

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Februari sampai dengan bulan Juni 2014 di Laboratorium Kimia Instrumen, Laboratorium Kimia Riset Material dan Hayati Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia serta di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

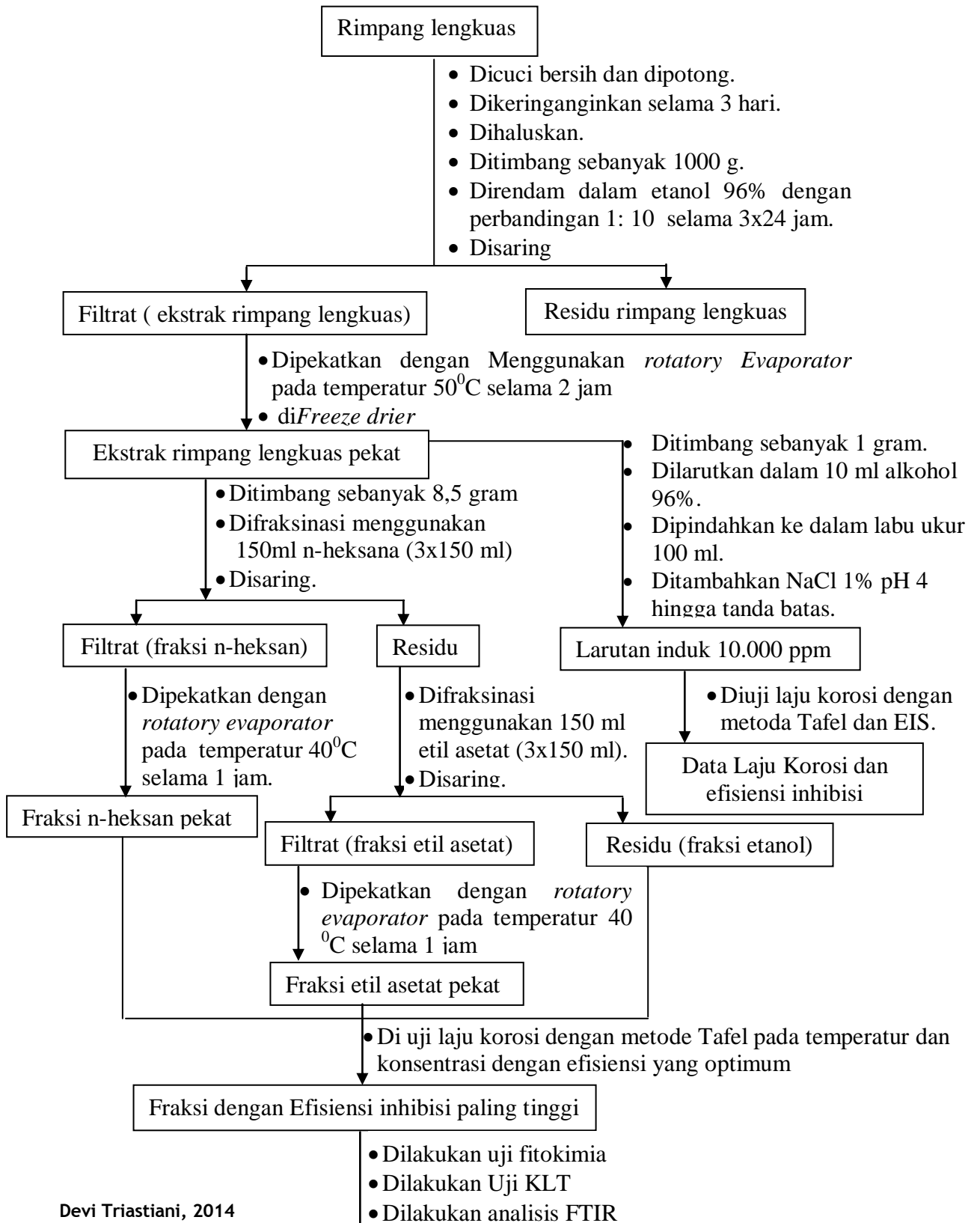
Alat yang digunakan yaitu parutan, toples besar, spatula, batang pengaduk, kaca arloji, labu Erlenmeyer berpenghisap, corong *Buchner*, labu ukur 10 ml, labu ukur 1L, gelas kimia 100 ml, gelas kimia 250 ml, gelas kimia 500 ml, gelas ukur 10 ml, gelas ukur 100 ml, gelas ukur 200 ml, pipet, kertas saring, vakum, neraca analitik, *vacum rotatory evaporator*, *magnetic stirrer*, *stirrer*, benang *Chamber* KLT, botol vial, FTIR, sel elektrokimia dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

3.2.2. Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah rimpang lengkuas yang berasal dari pasar Kiara Condong, Bandung, dengan warna kulit merah. Bahan lainnya yang digunakan adalah etanol 96%, n-heksan, etil asetat, metanol, diklorometil, asam asetat 98%, natrium asetat, NaCl, aseton, aquades, serbuk Mg, HCl pekat, FeCl₃ 1%, asam asetat glasial, asam sulfat pekat, lempeng kromatografi lapis tipis (KLT) dan baja karbon API 5L X56.

