

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian**

Penelitian ini dilakukan selama bulan februari sampai juni 2014 di Laboratorium Kimia Material dan Hayati FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia serta dilakukan di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Peralatan yang digunakan untuk proses ekstraksi umbi bawang merah baik menggunakan teknik maserasi maupun soxhletasi adalah blender, kaca arloji, spatula, batang pengaduk, gelas kimia, gelas ukur, termometer, erlenmeyer berpenghisap, corong *buchner*, set alat soxhlet, *hotplate*, *magnetic stirrer*, *heating mantel*, penangas air, batu didih, kertas saring, neraca analitik, tabung reaksi, *chamber*, botol vial, set alat *rotary evaporator*, *freeze dryer*, set alat spektrofotometer FTIR, sel elektrokimia, *Gamry Instrument* dan set alat SEM-EDS.

##### **3.2.2 Bahan**

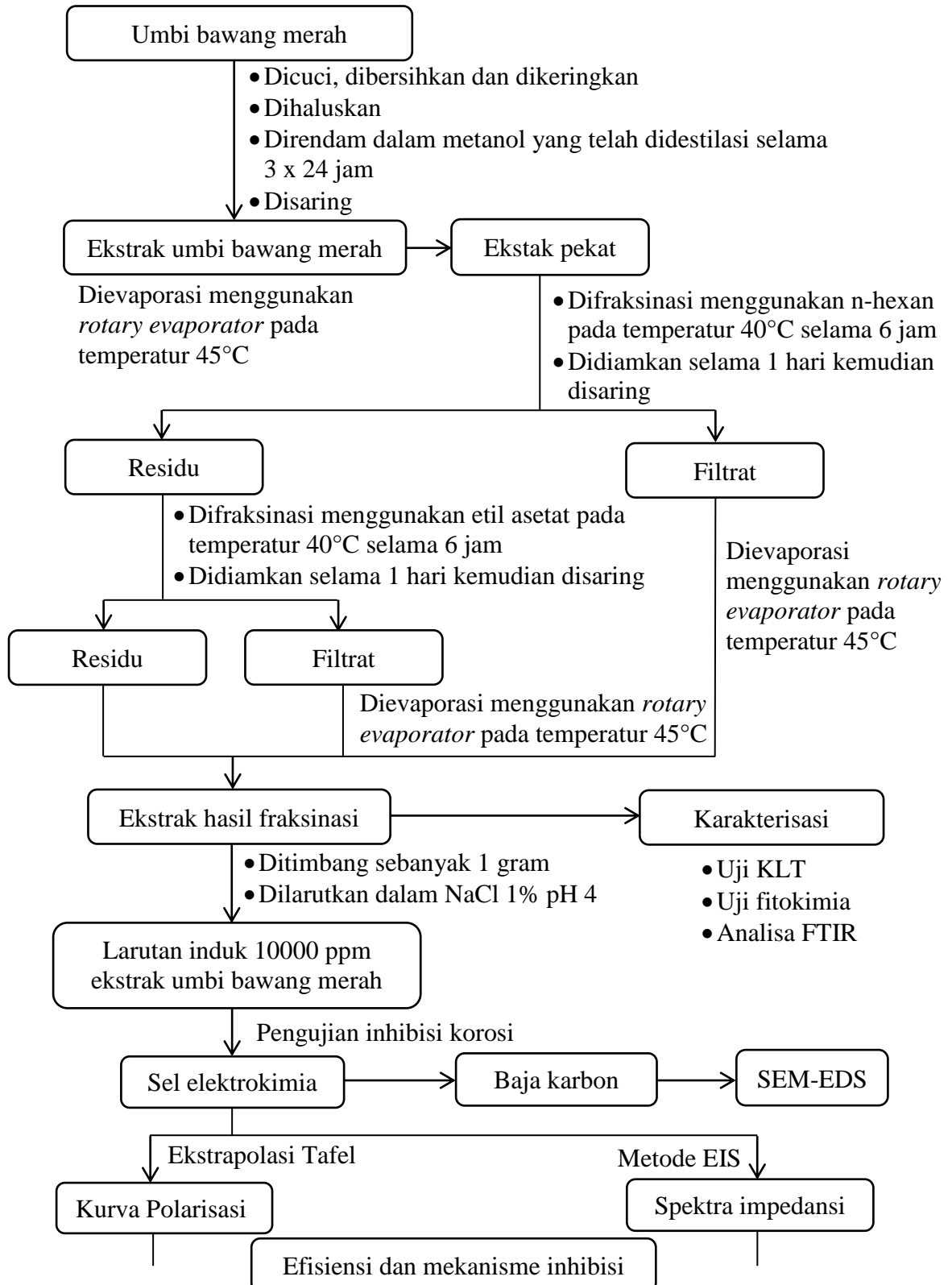
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu umbi bawang merah (*Allium cepa*), metanol teknis, aquades, n-hexan, etil asetat, asam asetat 98%, natrium asetat, natrium klorida, aseton, HCl 2 M, NaOH 2 M, serbuk Mg, padatan KI, asam asetat glasial, HCl pekat, FeCl<sub>3</sub> 1%, kloroform, pereaksi Mayer, pereaksi Wagner, lempeng kromatografi lapis tipis (KLT) dan baja karbon API 5L- X56.

