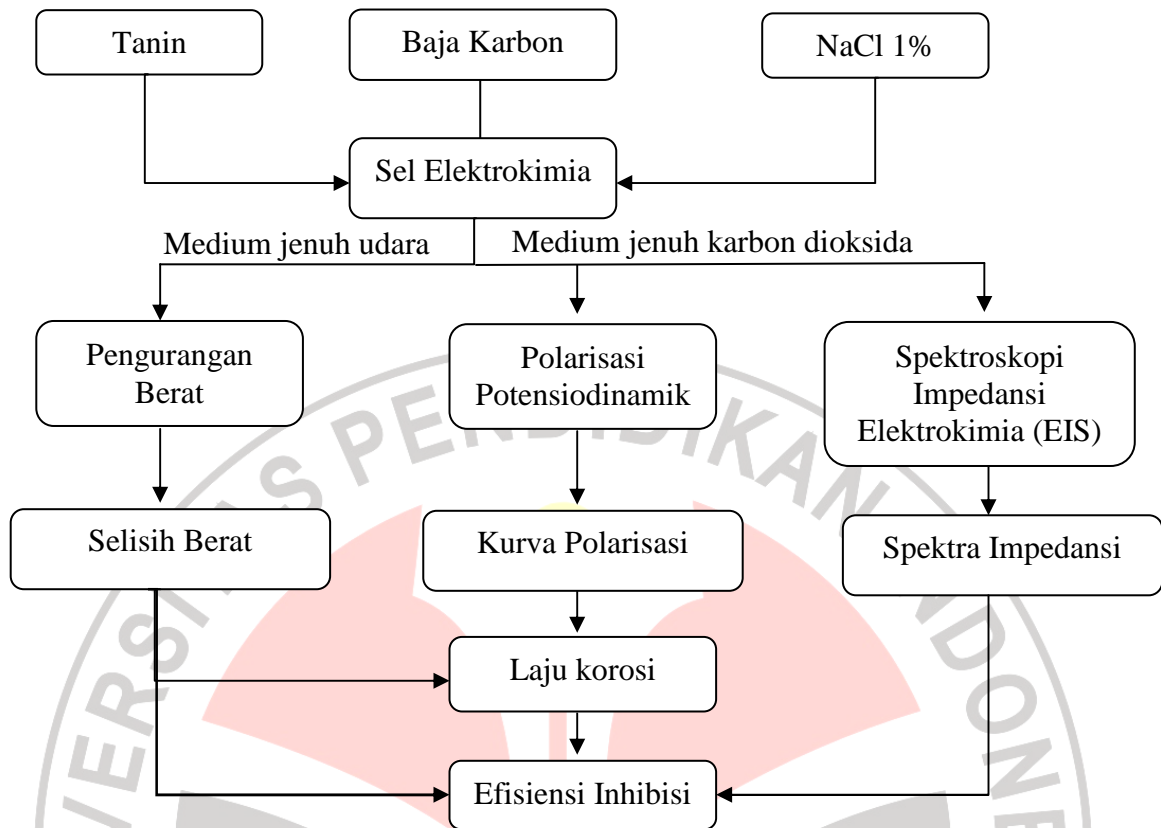


BAB III

METODELOGI PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui potensi tanin sebagai inhibitor korosi pada baja karbon dalam media NaCl jenuh CO₂ dan dalam media NaCl jenuh udara. Untuk mencapai tujuan tersebut dilakukan percobaan meliputi: (1) persiapan alat dan bahan, (2) pengukuran laju korosi baja karbon dalam media uji, dan (3) pengukuran kinerja tanin sebagai inhibitor korosi baja karbon. Metode yang diterapkan dalam penelitian ini adalah metoda kehilangan berat (*weight loss*) untuk mempelajari proses korosi baja karbon dalam media NaCl jenuh udara dan metoda spektrokopi impedansi elektrokimia (EIS) juga polarisasi potensiodinamik (Tafel plot) untuk mempelajari proses korosi baja karbon dalam media NaCl jenuh CO₂. Secara skematik, disain yang dikembangkan dalam penelitian ini ditunjukkan dalam gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan Alur Penelitian

