

## BAB 3. METODA PENELITIAN

### 3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian dimulai bulan Juni sampai November 2017. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen (LKI) dan Laboratorium Kimia Material dan Hayati FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia.

### 3.2. Alat dan Bahan

#### 1.2.1. Alat

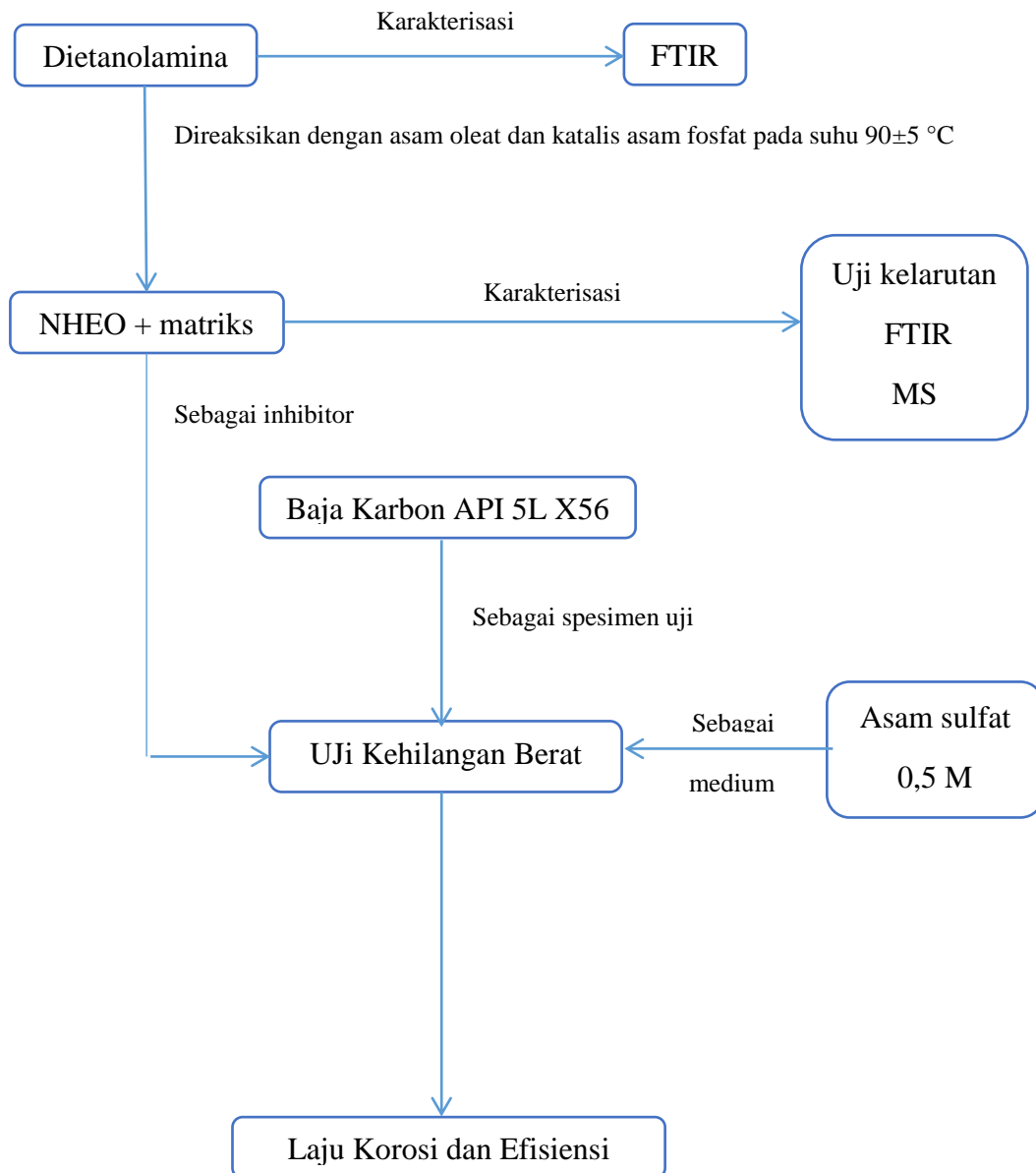
- a. Spatula
- b. Batang pengaduk
- c. Gelas kimia 500 ml
- d. Gelas ukur 100 dan 10 ml
- e. Termometer
- f. Set alat refluks dibantu destilasi
- g. Vakum
- h. *Hot plate*
- i. *Magnetic stirrer*
- j. Penangas minyak
- k. Neraca analitik
- l. Botol vial
- m. Tabung teaksi
- n. Alat pemotong logam
- o. Pipet
- p. FTIR Prestige 21 Shimidzu
- q. Bruker esquire ion trap MS