### 3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian yang dilakukan dimaksudkan untuk mengetahui efisiensi dan mekanisme inhibisi dari ekstrak umbi bawang merah pada baja karbon dalam media uji sesuai kondisi pipa pertambangan minyak bumi, yaitu NaCl 1% pH 4 jenuh CO<sub>2</sub>. Secara keseluruhan, prosedur penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Persiapan alat dan bahan.
2. Ekstraksi umbi bawang merah menggunakan teknik soxhletasi dan maserasi.
3. Karakterisasi senyawa hasil ekstraksi, menggunakan:
  - Uji KLT
  - Uji fitokimia
  - FTIR
4. Pengukuran efisiensi dan mekanisme inhibisi ekstrak umbi bawang merah menggunakan metode EIS dan Tafel.
5. Karakterisasi morfologi permukaan baja karbon menggunakan SEM-EDS.

Bagan alur penelitian ditunjukkan oleh gambar 3.1:





**Gambar 3.1** Bagan Alur Penelitian

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Persiapan Ekstrak Umbi Bawang Merah**

Umbi bawang merah yang akan digunakan dibersihkan dari kotorannya kemudian dicuci hingga bersih dan keringkan dengan cara di angin-anginkan pada udara terbuka selama 2 hari. Setelah dipastikan sudah kering umbi bawang merah selanjutnya dihaluskan dengan menggunakan blender dan siap untuk diekstraksi.

Proses ekstraksi umbi bawang merah dilakukan dengan dua metode, yaitu menggunakan cara panas (soxhletasi) dan cara dingin (maserasi). Penggunaan dua metode ekstraksi ini dimaksudkan untuk mengetahui baik secara kualitatif maupun kuantitatif jenis ekstraksi mana yang lebih baik digunakan untuk mengekstrak umbi bawang merah.

##### **3.4.1.1 Maserasi**

Ekstraksi dengan metode maserasi menggunakan pelarut metanol yang telah didestilasi. Metanol yang dibutuhkan untuk mengekstrak 511 gram umbi bawang merah yaitu sebanyak 13 L. Proses ekstraksi dengan metode maserasi ini dilakukan dengan cara melarutkan umbi bawang merah dalam pelarut metanol, kemudian didiamkan selama 24 jam. Selanjutnya ekstrak disaring menggunakan corong *buchner* dan dipisahkan dari residunya. Residu hasil ekstrak kemudian diekstraksi kembali dengan metanol baru. Proses ekstraksi dilakukan sebanyak 3 kali. Ekstrak yang didapat dipekatkan menggunakan *rotary evaporator* dan dikeringkan dengan *freeze dryer* sehingga didapatkan ekstrak padat berbentuk serbuk yang sudah terbebas dari pelarutnya.

##### **3.4.1.2 Soxhletasi**

Umbi bawang merah yang telah siap selanjutnya di ekstrak menggunakan set alat soxhlet selama 6 jam dengan pelarut metanol yang telah didestilasi. Untuk mengekstrak 478 gram umbi bawang merah dibutuhkan 6 L metanol. Sama seperti dengan metode maserasi, hasil ekstrak selanjutnya dipekatkan menggunakan *rotary evaporator* dan dikeringkan menggunakan *freeze dryer* sampai sampel berbentuk serbuk.