3.3. Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap yaitu tahap preparasi sampel rimpang lengkuas meliputi penyortiran rimpang lengkuas, peranjangan rimpang lengkuas, penjemuran rimpang lengkuas, tahap ekstraksi rimpang lengkuas dengan cara maserasi, tahap fraksinasi ekstrak rimpang lengkuas, tahap pengukuran potensi rimpang lengkuas sebagai inhibitor korosi dalam larutan NaCl 1% pH 4 jenuh CO₂ menggunakan metode EIS dan Tafel, dan tahap karakterisasi baja karbon dengan menggunakan SEM dan EDS serta tahap penelitian yang terakhir adalah identifikasi golongan senyawa pada fraksi rimpang lengkuas yang meliputi uji KLT, uji fitokimia, dan analisis FTIR. Bagan alir penelitian dapat dilihat pada gambar 3.1.



Fraksi yang telah diketahui golongan senyawanya

Gambar 3.1. Bagan Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Persiapan Sampel Rimpang lengkuas

Rimpang lengkuas segar dicuci bersih dengan menggunakan air kemudian diiris tipis. Selanjutnya irisan rimpang lengkuas tersebut dikeringanginkan selama 3 hari. Pengeringanginan dilakukan didalam wadah, irisan rimpang dihamparkan merata dan tidak saling menumpuk. Selama pengeringanginan bahan dibolak balik setiap hari agar pengeringan merata.

3.4.2 Ekstraksi Rimpang Lengkuas

Ekstraksi rimpang lengkuas dilakukan menggunakan metode menurut Oonmetta-aree, dkk (2006) yaitu satu kilogram rimpang lengkuas kering yang telah dihaluskan dimaserasi dengan 10 liter pelarut etanol 96% yang telah didestilasi terlebih dahulu. Proses maserasi ini dilakukan selama 3 x 24 jam. Selanjutnya ekstrak yang diperoleh disaring dan dipekatkan dengan menggunakan *rotatory vacuum evaporator* pada tempertur 323 K sehingga didapat cairan kental berwarna coklat. Untuk mendapatkan hasil ekstraksi berupa padatan maka ekstrak dikeringkan menggunakan *freeze drier*. Ekstrak rimpang lengkuas padat kemudian ditimbang.

3.4.3 Fraksinasi Ekstrak Rimpang Lengkuas

Fraksinasi dilakukan dengan cara 8,5 gram ekstrak rimpang lengkuas, ditambahkan 150 ml pelarut n-heksana yang telah didestilasi. Selanjutnya diaduk menggunakan *strirrer* dan dipanaskan pada temperatur 318 K selama 6 jam. Setelah didiamkan selama 24 jam kemudian disaring. Residu yang diperoleh difraksinasi kembali dengan 150 ml n-heksan dan proses ini dilakukan sebanyak

tiga kali. Sedangkan filtrat yang dihasilkan, dipekatkan dengan menggunakan *rotatory vacuum evaporator* sehingga didapat ekstrak berupa cairan kental.

Selanjutnya, residu yang telah difraksinasi dengan pelarut n-heksan, ditambahkan pelarut etil asetat sebanyak 150 ml. Campuran diaduk dengan menggunakan *strirrer* dan dipanaskan pada temperatur 328 K selama 6 jam. Setelah didiamkan selama 24 jam kemudian disaring. Residu yang diperoleh difraksinasi kembali dengan 150 ml etil asetat dan proses ini dilakukan sebanyak tiga kali. Setelah tiga kali fraksinasi, didapatkan residu yang merupakan fraksi etanol, disebabkan rimpang lengkuas awalnya diekstraksi dengan menggunakan pelarut etanol. Sedangkan filtrat yang dihasilkan, dipekatkan dengan menggunakan *rotatory vacuum evaporator* sehingga didapat ekstrak berupa cairan kental.

3.4.4 Persiapan Sampel Uji Korosi

3.4.4.1 Persiapan Material

Sampel uji (elektroda kerja) dibuat dari baja karbon API 5L X65. Elektroda ini dibuat dengan memotong baja karbon, dibubut untuk memperoleh diameter 1,5 cm², kemudian dilapisi dengan resin epoksi. Sebelum digunakan untuk pengujian, permukaan elektroda dihaluskan dengan kertas ampelas silikon karbida (*grade* 600-1200), dicuci dengan aquades dan aseton agar dipastikan tidak ada lemak yang menempel, selanjutnya dikeringkan pada temperatur kamar.

