, yaitu pada konsentasi senyawa inhibitor 20; 40; 60; 80, 100 (ppm).

III.6 Model rangkaian listrik ekuivalen

Model rangkaian listrik ekuivalen adalah rangkaian yang menggambarkan keadaan listrik antar muka antara logam dengan lingkungan larutan elektrolit. Rangkaian listrik ekuivalen di peroleh dengan memfittingkan kurva pengujian EIS terhadap rangkaian yang telah rancang untuk memperoleh rangkaian yang sesuai dengan keadaan antar muka baja karbon dalam larutan. Kurva pengujian di fitting dengan menggunakan bantuan software ZView dari Scriber Association Inc. Apabila kurva hasil pengujian telah berhimpit, maka rangkaian listrik ekuivalen tersebut mewakili kondisi listrik yang terjadi pada baja karbon dalam larutan.