### 3.4.2 Fraksinasi Hasil Ekstrak

Ekstrak yang didapatkan dari teknik maserasi dan soxhletasi yang telah benar-benar kering dan terbebas dari pelarutnya selanjutnya difraksinasi. Fraksinasi dilakukan masing-masing menggunakan pelarut n-hexan dan etil asetat yang telah didestilasi.

Ekstrak umbi bawang merah di fraksinasi menggunakan pelarut n-hexan selama 6 jam pada temperatur 40°C dan diaduk secara terus menerus menggunakan *magnetik stirer*. Setelah didiamkan selama 24 jam, senyawa yang telah terekstrak kemudian disaring menggunakan corong *buchner*. Residu yang diperoleh selanjutnya di fraksinasi kembali menggunakan pelarut n-hexan, proses fraksinasi ini dilakukan sebanyak 3 kali. Filtrat yang didapatkan dipekatkan dengan *rotary evaporator* lalu dikeringkan sampai berbentuk padatan menggunakan *freeze dryer*.

Residu yang dihasilkan dari fraksinasi n-hexan, di fraksinasi kembali menggunakan etil asetat selama 6 jam pada temperatur 40°C dan diaduk secara terus menerus menggunakan *magnetik stirer*. Proses fraksinasi dilakukan sebanyak 3 kali sama seperti pada fraksinasi menggunakan n-hexan. Filtrat yang telah disaring selanjutnya dipekatkan dengan *rotary evaporator* dan dikeringkan sampai berbentuk padatan menggunakan *freeze dryer*.

Hasil proses ekstraksi dan fraksinasi didapatkan 4 ekstrak padatan umbi bawang merah, yaitu ekstrak hasil pelarut metanol awal, fraksi n-hexan, fraksi etil asetat dan metanol akhir yaitu ekstrak yang tidak larut dalam pelarut n-hexan dan etil asetat.

## 3.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Ekstraksi

### 3.5.1 Uji KLT

Analisa KLT dilakukan untuk membandingkan jumlah senyawa yang terekstrak dalam metode maserasi maupun soxhletasi. Lempeng KLT yang digunakan dalam pengujian dipotong terlebih dahulu dengan ukuran 1,5 cm x 7

cm, dengan batas atas 1,5 cm dan batas bawah 2 cm. Ekstrak umbi bawang merah hasil maserasi maupun soxhletasi juga hasil fraksinya kemudian diteteskan pada lempeng KLT dengan bantuan pipa kapiler. Lempeng KLT yang telah siap dimasukkan ke dalam *chamber* yang sebelumnya telah dijenuhkan dengan eluen n-hexan: etil asetat : metanol dengan perbandingan 3 : 7 : 1. Setelah noda sampai pada batas atas lempeng kemudian diambil dan dibandingkan hasilnya dari ekstrak dengan teknik soxhletasi dan maserasi juga hasil fraksinasinya dibawah sinar UV.

### 3.5.2 Analisa Gugus Fungsi dengan FTIR

FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam ekstrak hasil maserasi maupun soxhletasi juga hasil fraksinasinya. Pengujian dilakukan menggunakan set alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

### 3.5.3 Uji Fitokimia

Uji fitokimia ini dimaksudkan untuk mengetahui golongan senyawa yang terdapat dalam ekstrak umbi bawang merah. Uji fitokimia dilakukan dengan mendeteksi golongan senyawa metabolit sekunder yang terdapat dalam tumbuhan, yaitu golongan senyawa alkaloid, terpenoid, steroid, saponin, tanin dan flavonoid. Adapun prosedur kerja yang dilakukan yaitu sebagai berikut:

#### a. Pemeriksaan Alkaloid

Pemeriksaan adanya alkaloid dalam ekstrak dilakukan dengan mereaksikan 1 mL ekstrak umbi bawang merah ditambahkan dengan 5 tetes kloroform dan beberapa tetes pereaksi Mayer atau pereaksi Wagner. Adanya alkaloid ditandai dengan terbentuknya endapan putih ketika ditambahkan pereaksi Mayer atau terbentuknya endapan coklat ketika ditambahkan pereaksi Wagner.