3.2 Lokasi Penelitian

Tahapan persiapan bahan dan uji korosi dengan metode *weight loss* dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kima FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, sedangkan uji korosi dengan metode EIS dan polarisasi potensiodinamik dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika Material (LKFM) Prodi Kimia Institut Teknologi Bandung menggunakan instrumen potensiostat-galvanostat buatan *Radiometry Analytical*

3.3 Persiapan Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan adalah peralatan standar dalam melakukan percobaan kimia. Peralatan tersebut adalah gelas kimia, gelas ukur, batang pengaduk, kaca arloji, labu takar, spatula, dan neraca analitik. Semua peralatan tersebut digunakan untuk pembuatan media uji dan larutan inhibitor. Sedangkan alat yang digunakan untuk uji korosi adalah *magnetic stirrer*, *multy shaker*, gelas kimia, sel tiga elektroda, elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE) dan elektroda bantu (platina), *aerator* sederhana, tabung gas CO₂, dan *potensiostat* buatan *Radiometry*, type PGZ301.

- **Sel elektrokimia**

Sel elektrokimia dibuat dari modifikasi gelas kimia ukuran 100 ml dan 300 ml yang disusun sedemikian rupa seperti tampak pada Gambar 3.2. Gelas kimia berukuran kecil di bagian dalam untuk wadah larutan uji, sedangkan gelas kimia berukuran besar dibagian luar. Ruang antara gelas digunakan untuk sirkulasi air yang berfungsi sebagai termostat. Pada bagian kanan bawah gelas dipasang pipa konektor kaca yang berfungsi untuk mengalirkan gas CO₂. Penutup sel terbuat dari proof karet dengan lima lubang yang masing-masing berfungsi untuk termometer, elektroda kerja, elektroda bantu, elektroda acuan, dan lubang untuk memasukan sampel inhibitor.



Gambar 3.2 Sel elektrokimia yang dipergunakan dalam pengukuran menggunakan metode Tafel dan EIS (data pribadi)

- ***Spesimen uji***

Spesimen logam yang digunakan dalam penelitian ini adalah baja karbon jenis ST37 yang berasal dari bengkel mesin UPI. Spesimen ini dibentuk menyerupai tablet dengan diameter 15 mm dan tebal 5 mm. spesimen ini digunakan untuk pengujian korosi dengan metode *weight loss* Sebelum digunakan sebagai sampel, spesimen dihaluskan dengan ampelas SiC (grade 600 – 1200), dicuci dengan air destilat diikuti dengan aseton, kemudian dikeringkan dan siap digunakan untuk pengujian korosi.

Spesimen kedua dibuat dari baja karbon jenis ST37. Baja karbon ini digunakan untuk pengujian korosi dengan metoda polarisasi potensi dinamik dan spektroskopi impedansi elektrokimia (*electrochemical impedance spectroscopy*, EIS). Baja karbon tersebut dibuat menjadi elektroda kerja yang memiliki permukaan paparan (diameter) 1,5 cm dan bagian lainnya dilapisi menggunakan resin epoksi, seperti tampak pada gambar 3.2. Sebelum dipakai sebagai elektroda kerja, permukaan spesimen dihaluskan dengan amplas silikon karbida (grade 400 – 1200), dicuci dengan air destilat dan aseton, selanjutnya dikeringkan dan elektroda kerja siap dipakai.

3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah baja karbon jenis ST 37, NaCl p.a., Tanin, air destilasi, aseton, gas CO₂, dan asam oksalat. Bahan-bahan tersebut digunakan secara langsung tanpa proses pemurnian.