3.4.4.2 Pembuatan Larutan Uji dan Larutan Induk

Larutan uji yang digunakan untuk pegujian laju korosi berupa buffer pH 4 dengan penambahan NaCl 1 %. Larutan uji dibuat dengan melarutkan 8,2 gram natrium asetat dan 5 ml asam asetat pekat dalam 1 L aquades. Serta, melarutkan 10 g NaCl dalam 1 L aquades.

Larutan induk yang digunakan untuk inhibitor korosi, dibuat dalam konsentrasi 10.000 ppm dengan melarutkan ekstrak rimpang lengkuas sebanyak 1

gram ke dalam 10 ml etanol kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan NaCl 1% pH 4 hingga tanda batas.

Sedangkan larutan induk fraksi n-heksan, etil asetat, etanol dibuat dalam konsentrasi 10.000 ppm dengan melarutkan masing – masing fraksi sebanyak 0,1 gram ke dalam 1 ml n-heksan, etil asetat dan/ atau etanol kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 10 ml dan ditambahkan NaCl 1% pH 4 hingga tanda batas. Larutan induk fraksi digunakan untuk mengetahui kepolaran senyawa yang memiliki efisiensi inhibisi paling tinggi terhadap korosi baja karbon.

3.4.4.3 Persiapan Sel Elektrokimia

Sel elektrokimia dibuat dari gelas kimia dengan ukuran bagian dalam ± 100 ml dan bagian luar ± 300 ml. Ruang antar gelas digunakan untuk sirkulasi air melalui pipa yang dipasang pada bagian atas dan bawah. Sirkulasi ini berfungsi sebagai termostat. Pada bagian kiri bawah terdapat konektor kaca untuk mengalirkan gas. Selain itu, penutup sel elektrokimia dibuat dari karet dengan empat buah lubang, masing – masing berfungsi untuk menyisipkan elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE), elektroda bantu (platina), dan termometer.

Pada pengujian korosi, elektroda kerja (baja karbon) dipasang pada sel elektrokimia berhadapan – hadapan dengan elektroda bantu (platina) berjarak $\pm 2,5$ cm satu sama lain, sedangkan elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE) pada posisi sembarang. Selanjutnya, larutan uji sebanyak 100 ml dituangkan ke dalam sel elektrokimia, dialiri gas CO_2 secara terus menerus (*bubbling*), dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*.



Gambar 3.2. Sel Elektrokimia yang Digunakan Dalam Metode Tafel dan EIS

3.4.5 Pengujian Laju Korosi

Pengujian laju korosi dilakukan menggunakan *Gamry Instruments (Reference 3000, Potentiostat/Galvanostat/ ZRA)* dengan menggunakan perangkat lunak *Gamry Framework*.

Sebelum dilakukan pengujian, elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE), dan elektroda bantu (platina) yang direndam dalam larutan uji, selama 25 menit agar antaraksi antarmuka baja karbon dengan larutan uji mencapai keadaan mantap (*Steady State*).

Pengujian laju korosi dilakukan pada temperatur 298K, 308 K, dan 318 K dengan variasi konsentrasi dari 40 ppm, dengan rentang 40 satuan. Pengujian ini dilakukan secara *discontinue*. Sel elektrokimia di set setiap kali pengukuran larutan blanko pada masing-masing temperatur dilakukan terlebih dahulu, kemudian dilanjutkan dengan penambahan inhibitor. Setelah selesai pengukuran, sel harus dibersihkan terlebih dahulu kemudian diset ulang untuk pengujian selanjutnya.

3.4.5.1 Uji Polarisasi dengan Metode Tafel

Sebelum Pengujian laju korosi dengan metode tafel, alat *potensiostat disetting* terlebih dahulu diantaranya potensial DC yang diterapkan sebesar ± 75 mV relatif terhadap nilai potensial korosi. Kurva polarisasi potensiodinamik dipindai dengan laju sapuan konstan pada 0,5 mV/s (ASTM G5, dalam Sunarya, 2008). Setelah keadaan mantap (*steady state*) dilakukan pengujian dengan Tafel dan data dianalisis dengan menggunakan software *Gamry Echem* untuk mendapatkan laju korosi dari sampel uji.

3.4.5.2 Uji Impedansi dengan Metode EIS

Sebelum pengukuran impedansi dan kapasitansi dilakukan dengan metode *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS), terlebih dahulu alat *potensiostat disetting* diantaranya nilai potensial DC yang diterapkan 'free', nilai potensial AC yang diterapkan sebesar 10 mV, rentang frekuensi yang diterapkan mulai dari 50 kHz hingga 50 mHz, luas permukaan sampel yang digunakan 1,13 cm², *density* sebesar 7,87 g/cm³ serta laju sapuan konstan pada 0,5 mV/s.

