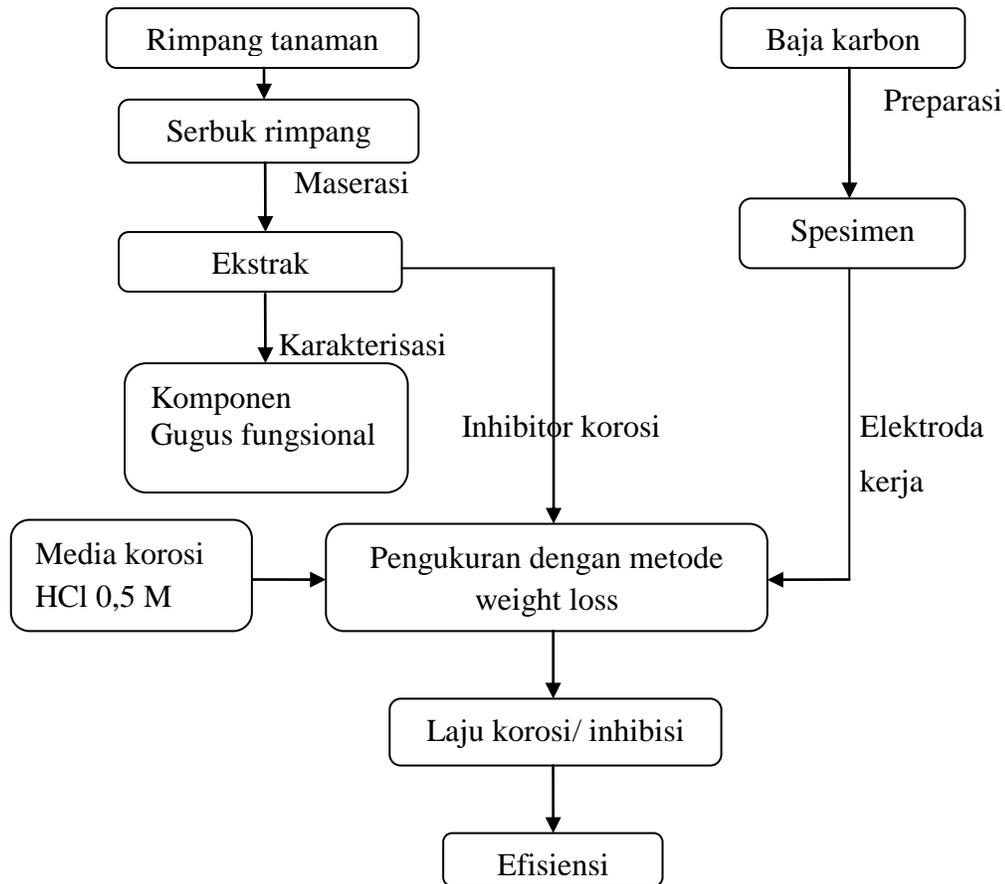


BAB III

METODELOGI PENELITIAN

3.1 Desain penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk menguji potensi inhibisi ekstrak rimpang lempuyang jenis emprit (*Zingiber amaricans*) sebagai alternatif inhibitor korosi pada baja dalam medium larutan HCl 0,5 M. Secara umum, penelitian yang dilakukan terbagi dalam tiga tahap. Tahap pertama adalah ekstraksi rimpang lempuyang dengan cara maserasi menggunakan 2 pelarut, yaitu metanol dan etilasetat. Tahap kedua adalah karakterisasi ekstrak rimpang lempuyang yang diperoleh dengan cara kromatografi lapis tipis, fotokimia dan dengan menggunakan FTIR (*Fourier transform infra red*). Tahap ketiga adalah pengukuran laju korosi dan pengukuran kinerja ekstrak rimpang lempuyang hasil maserasi menggunakan metoda kehilangan berat (*weight loss*). Ketiga tahap tersebut dapat disajikan dalam bentuk diagram seperti ditunjukkan pada gambar 3.1.