- **Larutan uji**

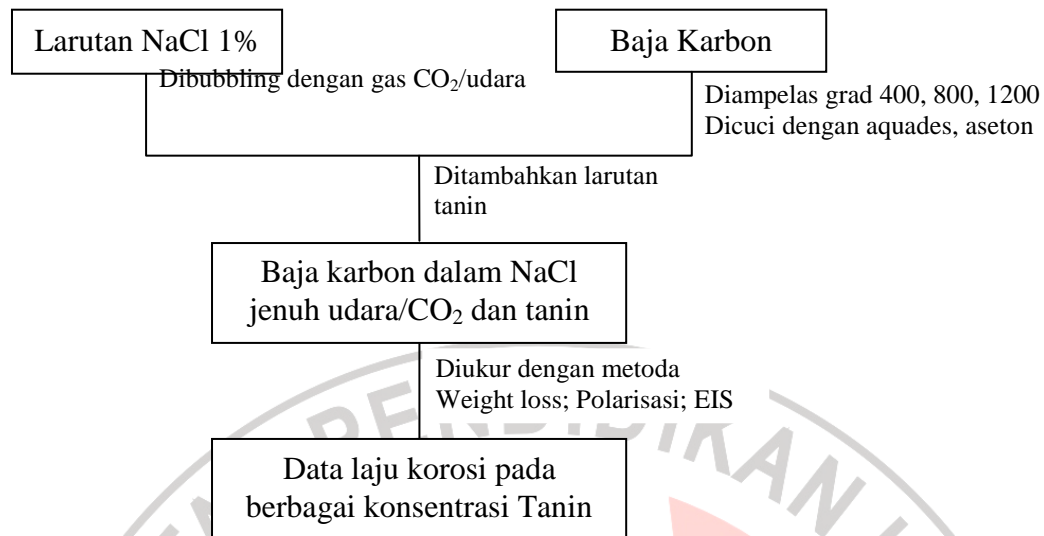
Media yang digunakan untuk uji korosi dalam penelitian ini adalah larutan NaCl 1% dalam air destilat. Larutan dibuat dengan cara melarutkan 10 gram NaCl kualitas p.a ke dalam 1 liter air destilasi pada labu ukur 1 Liter.

- **Larutan inhibitor**

Senyawa yang dijadikan kandidat inhibitor dalam penelitian ini adalah tanin yang diperoleh dari *Fluka*. Larutan tanin dibuat sebagai larutan induk dengan konsentrasi 5000 ppm. Larutan dibuat dengan cara melarutkan serbuk tanin 0,5 gram ke dalam 100 ml aquades pada labu ukur 100 ml.

3.4 Prosedur pengukuran laju korosi/inhibisi

Secara umum prosedur pengukuran laju korosi baja karbon dan kemampuan inhibisi dari senyawa tanin ditunjukkan dalam diagram alur berikut:



Gambar 3.3 Prosedur Pengukuran Korosi

3.4.1 Prosedur Pengukuran Kehilangan Berat

Dalam metoda ini, ke dalam enam buah gelas kimia 200 ml dimasukkan media uji masing-masing 100 ml. Larutan inhibitor yang telah dibuat dengan variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm ditambahkan ke dalam masing-masing media, kecuali satu media dijadikan blanko. Selanjutnya ke dalam masing-masing media dialirkan udara secara *bubling* menggunakan *aerator* sederhana. Sampel baja karbon ditimbang (berat awal), kemudian dimasukan ke dalam medium yang sudah jenuh udara dengan cara digantung menggunakan benang dan dikocok menggunakan *multy shacker*. Setelah waktu tertentu, sampel baja karbon dikeluarkan dan dicuci dengan asam oksalat 0,1 M hingga bebas dari karat dan dibersihkan dengan aquades diikuti aseton. Setelah kering sampel ditimbang lagi (berat akhir). Kemudian berat yang hilang dihitung, selisih berat baja karbon merupakan indikator adanya korosi baja karbon.