#### b. Pemeriksaan Terpenoid dan Steroid

Pemeriksaan adanya terpenoid dan steroid dalam ekstrak dilakukan dengan mereaksikan 1 mL ekstrak umbi bawang merah dengan 1 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  glasial dan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Adanya terpenoid ditandai dengan perubahan warna merah pada larutan, sedangkan adanya steroid ditandai dengan timbulnya warna biru atau ungu pada larutan.

c. Pemeriksaan Saponin

Pemeriksaan adanya saponin dalam ekstrak dilakukan dengan mereaksikan 1 mL ekstrak umbi bawang merah dengan air panas selanjutnya dikocok secara cepat. Adanya saponin ditandai dengan terbentuknya busa yang stabil selama  $\pm$  10 menit.

d. Pemeriksaan Tanin

Pemeriksaan adanya tanin dalam ekstrak dilakukan dengan mereaksikan 1 mL ekstrak umbi bawang merah dengan beberapa tetes  $\text{FeCl}_3$  1%. Adanya tanin ditandai dengan berubahnya warna larutan menjadi hijau kebiruan.

e. Pemeriksaan Flavonoid

Pemeriksaan adanya flavonoid dalam ekstrak dilakukan dengan mereaksikan 1 mL ekstrak umbi bawang merah dengan 1 gram serbuk Mg dan beberapa mL HCl pekat. Adanya flavonoid ditandai dengan berubahnya warna larutan menjadi warna merah, kuning atau jingga.

### 3.6 Prosedur Pengukuran Efisiensi dan Mekanisme Inhibisi

#### 3.6.1 Persiapan Material

Spesimen uji atau elektroda kerja yang digunakan dalam penelitian ini dibuat dari baja karbon jenis API 5L-X65, yang diperoleh dari Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FMIPA ITB. Elektroda ini dibuat dengan memotong baja karbon, dibubut dengan diameter  $1,5 \text{ cm}^2$  yang kemudian direkatkan menggunakan resin epoksi. Seperti pada gambar 3.1



**Gambar 3.2** Baja Karbon (Elektroda Kerja)

Sebelum digunakan sebagai elektroda kerja, permukaan baja karbon dihaluskan dahulu menggunakan amplas silikon karbida (*grade* 600 - 1200) selanjutnya dibilas dengan aquades dan aseton yang dimaksudkan untuk memastikan bahwa elektroda kerja telah terbebas dari kotoran dan lemak. Selain elektroda kerja juga digunakan elektroda platina dan kalomel jenuh yang telah disediakan di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FMIPA ITB.

### 3.6.2 Pembuatan Larutan Uji dan Larutan Induk

#### a. Pembuatan Larutan Uji

Larutan uji untuk media korosif yang digunakan yaitu NaCl 1% dengan penambahan buffer pH 4. Larutan uji dibuat dengan melarutkan 10 gram NaCl dalam 1 L aquades dan 5 mL asam asetan dengan 8,2 gram natrium asetat dalam 1 L aquades.



**Gambar 3.3** Larutan NaCl 1% pH 4

#### b. Pembuatan Larutan Induk

Larutan induk pengujian dibuat dalam konsentrasi 10000 ppm, yang dibuat dengan melarutkan 1 gram ekstrak umbi bawang merah kedalam 10 mL metanol dan ditempatkan dalam labu ukur 100 mL untuk selanjutnya ditambahkan larutan NaCl 1% pH 4 hingga tanda batas. Begitupula untuk pembuatan larutan induk hasil fraksi n-hexan, etil asetat dan metanol akhir dibuat dalam konsentrasi yang sama, masing-masing dalam 10000 ppm. Dengan cara melarutkan 1 gram ekstrak hasil fraksinasi kedalam 10 mL pelarutnya dan ditempatkan dalam labu ukur 100 mL untuk selanjutnya ditambahkan larutan NaCl 1% pH 4 hingga tanda batas.





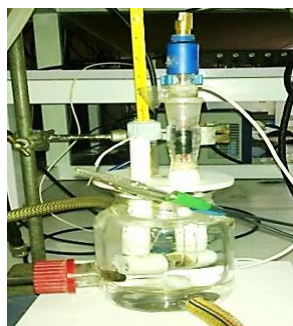
**Gambar 3.4** Larutan Induk Umbi Bawang Merah 10000 ppm

### 3.6.3 Pengukuran Laju Korosi

#### a. Persiapan Sel Elektrokimia

Kedalam sel elektrokimia dituangkan 100 mL larutan uji dengan dan tanpa penambahan inhibitor, selanjutnya dialiri gas CO<sub>2</sub> secara terus menerus pada tekanan  $\pm 0,1$  atm dan diaduk menggunakan *magnetik stirer*. Elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE), dan elektroda bantu (platina) direndam dalam media uji dengan jarak antarmuka elektroda  $\pm 1$  cm. Ketiga elektroda tersebut kemudian dihubungkan dengan *Gamry Ref 3000*.

