

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Mei hingga November 2013 di Laboratorium Kimia Riset Makanan dan Material Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Pengujian FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Pengujian korosi dengan metode EIS dan metode Tafel dilakukan di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FPMIPA Institut Teknologi Bandung.

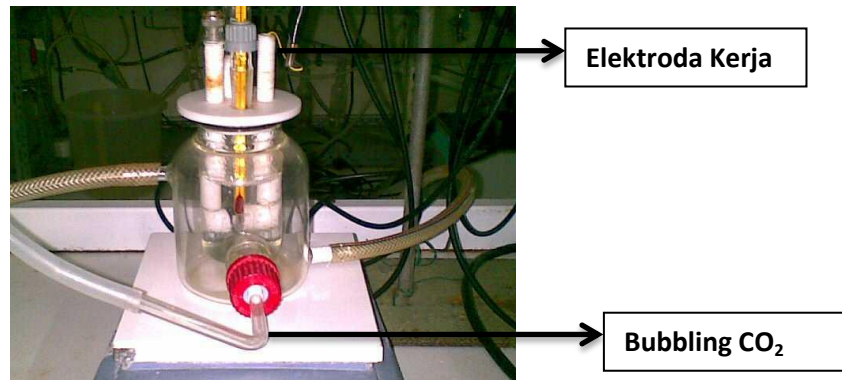
3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah *blender*, kaca arloji, spatula, gelas kimia, gelas ukur, erlenmeyer berpenghisap, corong *buchner*, set alat soxhlet, *hotplate*, batu didih, penangas air neraca analitik, gelas kimia 1 L, gelas kimia 250 mL, gelas ukur 50 mL, gelas ukur 10 mL, botol vial, kertas saring, batang pengaduk, set alat evaporator (*Buchi oilbath B-485*), *chamber*, plat KLT, set alat spektrofotometer FTIR (*Shimadzu, FTIR-8400*) dan oven.

Peralatan yang digunakan untuk pengujian laju korosi dan efisiensi inhibisi ekstrak cabe jawa adalah sel elektrokimia yang dihubungkan dengan potensiostat produksi *Radiometer*[®] (*Tacussel_-Radiometer, Voltalab PGZ 301*) yang terdapat di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FPMIPA ITB. Sel elektrokimia dibuat dari gelas *pyrex* ukuran volume 300 mL, seperti pada gambar 3.1. Gelas kimia berukuran kecil di bagian dalam untuk wadah larutan sedangkan yang besar di bagian luar. Ruang antar gelas digunakan untuk sirkulasi air yang berfungsi sebagai thermostat. Pada bagian kiri atas dan kanan bawah dipasang selang sebagai masuk dan keluarnya air yang digunakan untuk pemanas air. Pada pipa

depan sebagai masuknya CO₂ sebagai bubbling secara kontinyu. Penutup sel dibuat dari proof karet dengan empat buah lubang, masing-masing untuk menyisipkan termometer, elektroda kerja, elektroda bantu (Pt) dan elektroda pembanding (kalomel), serta masukan sampel inhibitor.



Gambar 3.1 Sel Elektrokimia yang dipergunakan dalam Pengukuran Metode Tafel dan EIS

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah cabe jawa (*piper retrofractum*), etanol teknis 96% produksi Bratachem, kloroform, aquades, CH₃COOH teknis, Natrium asetat p.a, NaCl, pereaksi Mayer, CH₃COOH glasial, H₂SO₄ pekat, HCl encer, FeCl₃ 5%, dan serbuk Mg.

3.3 Desain Eksperimen

Penelitian ini bertujuan untuk menguji potensi cabe jawa sebagai inhibitor korosi baja karbon dalam medium larutan NaCl 1% pH 4 jenuh CO₂. Tahapan penelitian secara berurutan yaitu ekstraksi cabe jawa dengan metode soxhletisasi dan maserasi menggunakan pelarut etanol, karakterisasi senyawa hasil ekstrak cabe jawa dengan menggunakan FTIR dan KLT, dan pengukuran laju korosi dan efisiensi inhibisi ekstrak cabe jawa pada logam baja karbon dalam medium larutan NaCl 1% pH 4 jenuh CO₂ dengan menggunakan metoda EIS (*Electrochemical*

Impedance Spectroscopy) dan Tafel. Prosedur yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Preparasi alat dan bahan
2. Ekstrak cabe jawa
3. Karakterisasi ekstrak cabe jawa, meliputi :
 - a. Uji KLT
 - b. Uji skrining fitokimia
 - c. Karakterisasi gugus fungsi FTIR
4. Pembuatan larutan induk untuk pengujian korosi logam
5. Penentuan laju korosi baja karbon dalam larutan NaCl 1% jenuh CO₂ dengan pH buffer asetat (pH=4) dengan metode polarisasi (Tafel).
6. Penentuan efisiensi inhibisi dengan metode impedansi (EIS).

