

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian dimulai dari bulan Februari 2019 sampai bulan Agustus 2019. Proses ekstraksi, uji kualitatif fitokimia ekstrak *Spirulina platensis*, dan pengujian laju korosi dengan metode kehilangan berat dilakukan di Laboratorium Riset FPMIPA UPI. Analisis gugus fungsi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan pengujian potensi ekstrak *Spirulina platensis* sebagai inhibitor korosi dengan EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*) dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA ITB. Analisis komposisi kimia baja dengan Spektrofotometer Emisi Optik dilakukan di POLMAN. Analisis permukaan spesimen baja dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang dilakukan di Laboratorium Pusat Survey Geologi PPGL.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi timbangan analitik, *hotplate*, *magnetic stirrer*, labu takar, gelas kimia 250 mL dan 1000 mL, gelas ukur 250 mL, kaca arloji, spatula, pipet ukur 10 mL, batang pengaduk, labu Erlenmeyer vakum, pompa vakum, corong Buchner, labu dasar bulat, rotavapor Buchi, botol vial, tabung reaksi, dan instrumen Spektrofotometer Emisi Optik ARL 3460, FTIR, SEM JSM-6360LA, Spektrofotometer Emisi Optik dan Gamry ref 3000.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah *Spirulina platensis* yang diperoleh dari Amorina Universitas Padjajaran Bandung, baja karbon A516 Grade 60, HCl 0,5 M, akuades, etanol 96%, aseton, asam asetat, serbuk Mg, besi klorida hidrat, kloroform, pereaksi Meyer, amplas silikon karbida, benang, aluminium foil, dan kertas saring.

3.3 Desain Penelitian

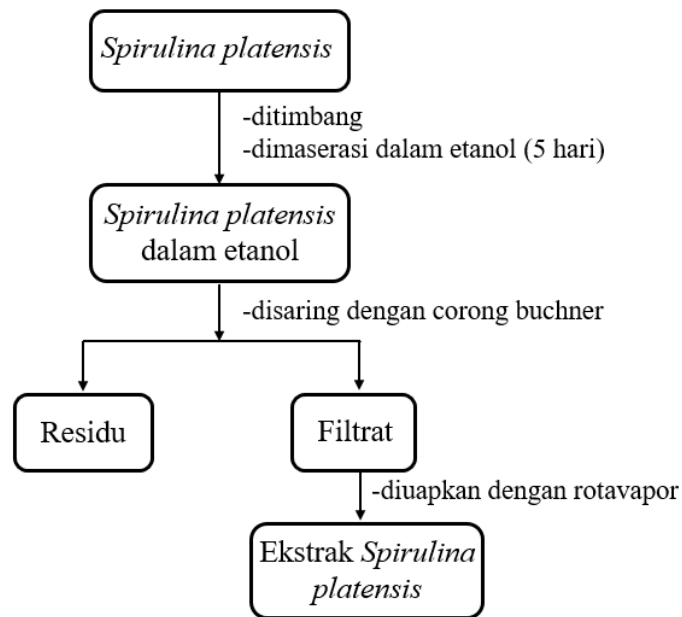
Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui potensi ekstrak *Spirulina platensis* sebagai inhibitor korosi pada baja karbon A516 Grade 60 dalam larutan HCl 0,5 M. Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan, dimulai dengan proses ekstraksi *Spirulina platensis* menggunakan metode maserasi dengan pelarut etanol dan pemisahan ekstrak dengan pelarutnya. Kemudian dilakukan karakterisasi terhadap ekstrak *Spirulina platensis*. Tahap selanjutnya yaitu pengujian kehilangan berat dan EIS terhadap baja karbon dengan dan tanpa penambahan inhibitor..

Adapun prosedur secara keseluruhan dalam penelitian ini antara lain adalah:

