

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari sampai dengan April 2015 dan analisis senyawa menggunakan spektrofotometer *UV-Vis* dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, analisis kualitatif korosi menggunakan mikroskop trinokuler dilakukan di Laboratorium Botani, dan uji aktifitas terhadap baja lunak di Laboratorium Kimia Analitik FMIPA Universitas Lampung. Analisis senyawa menggunakan spektrofotometer *IR* di Laboratorium Instrumentasi FMIPA Universitas Islam Indonesia dan spektrofotometer NMR di *Universiti Sains Malaysia* dan analisis unsur menggunakan *microelemental analyzer* di *School of Chemical and Food Technology*, Universiti Kebangsaan Malaysia.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: alat-alat gelas, satu set alat refluks, *hot plate stirrer*, kertas saring *Whatman* No. 42, desikator, cawan petri, timbangan, sedangkan untuk karakterisasi menggunakan spektrofotometer *IR*, spektrofotometer *UV-Vis*, $^1\text{H NMR}$, $^{13}\text{C NMR}$, dan *microelemental analyzer*.

Untuk uji aktifitas inhibitor korosi digunakan mikropipet, kertas amplas mulai dari grit 240, 360, 400, 500, 600, dan 800, menggunakan alat ukur potensiodinamik

ER466 Potentiostat, dan untuk mengetahui bentuk morfologi korosi logam secara kualitatif menggunakan mikroskop trinokuler.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, dibutyltin(IV) diklorida, NaOH, metanol *p.a.*, akuabides, asam 2-klorobenzoat, asam 3-klorobenzoat, asam 4-klorobenzoat, toluen, DMSO ((CH₃)₂SO)-HCl, aseton, dan air KCKT (Kromatografi Cair Kinerja Tinggi).

C. Metode

Prosedur untuk mensintesis senyawa organotin(IV) diklorobenzoat pada penelitian ini berdasarkan prosedur yang telah digunakan pada penelitian sebelumnya (Hadi *et al.*, 2009; Hadi and Rilyanti, 2010; Hadi *et al.*, 2012) yang merupakan hasil adaptasi dari Szorcsik *et al.*, (2002).

1. Sintesis senyawa dibutyltin(IV) oksida [(C₄H₉)₂SnO]

Dibutyltin(IV) diklorida [(C₄H₉)₂SnCl₂] sebanyak 0,030 mol (9,120 gram) direaksikan dengan 0,060 mol (2,400 gram) NaOH untuk mengganti ligan klor dengan oksida dalam 50 mL pelarut metanol *p.a.*, kemudian dipanaskan sampai suhu kurang dari atau sama dengan 60° dalam stirer. Endapan yang dihasilkan disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No. 42, kemudian dicuci dengan akuabides dan metanol *p.a.* Endapan didiamkan dalam desikator sampai dihasilkan (C₄H₉)₂SnO. Kristal (C₄H₉)₂SnCl₂ dan (C₄H₉)₂SnO kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer *IR*, spektrofotometer *UV-Vis* yang diukur pada panjang gelombang 190-380 nm (Sudjadi, 1985), dan dianalisis kandungan unsur C dan H dengan alat *microelemental analyzer*.

2. Sintesis senyawa dibutyltin(IV) di-2-klorobenzoat
[(C₄H₉)₂Sn(2-OCOC₆H₄Cl)₂]

Senyawa dibutyltin(IV) oksida [(C₄H₉)₂SnO] sebanyak 0,747 gram direaksikan dengan asam 2-klorobenzoat (2-C₆H₄ClCOOH) sebanyak 0,939 gram dengan perbandingan mol 1:2 dalam 30 mL pelarut metanol *p.a.* dan direfluks dengan variasi waktu 3, 4, dan 5 jam dengan pemanas pada suhu 60°C. Setelah reaksi sempurna, metanol diuapkan dan dikeringkan di dalam desikator sampai diperoleh kristal kering dengan waktu kurang lebih 2 minggu, kemudian direkristalisasi dengan pelarut toluen sebanyak 10 mL. Kristal hasil senyawa dengan rendemen tertinggi dari variasi waktu refluks siap untuk dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer *IR*, spektrofotometer *UV-Vis* yang diukur pada panjang gelombang 190-380 nm (Sudjadi, 1985), ¹H *NMR*, ¹³C *NMR*, dan dianalisis kandungan unsur C dan H dengan alat *microelemental analyzer* serta diuji aktifitas inhibitor korosi menggunakan mikropipet, kertas amplas mulai dari grit 240, 360, 400, 500, 600, dan 800, kemudian diukur menggunakan potensiodinamik *ER466 Potentiostat*.