Diagram penelitian seperti terlihat pada gambar 3.2

3.4 Prosedur Penelitian dan Karakterisasi

3.4.1 Ekstraksi Cabe Jawa (*Piper Retrofractum*)

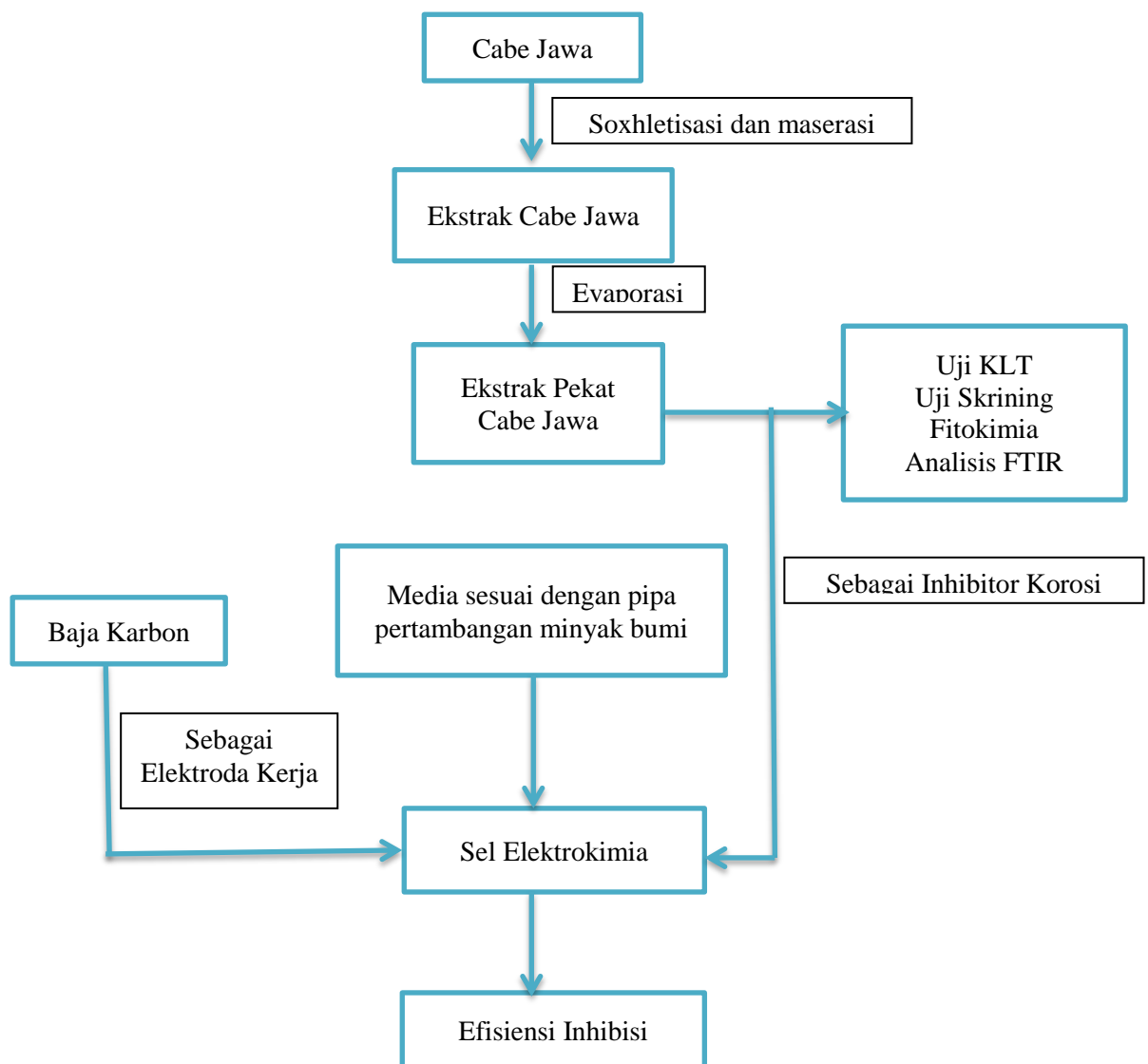
Cabe Jawa kering dicuci bersih dengan air, lalu dijemur di udara terbuka. Cabe jawa kering dihaluskan dengan *blender* hingga menjadi serbuk halus. Ekstraksi cabe jawa dalam penelitian ini dilakukan dengan dua metode yaitu maserasi dan soxhletisasi masing-masing menggunakan pelarut etanol.