#### 1.2.2. Bahan

- a. Asam oleat *reagen grade*
- b. Dietanolamina *reagen grade*
- c. Asam fosfat Merck
- d. Aquades teknis
- e. Aseton teknis
- f. Amplas silikon karbida
- g. Asam sulfat 97% Merck
- h. Asam klorida Merck
- i. baja karbon API 5L X56
- j. etanol teknis
- k. n-heksana Merck
- l. benang

### 3.3. Prosedur Penelitian

#### 3.3.1. Diagram Alir Penelitian



### 3.3.2. Sintesis dan Karakterisasi N,N-bis-(2-Hidroksietil) oleamida

Senyawa N,N-bis-(2-Hidroksietil) oleamida (NHEO) disintesis dengan mereaksikan 28 g (32 ml) asam oleat dan 10,4 g (10 ml) dietanolamina (perbandingan mol 1:1) dengan bantuan katalis asam fosfat 0,25 ml dalam labu dasar bulat yang dirangkai menjadi set alat refluks, mengikuti metode yang dilakukan Edrissi, dkk., (2009) yang telah dimodifikasi. Modifikasi diterapkan pada pengaliran gas N<sub>2</sub> yang tidak dilakukan, serta suhu refluks yang diturunkan menjadi 90±5°C dan waktu refluks yang diperpanjang menjadi 1 jam. Labu ditempatkan dalam penangas minyak yang dihubungkan dengan kondenser yang terhubung ke vakum, lalu dipanaskan sambil dilakukan pengadukan menggunakan *stirrer*. Produk samping berupa air yang terbentuk selama reaksi berlangsung dialirkan melalui kondenser dan ditampung dalam wadah terpisah.

Larutan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan tiga jenis uji, diantaranya uji kelarutan dalam tiga pelarut berbeda, yaitu air, n-heksana, dan methanol; uji FTIR dan spektroskopi massa (MS). Pengujian FTIR dilakukan menggunakan instrumen FTIR Prestige 21 Shimadzu. Sampel dipreparasi dengan cara dioleskan sedikit pada plat, kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 40°C selama 1x24 jam untuk menghilangkan air yang terkandung dalam sampel. Sampel kemudian di-scan pada rentang panjang gelombang 400 – 4500 cm<sup>-1</sup> dengan resolusi 4. Pada pengujian MS, instrumen yang digunakan berupa Bruker *esquire ion trap Mass Spectrometry*. Sampel dipreparasi dengan cara dilarutkan dalam etanol *grade MS*, kemudian dimasukkan ke dalam instrumen dengan cara *direct inject*.

### 3.3.3. Pengukuran Laju Korosi dan Efisiensi Inhibisi

#### 3.3.3.1. Persiapan Material

Spesimen uji yang digunakan dalam penelitian ini dibuat dari baja karbon jenis API 5L X56, yang diperoleh dari Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FMIPA ITB. Sampel dibuat dengan memotong baja karbon dengan dimensi 2 cm x 1 cm x 0,1 cm (luas permukaan 4,3 cm<sup>3</sup>).