3.4.2 Prosedur Pengukuran Polarisasi dan EIS

Prosedur pengukuran korosi baja karbon dalam media uji, baik dengan adanya inhibitor maupun tanpa inhibitor, dengan menggunakan metode polarisasi potensiodinamik dan EIS adalah sebagai berikut:

Ke dalam sel elektrokimia dituangkan 100 ml larutan uji, dialiri gas CO₂ secara terus menerus pada tekanan 0,25 atm dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada kecepatan 400 rpm. Elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE) dan elektroda bantu (elektroda platina) dicelupkan ke dalam medium dengan jarak antarmuka antara elektroda kerja dan elektroda bantu adalah $1,0 \pm 0,2$ cm. Ketiga elektroda tersebut dihubungkan dengan Potensiostat galvanostat buatan *Radiometer*[®] (*Tacussel-Radiometer, Voltalab PGZ 301*). Prinsip kerja potensiostat yaitu pasangan elektroda kerja dan elektroda acuan mengukur potensial sel, pada saat bersamaan elektroda kerja dan elektroda bantu mengukur arus korosi. Data luaran hasil pengukuran berupa analog, diubah ke dalam bentuk digital melalui interface dan diproses oleh komputer menggunakan program *Voltalabmaster 4 version 2,1,20034,2*. (Yayan, 2008)

Sebelum dilakukan pengukuran, sel elektrokimia dibiarkan beberapa lama agar antaraksi antarmuka baja karbon dan larutan uji mencapai keadaan mantap (*steady state*). Tercapainya keadaan mantap ini ditunjukkan oleh nilai *open circuit potential (OCP)* yang menyatakan hubungan potensial sel sebagai fungsi waktu relatif konstan. Jika nilai potensial sel telah menunjukkan harga yang relatif konstan, selisihnya $< 0,1$ mV/menit (Yayan, 2008), maka potensiostat dapat digunakan untuk pengukuran proses korosi/inhibisi.

3.4.2.1 Parameter pengukuran pada polarisasi

Hasil pengukuran polarisasi berupa kurva polarisasi yang menyatakan hubungan potensial dan arus setiap saat. Selanjutnya kurva tersebut diekstrapolasi dengan teknik Tafel untuk memperoleh besaran-besaran yang berkaitan dengan korosi atau inhibisi baja karbon, yaitu potensial korosi (E_{kor}), tahanan polarisasi (R_p), dan kemiringan Tafel anodik (β_a) dan Tafel katodik (β_c). Rapat arus korosi (I_{kor}) diperoleh melalui Persamaan (2.3) dan laju korosi/inhibisi dihitung berdasarkan nilai I_{kor} melalui Persamaan (2.4).

3.4.2.2 Parameter Pengukuran Pada EIS

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 kapasitas rangkap listrik (C_{dl}).

Besaran-besaran yang diperoleh dari pengukuran EIS dapat digunakan untuk meramalkan mekanisme antaraksi antarmuka antara logam dengan larutan. Mekanisme tersebut diperoleh melalui simulasi model rangkain listrik ekuivalen menggunakan program komputer *Zview*.

3.5 Penentuan Efisiensi Inhibisi Korosi

Efisiensi tanin sebagai inhibitor korosi dinyatakan dengan persen efisiensi inhibisi (%IE). Nilai efisiensi ini dapat diperoleh dari ketiga metode diatas, yaitu metode weight loss, dan metode EIS.

Pada metode *weight loss* efisiensi diperoleh dari hasil pengukuran kehilangan berat baja karbon baik setelah maupun sebelum ditambahkan inhibitor melalui persamaan berikut :

$$\%EI = \left(1 - \frac{Wt (inh)}{Wt (0)} \right) \times 100\%$$

Pada metode Spektroskopi Impedansi Elektrokimia (EIS) efisiensi diperoleh melalui persamaan berikut:

$$\%EI = \left(1 - \frac{R_{ct}^0}{R_{ct}^{inh}} \right) \times 100\%$$