Gambar 3.1. Bagan alir penelitian

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk memperoleh ekstrak rimpang lempuyang emprit (*Zingiber amaricans*) adalah toples besar, gelas ukur 500 mL, gelas ukur 250 mL, gelas ukur 100 mL, gelas kimia 250 mL, gelas kimia 400 mL, corong, labu erlenmeyer 500 ml, labu erlenmeyer berpenghisap 500 mL, kertas saring whatman, spatula, batang pengaduk, corong pisah 500 mL, labu evaporating 500 mL, labu epavorating 250 mL. Pemisahan pelarut yang terdapat dalam ekstrak lempuyang emprit dilakukan menggunakan alat *evaporator* (Buchi Oilbath B-485).

Peralatan yang dibutuhkan untuk karakterisasi produk adalah gelas kimia 400 mL, pipet tetes, pipa kapiler, tabung reaksi dan chamber untuk analisis kromatografi lapis tipis dan fitokimia. Karakterisasi gugus fungsi produk hasil penelitian dilakukan dengan menggunakan alat *fourier transform infrared* (FTIR) SHIMADZU. Adapun pengukuran laju korosi dan efisiensi inhibisi zat inhibitor digunakan set alat weight loss yang terdapat di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk rimpang lempuyang emprit (*Zingiber amaricans*) yang didapat dari toko baba kuya, metanol (CH₄OH) p.a produksi Merck, etil asetat (C₄H₈O₂) p.a produksi Merck, n-heksana (C₆H₁₄) p.a produksi Merck, aquades, dikoloro metana (CH₂Cl₂) p.a produksi Merck, HCl p.a produksi Merck, kloroform (CHCl₃), KI, CH₃COOH grasioal, H₂SO₄ p.a produksi Merck, FeCl₃, Mg.

3.3 Ekstraksi Rimpang Lempuyang Emprit

Rimpang lempuyang emprit disiapkan berbentuk serbuk, yang–didapat dari toko di Bandung⁷. Pada penelitian ini maserasi dilakukan selama 24 jam dengan 3 kali penggantian pelarut. Serbuk rimpang lempuyang emprit tersebut dimaserasi menggunakan dua pelarut yaitu, metanol dan etilasetat. Ekstrak yang didapat disaring menggunakan corong Buchner untuk memisahkan residu dan filtratnya. Selanjutnya dilakukan evaporasi untuk memisahkan pelarut hingga didapat ekstrak pekat berwarna coklat tua. Untuk ekstrak dengan pelarut metanol, evaporasi dilakukan hingga ekstrak yang didapat sebanyak ± 250 mL dan difraksinasi menggunakan pelarut n-heksana untuk memisahkan senyawa polar dan nonpolar. Senyawa yang terlarut dalam metanol yang bersifat polar kemudian dievaporasi kembali sehingga didapat ekstrak pekat.

3.4 Karakterisasi Hasil Ekstraksi

3.4.1 Uji Jumlah Komponen dengan KLT

Analisis kromatografi lapis tipis (KLT) dilakukan untuk mengetahui jumlah komponen senyawa campuran yang terekstraksi pada proses maserasi. Terdapat 2 jenis eluen yang digunakan yaitu, n-heksan:etilasetat dengan perbandingan 1:1 dan diklorometana:metanol dengan perbandingan 9,5:0,5. Lempong KLT dipotong dengan ukuran 1,5 cm x 7 cm, dengan batas atas 1,5 cm dan batas bawah 2 cm. Pipa kapiler digunakan untuk meneteskan sampel pada lempeng KLT dalam bentuk *spot* (noda). *Chamber* diisi dengan fasa gerak. Lempong KLT yang telah ditetesi sampel (noda) dimasukkan ke dalam *chamber* yang telah terisi fasa gerak. Setelah noda sampai pada batas atas, lempeng diangkat lalu dianalisis jumlah dan tinggi noda dalam sinar UV.