3.4.1.1 Ekstraksi Cara Dingin (Maserasi)

Ekstraksi dengan cara dingin atau maserasi didasarkan pada lama waktu perendaman dalam pelarutnya. Pada penelitian ini dilakukan selama 24 jam pada suhu kamar. Pelarut yang digunakan adalah etanol. Hasil ekstraksi kemudian disaring menggunakan corong *Buchner* untuk memisahkan ampas dengan filtrat yang mengandung senyawa yang terlarut pada pelarut. Filtrat kemudian di evaporasi untuk menghasilkan ekstrak pekat. Selanjutnya ekstrak pekat di oven pada suhu ± 60 °C hingga ekstrak berubah menjadi pasta, kemudian ditimbang.

3.4.1.2 Ekstraksi Cara Panas (Soxhletisasi)

Ekstraksi cara panas ini dilakukan sebagai pembanding cara dingin (maserasi). Serbuk cabe jawa yang telah ditimbang kemudian dimasukkan dalam alat soxhlet selama 6 jam (12 kali siklus). Hasil soxhlet didinginkan pada suhu kamar, kemudian dievaporasi untuk menghilangkan pelarut sehingga didapat ekstrak pekat. Selanjutnya di oven hingga menghasilkan pasta dan ditimbang.



Gambar 3.2. Diagram Alir Penelitian

3.4.2 Karakterisasi Hasil Ekstraksi

3.4.2.1 Karakterisasi dengan Analisis KLT dan Analisis FTIR

Pada tahap ini ekstrak cabe jawa produk dari setiap metode dikarakterisasi dengan analisis kromatografi lapis tipis (KLT) dan teknik spektrofotometri Inframerah (FTIR). Metode analisis KLT dilakukan untuk membandingkan banyaknya komponen yang terekstrak dengan metode maserasi dan metode soxhlet menggunakan etanol. Sedangkan analisis FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang menyusun senyawa yang terkandung dalam ekstrak cabe jawa dengan menggunakan instrument FTIR (Shimadzu, FTIR-8400) di Laboratorium Kimia Fisik dan Analitik FPMIPA UPI.

3.4.2.2 Karakterisasi dengan Skrining Fitokimia

Uji skrining fitokimia yang bertujuan untuk mengetahui atau mengidentifikasi adanya senyawa metabolit sekunder dalam cabe jawa seperti alkaloid, terpenoid, flavonoid, tanin, steorid, dan saponin.

Prosedur kerja yang dilakukan sebagai berikut :

1. Pemeriksaan Alkaloid

Pemeriksaan alkaloid dilakukan dengan mereaksikan ekstrak sebanyak 1 mL ditambahkan dengan 5 tetes kloroform dan beberapa tetes pereaksi Mayer. Adanya alkaloid ditunjukkan dengan terbentuknya endapan putih.

2. Pemeriksaan Terpenoid dan Steroid

Pemeriksaan terpenoid dan steroid dilakukan dengan mereaksikan ekstrak sebanyak 1 mL dengan 1 mL CH_3COOH glacial dan 1 mL H_2SO_4 pekat. Adanya terpenoid ditunjukkan dengan timbulnya warna merah sedangkan adanya steroid ditunjukkan dengan timbulnya warna biru atau ungu.

3. Pemeriksaan Saponin

Pemeriksaan saponin dilakukan dengan mereaksikan ekstrak sebanyak 2 mL dengan aquadest ke dalam tabung reaksi lalu dikocok dengan kuat selama 10 menit. Adanya saponin ditunjukkan dengan terbentuknya buih atau busa.

4. Pemeriksaan Tanin

Pemeriksaan tannin dilakukan dengan mereaksikan ekstrak sebanyak 1 mL dengan beberapa tetes FeCl_3 1%. Adanya tanin ditunjukkan dengan timbulnya warna biru tua.

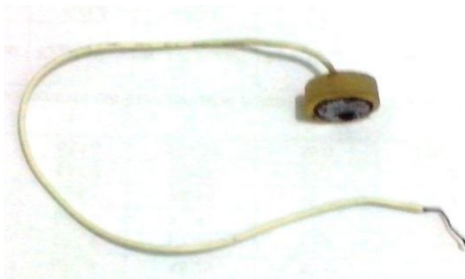
5. Pemeriksaan Flavonoid

Pemeriksaan flavonoid dilakukan dengan mereaksikan ekstrak sebanyak 1 mL dengan 1 gram serbuk Mg dan 190 mL HCl pekat. Adanya flavonoid ditunjukkan dengan timbulnya warna kuning.