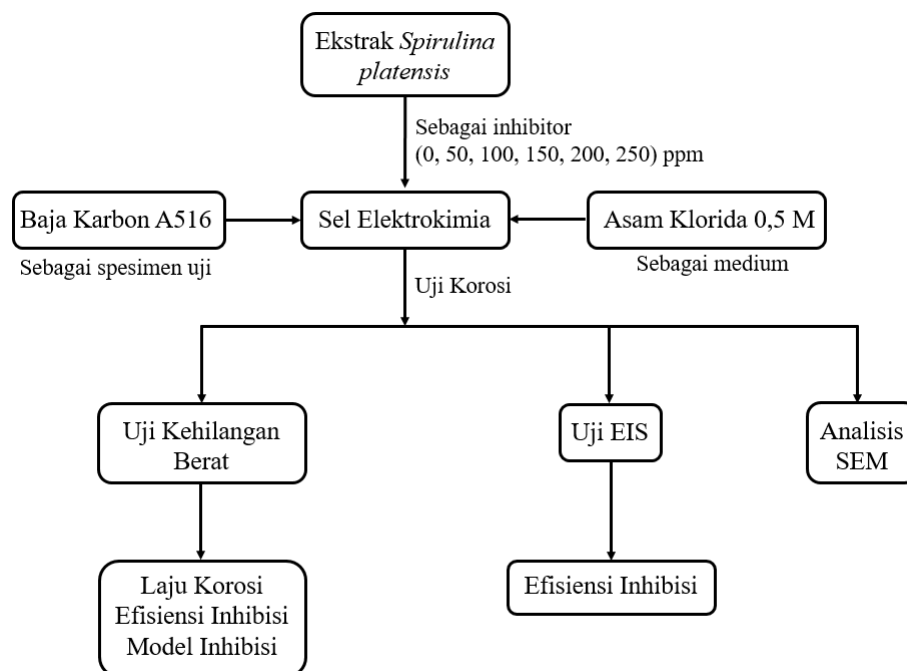
1. Ekstraksi *Spirulina platensis*.
2. Karakterisasi ekstrak *Spirulina platensis*.
 - a. Analisis fitokimia
 - b. Analisis FTIR
3. Pengukuran laju korosi dan efisiensi inhibisi.
 - a. Metode kehilangan berat
 - b. Metode EIS
4. Pengujian morfologi permukaan baja menggunakan SEM.

3.4 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Ekstraksi Sampel *Spirulina platensis*



3.4.2 Uji Karakterisasi dan Laju Korosi



3.5 Metode Penelitian

3.5.1 Ekstraksi Sampel *Spirulina platensis*

Serbuk *Spirulina platensis* sebanyak 100 g dilakukan maserasi dalam etanol 96% dengan perbandingan 1:10. Maserasi dilakukan selama 5 hari berturut-turut

dengan pergantian pelarut 1 x 24 jam. Ekstrak etanol kemudian disaring dengan menggunakan labu Erlenmeyer vakum dan corong Buchner. Filtrat yang diperoleh diuapkan dengan menggunakan Rotavapor Buchi untuk mendapatkan ekstrak berbentuk pasta berwarna hijau pekat, kemudian dipanaskan dalam oven agar memperoleh ekstrak yang lebih padat. Ekstrak tersebut yang digunakan sebagai inhibitor korosi.

3.5.2 Karakterisasi Ekstrak *Spirulina platensis*

3.5.2.1 Analisis Fitokimia

Analisis fitokimia merupakan analisis golongan-golongan senyawa dalam ekstrak secara kualitatif. Golongan-golongan senyawa tersebut di antaranya adalah senyawa saponin, terpen, steroid, flavonoid, tannin, dan alkaloid yang dapat berpotensi sebagai inhibitor korosi.

1. Uji Saponin

Uji saponin dilakukan dengan cara mereaksikan 2 mL larutan ekstrak dengan 2 mL akuades yang telah dipanaskan hingga mendidih. Adanya saponin ditandakan dengan terbentuknya gelembung gas yang bertahan hingga lebih dari 10 menit.

2. Uji Terpenoid dan Steroid

Uji terpenoid dan steroid dilakukan dengan mereaksikan 1 mL larutan ekstrak dengan ditambahkan 3 tetes HCl pekat dan 1 tetes H₂SO₄ pekat. Jika larutan terbentuk warna merah atau ungu, maka sampel positif terpenoid. Apabila larutan terbentuk warna hijau, maka sampel positif mengandung steroid. (Septianingsih, 2013)

3. Uji Flavonoid

Pengujian ini dilakukan dengan cara mereaksikan larutan ekstrak sebanyak 1 mL dengan 1 mg logam Mg dan 5 tetes HCl pekat. Jika larutan terbentuk warna kuning, jingga, hingga merah, maka sampel positif mengandung flavonoid.

4. Uji Tanin

Pengujian dilakukan dengan mereaksikan 1 mL larutan ekstrak dengan beberapa tetes FeCl_3 hidrat 1%. Apabila sampel positif mengandung tannin, maka larutan akan terbentuk warna coklat kehijauan atau biru kehitaman. (Ergina, 2014)

5. Uji Alkaloid

Uji keberadaan alkaloid dilakukan dengan mereaksikan larutan ekstrak sebanyak 1 mL, kemudian ditambahkan 5 tetes kloroform, dan 1 mL pereaksi Meyer. Jika pada sampel terbentuk endapan putih, maka sampel positif alkaloid.

3.5.2.2 Analisis Gugus Fungsi oleh FTIR

Uji FTIR dilakukan menggunakan instrumen FTIR Prestige 21 Shimadzu. Untuk menentukan gugus fungsi yang berpengaruh pada sampel ekstrak *Spirulina platensis*, dilakukan uji FTIR pada panjang gelombang rentang $4500\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ dengan metode pelet KBr dimana biomassa dicampurkan dengan KBr untuk analisis spektrum IR (Razaei, 2016).