Sebelum digunakan, permukaan baja karbon dihaluskan terlebih dahulu menggunakan kertaas amplas silikon karbida. Selanjutnya dibilas dengan aquades dan aseton yang dimaksudkan untuk memastikan bahwa sampel telah terbebas dari kotoran dan lemak.

### 3.3.3.2. Pembuatan Larutan Uji dan Larutan Induk

#### a. Pembuatan Larutan Uji

Larutan uji untuk media korosif yang digunakan yaitu  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M. Larutan uji 0,5M dibuat dengan melarutkan 5,5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  97% dalam 200 mL aquades.

#### b. Pembuatan Larutan Induk

Larutan induk untuk pengujian dibuat dalam konsentrasi 80.000 ppm, dengan melarutkan 2 gram NHEO dalam aquades yang ditempatkan pada labu ukur 25 mL.

### 3.3.3.3. Uji Kehilangan Berat (*Weight Loss Measurement*)

Proses pengujian dilakukan dengan merendam sampel baja karbon API 5L X56 kedalam 200 ml larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M tanpa dan dengan penambahan NHEO. Variabel yang digunakan dalam pengujian adalah variabel waktu dan variabel konsentrasi NHEO. Waktu yang digunakan untuk melakukan perendaman sampel ditentukan selama 2, 4, dan 6 hari. Untuk variabel konsentasi NHEO terdiri dari larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M tanpa NHEO dan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M dengan penambahan NHEO 400, 600, 800 dan 1000 ppm.

Sebelum proses perendaman dilakukan, berat awal sampel ditimbang terlebih dahulu. Setelah proses perendaman selesai, sampel kemudian dibersihkan sesuai prosedur yang diterapkan oleh Hegazy, dkk., (2013). Langkah-langkahnya adalah sebagai berikut: sampel logam dibilas menggunakan aquades untuk membersihkan kotoran yang menempel, kemudian dicuci menggunakan aseton untuk menghilangkan dari kemungkinan adanya lemak. Dilanjutkan dengan proses perendaman didalam larutan HCl 1M selama  $\pm 10$  detik dengan tujuan untuk menghilangkan kerak dan produk korosi yang terbentuk selama perendaman

(pickling). Setelah itu, sampel dibilas kembali menggunakan aquades dan aseton, kemudian didiamkan hingga kering.

Berat akhir sampel kemudian diukur menggunakan neraca analitik. Setelah berat awal dan berat akhir sampel diketahui, maka nilai laju korosi ( $C_R$ ), *surface coverage* ( $\theta$ ) dan efisiensi inhibisi ( $\eta\%$ ) dari inhibitor dapat ditentukan. Laju korosi dalam bentuk penipisan lapisan (mmpy) dihitung menggunakan persamaan:

$$C_R \text{ (mmpy)} = \frac{87,6 \times \Delta W}{\rho AT}$$

Dimana  $C_R$  merupakan laju korosi,  $W$  menyatakan rata-rata kehilangan berat (mg);  $\rho$  adalah massa jenis sampel ( $\text{g cm}^{-3}$ ),  $A$  merupakan luas penampang sampel ( $\text{cm}^2$ ) dan  $T$  menyatakan waktu perendaman (h).

Setelah nilai  $C_R$  diketahui, *surface coverage* ( $\theta$ ) dan efisiensi inhibisi ( $\eta\%$ ) dapat dihitung menggunakan persamaan:

$$\theta = \frac{C_{R(\text{blank})} - C_{R(\text{inh})}}{C_{R(\text{blank})}}$$

$$\eta\% = \frac{C_{R(\text{blank})} - C_{R(\text{inh})}}{C_{R(\text{blank})}} \times 100$$

Dimana  $C_{R(\text{blank})}$  dan  $C_{R(\text{inh})}$  berturut-turut merupakan laju korosi sampel dalam larutan 0,5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  tanpa dan dengan penambahan inhibitor.

