BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui potensi senyawa hasil ekstraksi dari bawang putih sebagai alternatif *green* inhibitor korosi pada kondisi yang sesuai dengan pipa sumur produksi minyak bumi. Kondisi sumur minyak bumi dibatasi pada larutan larutan NaCl 1% dengan pH 4 yang dikendalikan oleh buffer asetat dan dijenuhkan dengan gas CO_2. Tahapan penelitian yang dilakukan adalah memperoleh ekstrak dari bawang putih kemudian dilakukan karakterisasi senyawa hasil ekstraksi dengan melakukan uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT), uji skrining fitokimia dan karakterisasi gugus fungsi dengan FTIR. Tahapan selanjutnya adalah dilakukan pengukuran laju korosi serta efisiensi inhibisi ekstrak bawang putih pada baja karbon dalam media uji menggunakan metode EIS dan Tafel. Prosedur yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Persiapan alat dan bahan.
2. Ekstraksi senyawa yang terkandung dalam bawang putih dilakukan dengan cara dingin (maserasi) dan cara panas (refluks).
3. Karakterisasi senyawa hasil ekstraksi, meliputi:
    a. Uji KLT
    b. Uji skrining fitokimia
    c. Karakterisasi gugus fungsi dengan FTIR
4. Pengukuran potensi ekstrak bawang putih sebagai alternatif *green* inhibitor korosi pada pipa sumur produksi minyak bumi menggunakan metode EIS dan Tafel.

Fitri Puspitasari, 2013
Perlindungan Korosi Baja Karbon Dalam Lingkungan Sesuai Kondisi Pipa Pengeboran Minyak Bumi Menggunakan Bawang Putih (Allium sativum L) Sebagai Alternatif Inhibitor
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Secara umum tahapan tersebut secara berurutan dapat dilihat pada diagram alir dibawah ini:

Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk proses ektraksi bawang putih (*Allium sativum L.*) dengan cara dingin (maserasi) dan cara panas (refluks) adalah *blender*, kaca arloji, spatula, gelas kimia, gelas ukur, erlenmeyer berpenghisap, corong *Buchner*, set alat refluks, *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, dan batang pengaduk. Untuk proses evaporasi pelarut hasil ektraksi menggunakan set alat evaporator (*Buchi oilbath B-485*) sedangkan untuk pembentukan serbuk dari hasil ektraksi menggunakan alat *Freeze Drier* yang terdapat di Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam Program Studi Kimia FMIPA ITB.

Peralatan yang digunakan untuk karakterisasi senyawa hasil ekstraksi dengan uji KLT adalah *chamber*, plat KLT berupa lempeng silika dan pipa kapiler sedangkan untuk uji skrining fitokimia menggunakan tabung reaksi dan pipet tetes. Untuk karakterisasi gugus fungsi menggunakan set alat spektrofotometer FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) yang terdapat di Laboratorium Kimia Fisik dan Analitik FPMIPA UPI. Sedangkan untuk pengukuran laju korosi peralatan yang digunakan adalah potensiostat produksi *Radiometer®* (*Tacussel-Radiometer, Voltalab PGZ 301*) yang terdapat di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FMIPA ITB.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah bawang putih (*Allium sativum L.*), etanol teknis 96% produksi Bratachem, kloroform, aquades, pH indikator universal, CH_3COOH teknis produksi Bratachem, Natrium asetat p.a produksi Merck dan NaCl p.a produksi Merck, pereaksi Mayer, CH_3COOH glacial, H_2SO_4 pekat, HCl encer, $FeCl_3$ 5%, dan serbuk Mg.

3.3 Ekstraksi Senyawa yang Terkandung dalam Bawang Putih

Ektraksi senyawa organik dari bawang putih dilakukan dengan dua cara, yaitu cara dingin (maserasi) dan cara panas (refluks). Tahap preparasi kedua cara tersebut pada dasarnya sama yaitu dengan melakukan pengeringan bawang putih dengan cara dijemur selama 6-7 hari, kemudian dihaluskan menggunakan blender lalu ditimbang sesuai dengan kebutuhan. Kedua cara ini dilakukan untuk membandingkan hasil ekstraksi yang lebih baik secara kualitatif maupun kuantitatif, serta untuk mengetahui efisensi yang lebih baik dilihat dari proses dan penggunaan biaya.

3.3.1 Ekstraksi Cara Dingin (Maserasi)

Ekstraksi dengan cara dingin atau maserasi didasarkan pada lama waktu perendaman dalam pelarutya. 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 (residu) dengan filtrat yang mengandung senyawa yang larut dalam pelarut. Pelarut kemudian dipisahkan dengan cara evaporasi lalu didapat hasil ekstraksi berupa ekstrak pekat. Selanjutnya, dilakukan pemisahan kandungan air untuk mendapatkan hasil

ekstraksi berupa padatan dengan menggunakan *Freeze drier*. Serbuk hasil *Freeze drier* kemudian ditimbang.

3.3.2 Ekstraksi Cara Panas (Refluks)

Ekstraksi cara panas ini dilakukan sebagai pembanding dari cara dingin. Serbuk bawang putih yang telah ditimbang kemudian direfluks pada temperature 70°C dengan pelarut etanol. Proses refluks dilakukan selama 6 jam. Hasil refluks didinginkan sampai suhu kamar, kemudian dilakukan pemisahan pelarut menggunakan corong buchner. Filtrat hasil pemisahan selanjutnya dievaporasi untuk menghilangkan pelarutnya sehingga didapat ekstrak pekat. Selanjutnya ekstrak pekat tersebut dibuat menjadi bentuk padatan menggunakan *Freeze drier* kemudian ditimbang.