Sebelum dilakukan pengukuran secara elektrokimia, sel elektrokimia dibiarkan beberapa saat  $\pm 20$  menit yang dimaksudkan agar antaraksi antarmuka baja karbon dengan larutan mencapai keadaan mantap (*steady state*). Tercapainya keadaan mantap ini ditunjukkan dengan nilai *open circuit potential* (OCP), yang menyatakan hubungan potensial sel sebagai fungsi waktu. Pengukuran dengan metode EIS maupun dengan metode polarisasi potensiodinamik dapat dilakukan jika nilai potensial sel telah menunjukkan harga yang relatif konstan, selisihnya  $< 0,1$  mV/menit (Ismail, 2007)



**Gambar 3.5** Sel Elektrokimia

## b. Uji Impedansi Dengan Metode EIS

Penerapan metode EIS pada pengukuran impedansi dan kapasitansi baja karbon dalam media uji, nilai potensial DC yang diterapkan adalah “*free*”, yang artinya nilai potensial yang dioperasikan dalam sel besarnya sama dengan potensial sel yang terukur berdasarkan hasil OCP versus SCE. Sinyal potensial AC yang diterapkan yaitu 10 mV dan rentang frekuensi yang diterapkan mulai dari 50.000 sampai 0,05 Hz.

Pengujian impedansi dengan metode EIS dilakukan pada berbagai rentang temperatur dan konsentrasi yang berbeda. Pengukuran dilakukan secara *discontinue* pada temperatur 298 K, 308 K dan 318 K dengan rentang konsentrasi 40, 80, 120, 160 dan 200 ppm. Pengukuran blanko juga dilakukan pada berbagai rentang temperatur dan konsentrasi yang berbeda. Spektra impedansi yang dihasilkan dari pengukuran EIS ini disajikan dalam aluran Nyquist.

## c. Uji Polarisasi Dengan Metode Tafel

Penerapan metode polarisasi potensiodinamik dengan menggunakan Tafel pada pengukuran laju korosi baja karbon dalam media uji tidak berbeda dengan metode uji impedansi. Pada uji polarisasi potensiodinamik, potensial DC yang diterapkan adalah -0,075 sampai 0,075 mV relatif terhadap nilai potensial korosi. Kurva polarisasi dipindai dengan laju sapuan konstan (*scanning rate*)  $0,5 \text{ mVs}^{-1}$  dan sampel area  $1,13 \text{ cm}^2$ .

Pengujian polarisasi dengan metode Tafel juga dilakukan dengan berbagai rentang temperatur dan konsentrasi yang berbeda, yaitu pada temperatur 298 K, 308 K dan 318 K, dengan konsentrasi 40, 80, 120, 160 dan 200 ppm. Sama seperti pada metode EIS pengukuran blanko juga dilakukan pada berbagai rentang temperatur dan konsentrasi yang berbeda. Adapun besaran-besaran listrik yang berkaitan dengan proses korosi dan inhibisi baja karbon ditentukan melalui ekstrapolasi kurva dengan metode Tafel.

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

SEM-EDS digunakan untuk mengetahui morfologi dan unsur kimia yang terdapat dalam sampel baja karbon dengan dan tanpa adanya penambahan ekstrak umbi bawang merah. Dalam pengujiannya baja karbon dipotong dengan ukuran 1 x 1 x 0,05 cm, selanjutnya permukaan baja karbon dihaluskan menggunakan amplas silikon karbida (*grade* 600 - 1200) kemudian dibilas dengan aquades dan aseton yang dimaksudkan untuk memastikan bahwa baja karbon telah terbebas dari kotoran dan lemak. Baja karbon selanjutnya direndam dalam larutan uji dengan dan tanpa adanya penambahan ekstrak umbi bawang merah yang memiliki efisiensi paling tinggi selama 24 jam. Kemudian dianalisis menggunakan SEM-EDS dengan pembesaran 5000 dan 10000 kali.