3.5.3 Pengukuran Laju Korosi dan Efisiensi Inhibisi

3.5.3.1 Preparasi Spesimen Baja tipe A516 Grade 60

Spesimen uji yang digunakan adalah baja karbon tipe A516 Grade 60 dengan komposisi yang telah diuji menggunakan Spektrofotometer Emisi Optik di Laboratorium Pengujian Material POLMAN dengan spesifikasi hasil uji sebagai berikut:

Table 3.1. Komposisi kimia dari baja karbon A516 Grade 60

Komposisi (%)						
C	Si	P	Mn	Ni	Mo	V
0,221	0,43	0,015	0,611	0,14	0,028	0,039

Permukaan spesimen baja dengan dimensi 2 cm x 1,5 cm x 0,2 cm (luas permukaan 3 cm^2) dihaluskan dengan menggunakan kertas amplas silikon karbida.

Spesimen kemudian dibilas dengan menggunakan akuades dan aseton, selanjutnya dioven pada suhu 60°C selama 10-15 menit.

3.5.3.2 Pembuatan Larutan Uji dan Larutan Induk

a. Pembuatan Larutan Uji

Larutan uji untuk media korosif digunakan yaitu larutan HCl 0,5 M. Larutan HCl 0,5 M dibuat dengan mengencerkan 41,5 mL HCl 37% dalam akuades hingga 1000 mL.

b. Pembuatan Larutan Induk

Larutan induk dibuat dalam konsentrasi 50.000 ppm dengan melarutkan 5 g ekstrak dengan akuades yang ditempatkan dalam labu ukur 100 mL.

3.5.3.3 Uji Kehilangan Berat

Spesimen baja tipe A516 Grade 60 yang telah dibilas dengan akuades dan aseton kemudian ditimbang untuk memperoleh berat awal. Proses pengujian kehilangan berat dilakukan dengan merendam spesimen baja dalam larutan uji 1 L HCl 0,5 M dengan beberapa variabel yaitu konsentrasi, waktu, dan suhu. Sebelum penambahan inhibitor, dilakukan optimasi waktu korosi baja tipe A516 Grade 60 dengan cara direndam dalam media korosi yaitu HCl dengan konsentrasi 0,5 M dan 1 M dengan beberapa variasi waktu yaitu 2, 4, dan 6 jam pada suhu 298K, 308K, dan 318K.

Selanjutnya untuk variabel konsentrasi inhibitor terdiri dari larutan HCl 0,5 M dengan penambahan ekstrak mikroalga 50, 100, 150, 200, dan 250 ppm. Waktu perendaman dilakukan pada waktu optimum korosi baja tipe A516 Grade 60 dan pada suhu yang berbeda yaitu 298K, 308K dan 318K dengan dibantu dengan pengadukkan menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian dari data berat spesimen, laju korosi (C_R) dapat dihitung sebagai berikut:

$$C_R \text{ (mmpy)} = \frac{87,6 \times \Delta W}{\rho \times A \times t} \times 100$$

dimana C_R adalah laju korosi (mmpy), ΔW menyatakan berat awal dikurangi berat akhir (g), ρ menyatakan massa jenis spesimen (g cm^{-3}), A menyatakan luas penampang (cm^2), dan t menyatakan waktu perendaman (jam).

Selain nilai laju korosi (C_R), *surface coverage* (θ), dan efisiensi inhibisi ($\eta\%$) dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

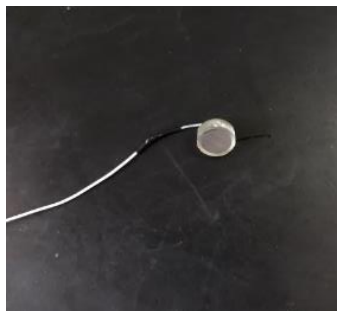
$$\theta = \frac{C_{R(blank)} - C_{R(inh)}}{C_{R(blank)}}$$

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

dimana $C_{R(blank)}$ adalah laju korosi spesimen dalam HCl 0,5 M tanpa penambahan inhibitor, sedangkan $C_{R(inh)}$ adalah laju korosi spesimen dalam HCl 0,5 M dengan penambahan inhibitor.