3.4.6 Analisa *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS)

Untuk mengetahui struktur dalam skala mikro dan mengetahui unsur – unsur yang terkandung pada baja karbon tanpa dan dengan penambahan inhibitor korosi kedalam media uji dapat dilakukan analisis dengan SEM dan EDS. Baja karbon yang akan diuji SEM dan EDS berukuran 1 x 1 x 0,05 cm. Baja karbon tersebut direndaman dalam media uji tanpa dan dengan penambahan fraksi ekstrak rimpang lengkuas yang memiliki inhibisi paling tinggi selama 24 jam pada temperatur yang memiliki efisiensi paling tinggi. Baja karbon dianalisis permukaannya dengan perbesaran 10.000 kali.

3.4.7 Uji Fitokimia

Uji fitokimia dilakukan menggunakan metode menurut Sangi, dkk (2008). Fraksi rimpang lengkuas yang memiliki efisiensi inhibisi paling tinggi terhadap korosi baja karbon, diidentifikasi komponen fitokimianya dengan metode pereaksi warna, bertujuan untuk mengetahui golongan senyawa metabolit sekunder secara kualitatif yang terdapat pada ekstrak rimpang lengkuas. Uji fitokimia meliputi uji alkaloid, flavonoid, saponin, tanin, steroid dan triterpenoid.

3.4.7.1 Uji Alkaloid

Uji alkaloid dilakukan dengan menggunakan pereaksi Wagner yang dibuat dengan cara 1,27 g iodium dan 2 g KI dilarutkan dalam 5 ml aquades. Kemudian larutan ini diencerkan menjadi 100 ml dengan aquades. Endapan yang terbentuk disaring dan disimpan dalam botol yang berwarna coklat.

Sebanyak 5 tetes kloroform dimasukkan kedalam tabung reaksi yang berisi 1 ml ekstrak rimpang lengkuas. Selanjutnya ditambahkan beberapa tetes pereaksi Wagner. Hasil positif terhadap alkaloid ditunjukkan dengan timbulnya endapan coklat.

3.4.7.2 Uji Flavonoid

Uji flavonoid dilakukan dengan cara 1 ml ekstrak rimpang lengkuas pada tabung reaksi ditambakan 1 gram serbuk Mg dan 10 ml HCl pekat. Campuran didiamkan dan diamati. Hasil positif terhadap flavonoid ditunjukkan dengan timbulnya warna merah tua (magenta).

3.4.7.3 Uji Saponin

Uji saponin dilakukan dengan cara 1 ml ekstrak rimpang lengkuas dimasukkan kedalam tabung reaksi, ditambahkan 3 ml aquades dan dididihkan selama 2-3 menit. Selanjutnya campuran didinginkan dan dikocok kuat – kuat. Hasil positif terhadap saponin ditunjukkan dengan terbentuknya buih yang stabil.

3.4.7.4 Uji Tanin

Uji tanin dilakukan dengan cara 1 ml ekstrak rimpang lengkuas dimasukkan kedalam tabung reaksi, ditambahkan 2-3 tetes larutan FeCl_3 1%. Hasil positif terhadap tanin ditunjukkan dengan terbentuknya warna hitam kebiruan atau hijau.

3.4.7.5 Uji Steroid dan Triterpenoid

Uji steroid dan terpenoid dilakukan dengan cara 1 ml ekstrak rimpang lengkuas dimasukkan kedalam tabung reaksi kemudian ditambahkan 1 ml asam asetat glasial dan 1 ml asam sulfat pekat. Hasil positif terhadap steroid ditunjukkan dengan terbentuknya warna biru, sedangkan adanya triterpenoid ditunjukkan dengan terbentuknya warna merah jingga atau ungu.

3.4.8 Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Fraksi ekstrak rimpang lengkuas yang memiliki efisiensi inhibisi yang paling tinggi terhadap korosi baja karbon dianalisis dengan menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT). Uji ini bertujuan untuk memisahkan komponen senyawa yang terdapat dalam fraksi berdasarkan kelarutan dalam fasa gerakannya. Banyaknya komponen senyawa pada fraksi ditunjukkan oleh banyaknya bercak pada lempeng KLT. Uji KLT dilakukan dengan cara fraksi rimpang lengkuas ditotolkan dengan pipa kapiler pada lempeng KLT lalu diekspansi dengan cairan eluen n-heksan : etil asetat : metanol (5: 5: 0,5) dan diklorometana : metanol (9: 1). Setelah cairan eluen mencapai batas rambat, lempeng dikeluarkan dan dikeringkan lalu bercak dilihat dibawah sinar UV.

3.4.9 Analisa FTIR

Fraksi ekstrak rimpang lengkuas yang memiliki efisiensi inhibisi yang paling tinggi terhadap korosi baja karbon dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer FTIR (SHIMADZU, FTIR 8400) untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada fraksi tersebut.