3.4 Karakterisasi Hasil Ekstraksi

3.4.1 Uji KLT

Analisis KLT dilakukan untuk melihat jumlah komponen senyawa campuran yang terekstraksi pada proses maserasi dan proses refluks. Lempeng 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. Eluen yang digunakan ada empat jenis yaitu etil asetat : n-heksan (3:7), etil asetat 100%, etil asetat : metanol (8:2), dan kloroform : metanol (9:1). Lempeng KLT yang telah ditetesi sampel dimasukan ke *chamber* yang telah terisi fasa gerak. Setelah noda sampai pada batas atas, lempeng diangkat dan dibandingkan banyaknya noda dan tinggi noda antara lempeng KLT yang ditetesi hasil ekstraksi cara maserasi dengan lempeng KLT yang ditetesi hasil ekstraksi cara refluks dalam sinar UV.

3.4.2 Uji Skrining Fitokimia

Uji skrining fitokimia dilakukan untuk mengetahui golongan senyawa yang terdapat pada ekstrak bawang putih. Uji fitokimia dilakukan terhadap golongan senyawa alkaloid, terpenoid, steroid, saponin, tanin dan flavonoid. Prosedur kerja yang dilakukan adalah 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 ditunjukan 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.

2. Pemeriksaan Terpenoid dan Steroid

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

3. Pemeriksaan Saponin

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

4. Pemeriksaan Tanin

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

5. Pemeriksaan Flavonoid

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

3.4.3 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR

Tahap ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam campuran senyawa hasil ekstraksi yang akan dikarakterisasi menggunakan metode spektroskopi Inframerah (FTIR) dengan alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

3.5 Persiapan Sampel Uji Korosi

3.5.1 Persiapan Material

Baja karbon API-5L X65 yang digunakan sebagai elektroda kerja terlebih dahulu dipotong dari pipa induk kemudian dibubut secara silindris dengan dengan

diameter 1,1304 cm yang kemudian direkatkan dengan resin epoksi. Sebelum digunakan sebagai elektrode kerja, sampel baja karbon diampelas hingga halus menggunakan kertas ampelas silikon karbida (600-1200), kemudian dibilas dengan air bidestilat untuk menghilangkan lemak yang menempel lalu dikeringkan pada suhu kamar.

3.5.2 Persiapan Larutan Uji dan Larutan Induk Inhibitor

Larutan uji yang digunakan untuk pengujian laju korosi adalah larutan buffer asetat pH 4 dengan penambahan NaCl 1% lalu di*bubbling* dengan CO_2 secara terus menerus di dalam sel elektrokimia. Larutan uji dibuat dengan melarutkan 13.6008 gram Natrium asetat dengan 1 L CH_3COOH 0,085M dan penambahan 10 gram NaCl dalam 1 L larutan. Sedangkan larutan induk inhibitor dibuat dalam konsentrasi 5.000 ppm dengan cara melarutkan senyawa hasil ekstraksi sebanyak 0,5 gram ke dalam 100 mL etanol.

3.6 Pengukuran laju Korosi

3.6.1 Open Circuit Potential (OCP)

Sebelum dilakukan pengukuran, sel elektrokimia dibiarkan selama 15 menit agar antaraksi antarmuka baja karbon dengan larutan mencapai keadaaan mantap (*steady state*). Tercapainya keadaan ini ditunjukkan oleh nilai *Open Circuit Potential* (OCP) yang menyatakan hubungan potensial sel sebagai fungsi waktu sudah menunjukan harga konstan : < 0,1 mV/menit.

3.6.2 Uji Impedansi dengan Metoda EIS

Pengukuran laju korosi dengan metode EIS dilakukan pada suhu 25°C,35°C, 45°C, dan 55°C dengan variasi konsentrasi dari 20 ppm sampai 250 ppm dengan rentang 20-50 satuan dan dilakukan secara kontinue. Nilai potensial DC yang diterapkan ‘free’, nilai frekuensi yang diterapkan mulai dari 10 kHz hingga 100 mHz, waktu OCP 4 menit, elektroda kerja 1,1304 cm dan elektroda pembanding 0,785 cm. Setelah tercapai keadaan mantap (*steady state*) dilakukan pengukuran korosi baja karbon dengan EIS dan diolah dengan program Voltamaster 4.

Variasi konsentrasi pada metode EIS digunakan untuk mengetahui konsentrasi maksimum inhibitor dalam larutan uji dalam setiap suhu. Pengukuran larutan blanko pada masing-masing suhu dilakukan terlebih dahulu, kemudian

dilanjutkan penambahan inhibitor secara kontinue mulai dari konsentrasi 20 ppm hingga konsentrasi inhibitor 250 ppm dalam larutan uji sebanyak 100 ml. Data yang diperoleh dari pengukuran secara EIS berupa spektra impedansi yang disajikan dalam aluran Nyquist.

3.6.3 Uji Polarisasi dengan Metode Tafel

Penentuan laju korosi ditentukan dengan pengukuran polarisasi menggunakan metode Tafel dilakukan dengan variasi temperatur. Pada pengukuran ini potensial DC yang diterapkan sebesar -75 mV hingga 75 mV dengan laju sapuan (*scanning rate*) pemindain kurva polarisasi konstan pada 5 $mV.s^{-1}$. Variasi temperatur yang digunakan yaitu 25°C, 35°C, 45°C, dan 55°C. Berbeda dengan metode EIS, pengukuran dengan metode Tafel dilakukan secara *discontinue*. Sel di*setting* untuk tiap satu pengukuran. Setelah selesai pengukuran, sel harus dibersihkan terlebih dahulu kemudian di*setting* ulang untuk pengujian selanjutnya.