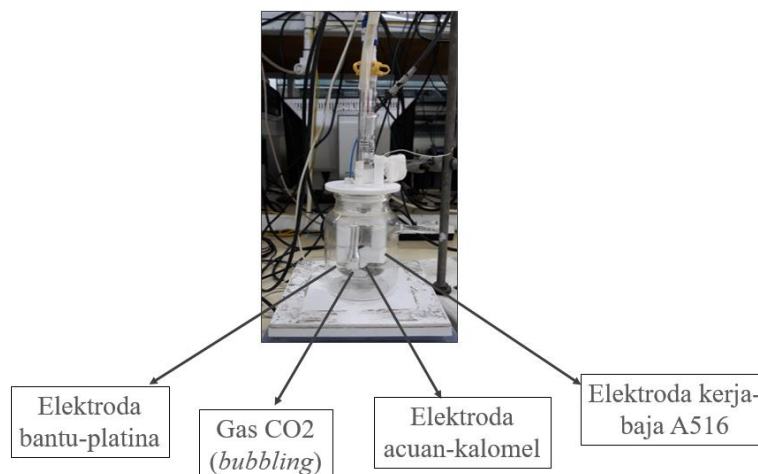
3.5.3.4 Preparasi Spesimen Uji dan Sel Elektrokimia

Pengujian ini dilakukan menggunakan instrumen Gamry ref 3000 dan sel elektrokimia berupa gelas kaca besar dan kecil yang saling berhubungan. Ruang antar gelas digunakan untuk sirkulasi air yang dialirkan dari termostat. Penutup gelas kaca memiliki lima lubang yang digunakan untuk menghubungkan tiga elektroda, yaitu elektroda kerja (baja karbon A516), elektroda acuan (kalomel), dan elektroda bantu (platina), sedangkan dua lubang yang lain digunakan untuk memasukkan gas CO_2 dan untuk memasukkan zat inhibitor. Elektroda baja karbon diampas dan kemudian dipotong hingga berdiameter ± 1 cm yang direkatkan pada kabel dengan resin epoksi yang ditunjukkan pada **Gambar 3.1**. Sebelum melakukan pengujian, semua alat dicuci dengan sabun dan elektroda baja diampas, kemudian dibilas dengan menggunakan aqua DM dan aseton, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C .



Gambar 3.1. Elektroda kerja (baja karbon A516)

Ke dalam sel elektrokimia dimasukkan 100 mL larutan HCl 0,5 M dan pengaduk magnet, kemudian dimasukkan aliran gas CO₂ untuk proses *bubbling* selama 30 menit dengan diaduk pengaduk magnet yang bertujuan untuk menghilangkan gas O₂ pada larutan. Elektroda kerja dan elektroda bantu dipasang berhadapan dengan jarak ± 1 cm, sedangkan elektroda acuan dipasang di samping dengan menghadap kedua elektroda yang lain seperti pada **Gambar 3.2**. Sebelum dilakukan pengujian, sel elektrokimia didiamkan selama 30 menit agar interaksi antarmuka baja dengan larutan uji dalam keadaan mantap (*steady state*). Keadaan mantap ditunjukkan dengan tercapainya keadaan *open circuit potential* (OCP) yang relatif stabil.



Gambar 3.2 Sel Elektrokimia pada uji EIS

Pengukuran laju korosi dengan metode EIS dilakukan pada tiga titik suhu yaitu suhu 298K, 308K, dan 318K dan variasi konsentrasi 0 ppm sampai 250 ppm

dengan rentang 50 satuan dan dilakukan secara kontinyu. Pengujian dilakukan dengan frekuensi awal dan akhir masing-masing 100.000 Hz dan 0,2 Hz. Hasil dari pengukuran impedansi berupa diagram Nyquist, dimana terdapat parameter impedansi yaitu tahanan larutan (R_s), tahanan transfer sirkuit (R_{ct}), dan kapasitansi lapis ganda (C_{dl}). Nilai efisiensi inhibisi dapat ditentukan dari persamaan sebagai berikut (Kamal, 2010):

$$\eta\% = \frac{R_{ct}(\text{inhibitor}) - R_{ct}(\text{blanko})}{R_{ct}(\text{inhibitor})} \times 100$$

Untuk memperoleh nilai kapasitansi lapis ganda (C_{dl}), digunakan nilai frekuensi saat grafik impedansi imajiner berada di titik maksimum sehingga nilai C_{dl} diperoleh melalui persamaan:

$$C_{dl} = \frac{1}{2\pi f_{max} R_{ct}}$$

3.5.4 Analisis SEM

Untuk mengambil gambar SEM, baja dipotong dengan ukuran 0,5 cm x 0,5 cm x 0,2 cm sebanyak 2 keping seperti pada **Gambar 3.3**. Kemudian direndam dalam larutan HCl 0,5 M dengan dan tanpa penambahan ekstrak *Spirulina platensis* dengan konsentrasi 250 ppm. Lalu, spesimen dibersihkan dan dibilas dengan akuades dan aseton. Gambar diambil menggunakan *Scanning Electron Microscope* dengan perbesaran 900 x dan 20 μ m.



Gambar 3.3 Spesimen Baja Karbon uji SEM