3.5 Prosedur Pengukuran Laju Korosi dan Efisiensi Inhibisi

3.5.1 Preparasi Elektroda

Elektroda yang digunakan menggunakan tiga sel elektroda, elektroda Pt dan elektroda kalomel sudah tersedia di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FPMIPA ITB, sedangkan elektroda kerja yang diuji dibuat dari baja karbon API-5L yang merupakan sampel dari PT. Total Indonesia. Elektroda dibuat dengan memotong baja karbon dengan diameter 1,5 cm yang kemudian direkatkan dengan resin epoksi hasilnya seperti gambar 3.2. Sebelum digunakan sebagai elektroda kerja, permukaan baja dihaluskan dengan kertas ampelas silikon karbida (*grade* 600-1200) dan dibilas dengan air bidestilat dan kemudian aseton agar dipastikan tidak ada lagi lemak, dan selanjutnya dikeringkan pada suhu kamar.



Gambar 3.3 Elektroda Kerja (Baja Karbon)

3.5.2 Pembuatan Larutan Inhibitor dan Larutan Medium Korosi

a. Larutan Medium korosi

Larutan medium korosi dibuat dengan melarutkan 13,608 gram natrium asetat dengan 5 mL CH_3COOH hingga $\text{pH} = 4$ dan penambahan 10 gram NaCl dibuat sebanyak 2 liter larutan.

b. Larutan Inhibitor Korosi

Larutan inhibitor korosi, 10.000ppm dibuat sebanyak satu gram pasta cabe jawa dilarutkan dengan 100 mL larutan medium korosi.

3.5.3 Penentuan Laju Korosi dengan Metode Polarisasi (Tafel)

Untuk menentukan laju korosi dalam medium korosi dilakukan pengukuran dengan metode polarisasi (Tafel). Pengukuran laju korosi dilakukan dalam sel elektrokimia dituangkan 100 mL larutan medium korosi, dialiri gas CO_2 secara terus menerus dan diaduk dengan menggunakan *magnet stirrer*. Elektroda kerja (baja karbon), elektoda acuan (elektroda kalomel), dan elektroda bantu (Pt) direndam dalam medium korosi. Ketiga elektroda tersebut dihubungkan dengan potensiostat dan dibiarkan beberapa menit hingga mencapai keadaan mantap. Data luaran dari metode ini adalah kurva polarisasi. Kurva tersebut diekstrapolasi dengan metode tafel untuk memperoleh besaran-besaran yang berkaitan dengan korosi baja karbon, yaitu potensial korosi, E_{kor} , tahanan polarisasi, R_p , dan kemiringan Tafel anodik, β_a , dan Tafel katodik, β_c . Kerapatan arus korosi, I_{kor} dan laju korosi, V_{kor} dari persamaan pada 2.7.2.

Pengukuran diterapkan dengan potensial DC sebesar -75 mV hingga 75 mV dengan laju sapuan (*scanning rate*) pemindaian kurva polarisasi konstan pada $5 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$. Untuk menentukan pengaruh konsentrasi diamati dengan memvariasikan konsentrasi ekstrak etanol cabe jawa yaitu 40ppm, 60ppm, 80ppm, 100ppm, 150ppm, dan 250ppm. Pengaruh temperatur terhadap laju korosi diamati dengan memvariasikan temperatur medium korosi pada 25°C , 35°C , 45°C , dan 55°C secara diskontinyu tanpa inhibitor dan dengan penambahan variasi konsentrasi inhibitor.

3.5.4 Penentuan Efisiensi Inhibisi dengan Metode Impedansi (EIS)

Prosedur untuk pengukuran impedansi pada penentuan efisiensi inhibisi tidak berbeda dengan metode polarisasi pada penentuan laju korosi dalam prosedur umum yang diuraikan di atas. Akan tetapi terdapat perbedaan pada nilai potensial DC yang diterapkan 'free', nilai frekuensi yang diterapkan mulai dari 10 kHz hingga 100 mHz, hingga tercapai keadaan mantap (*steady state*) dilakukan pengukuran korosi baja karbon dengan metode impedansi (EIS) dan diolah dengan program Voltmaster-4. Data luaran metode ini adalah kurva spektra impedansi untuk memperoleh besaran-besaran berkaitan dengan sifat listrik antarmuka, yaitu tahanan larutan (R_s), tahanan transfer muatan (R_{ct}), dan kapasitansi lapis rangkap listrik (C_{dl}). Variasi konsentrasi pada metode impedansi (EIS) digunakan untuk mengetahui konsentrasi optimum inhibitor yang dalam sistem korosi pada setiap suhu yang mempunyai efisiensi inhibisi paling besar.

Efisiensi inhibisi dinyatakan dengan persen efisiensi inhibisi (%EI). Nilai %EI dapat ditentukan dari nilai tahanan transfer muatan (R_{ct}) hasil pengukuran EIS. Berdasarkan hasil pengukuran EIS, %EI ditentukan melalui persamaan :

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

Dengan R_{ct}^0 dan R_{ct}^{inh} berturut-turut adalah tahanan transfer muatan tanpa inhibitor dan dengan inhibitor.