3.4.2 Uji Skrining Fitokimia

Uji skrining fitokimia dilakukan untuk mengetahui golongan senyawa yang terdapat pada ekstrak rimpang lempuyang emprit. Uji fitokimia dilakukan terhadap golongan senyawa alkaloid, terpenoid, steroid, saponin, tanin dan flavonoid. Prosedur kerja yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Pemeriksaan Terpenoid dan Steroid

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

2. Pemeriksaan Tanin

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

3. Pemeriksaan Saponin

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

4. 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. Pereaksi Mayer dibuat dari 1 gram KI yang dilarutkan dalam 20 mL aquades sampai semuanya melarut. Lalu ke dalam KI tersebut ditambahkan 0,271 gram HgCl_2 sampai larut.

5. Pemeriksaan Flavonoid

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

3.4.3 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR

Analisis gugus fungsi hasil ekstraksi dikarakterisasi menggunakan metode spektroskopi inframerah (FTIR). Pengukuran menggunakan alat *fourier transform infrared* (FTIR)-8400 SHIMADZU. Pengukuran metode ini dilakukan untuk mengetahui senyawa-senyawa yang terdapat dalam ekstrak rimpang lempuyang. Adapun prinsip kerja alat tersebut adalah adanya interaksi cahaya infrared dengan sampel. Interaksi antara sampel berupa senyawa organik dengan sinar infrared yang mengakibatkan molekul-molekul bervibrasi, dimana besarnya energi tiap komponen molekul berbeda-beda tergantung pada atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkannya sehingga akan menghasilkan frekuensi yang berbeda.

3.5 Persiapan Sampel Uji Korosi

3.5.1 Persiapan Material

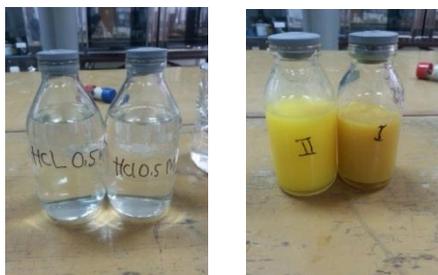
Pada penelitian ini digunakan sampel baja dalam bentuk lembaran berukuran 1x2 cm. Permukaan baja diampelas dengan menggunakan amplas besi. Permukaan yang telah halus dicuci kemudian dikeringkan sebelum ditimbang, baja dikaitkan menggunakan benang sehingga menggantung ditengah alat weight loss dan dicelupkan ke dalam larutan uji.



Gambar 3.2. Spesimen uji weight loss

3.5.2 Persiapan larutan induk dan larutan uji

Larutan media uji dibuat dengan mengencerkan HCl 12 M menjadi HCl 0,5 M dengan menggunakan pelarut air destilat. Sedangkan larutan induk inhibitor dibuat dalam konsentrasi 10.000 ppm dengan melarutkan 1 gram ekstrak ke dalam 100 mL air destilat.



(a)

(b)

Gambar 3.3. (a) larutan uji, (b) larutan inhibitor lempuyang (pelarut mrtanol) dan lempuyang (pelarut etilastat)

3.6 Analisis kehilangan Berat (*Weight Loss*)

Tahapan ini dilakukan untuk mengukur laju korosi dan kemampuan inhibisi dari ekstrak lempuyang dengan metode *weight loss*. Ke dalam enam buah alat “*weight loss*”, dimasukkan larutan uji masing-masing 250 ml. Salah satu alat ditetapkan sebagai blanko, dan lima alat lainnya ditambahkan larutan ekstrak lempuyang sebagai inhibitor dengan variasi konsentrasi 40 ppm, 80 ppm, 120 ppm, 160 ppm dan 200 ppm. Ke dalam masing-masing alat tersebut dialiri udara secara bubling menggunakan aerator dan dilaksanakan pada temperatur kamar. Sampel awal baja karbon ditimbang, kemudian dimasukkan ke dalam media uji dengan cara digantung menggunakan benang. Setelah 24 jam direndam, sampel baja karbon diangkat dan dicuci. Baja karbon ditimbang kembali. Selisih antara berat awal dengan berat akhir merupakan indikator adanya korosi pada baja karbon