3. Sintesis senyawa dibutyltin(IV) di-3-klorobenzoat
[(C₄H₉)₂Sn(3-OCOC₆H₄Cl)₂]

Senyawa dibutyltin(IV) oksida [(C₄H₉)₂SnO] sebanyak 0,747 gram direaksikan dengan asam 3-klorobenzoat (3-C₆H₄ClCOOH) sebanyak 0,939 gram dengan perbandingan mol 1:2 dalam 30 mL pelarut metanol *p.a.* dan direfluks dengan variasi waktu 3, 4, dan 5 jam dengan pemanas pada suhu 60°C. Setelah reaksi sempurna, metanol diuapkan dan dikeringkan di dalam desikator sampai diperoleh kristal kering dengan waktu kurang lebih 2 minggu,

kemudian direkristalisasi dengan pelarut toluen sebanyak 10 mL. Kristal hasil senyawa dengan rendemen tertinggi dari variasi waktu refluks siap untuk dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer *IR*, spektrofotometer *UV-Vis* yang diukur pada panjang gelombang 190-380 nm (Sudjadi, 1985), $^1\text{H NMR}$, $^{13}\text{C NMR}$, dan dianalisis kandungan unsur C dan H dengan alat *microelemental analyzer* serta diuji aktifitas inhibitor korosi menggunakan mikropipet, kertas amplas mulai dari grit 240, 360, 400, 500, 600, dan 800, kemudian diukur menggunakan potensiodinamik *ER466 Potentiostat*.

4. Sintesis senyawa dibutyltin(IV) di-4-klorobenzoat [(C₄H₉)₂Sn(4-OCOC₆H₄Cl)₂]

Senyawa dibutyltin(IV) oksida [(C₄H₉)₂SnO] sebanyak 0,747 gram direaksikan dengan asam 4-klorobenzoat (4-C₆H₄ClCOOH) sebanyak 0,939 gram dengan perbandingan mol 1:2 dalam 30 mL pelarut metanol *p.a.* dan direfluks dengan variasi waktu 3, 4, dan 5 jam dengan pemanas pada suhu 60°C. Setelah reaksi sempurna, metanol diuapkan dan dikeringkan di dalam desikator sampai diperoleh kristal kering dengan waktu kurang lebih 2 minggu, kemudian direkristalisasi dengan pelarut toluen sebanyak 10 mL. Kristal hasil senyawa dengan rendemen tertinggi dari variasi waktu refluks siap untuk dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer *IR*, spektrofotometer *UV-Vis* yang diukur pada panjang gelombang 190-380 nm (Sudjadi, 1985), $^1\text{H NMR}$, $^{13}\text{C NMR}$, dan dianalisis kandungan unsur C dan H dengan alat *microelemental analyzer* serta diuji aktifitas inhibitor korosi menggunakan mikropipet, kertas amplas mulai dari grit 240, 360, 400, 500, 600, dan 800, kemudian diukur menggunakan potensiodinamik *ER466 Potentiostat*.

5. Preparasi Baja Lunak

Preparasi baja lunak dilakukan dengan memotong plat dengan ukuran (2x1) cm dan mengamplas dengan kertas amplas mulai dari grit 240, 360, 400, 500, 600, dan 800. Setelah permukaan baja lunak rata atau homogen selanjutnya mencuci dengan akuades, larutan HCl encer, dan aseton secara berturut-turut.

6. Pembuatan Medium Korosif

Medium korosif dibuat dengan komposisi larutan DMSO 0,02 M, dan HCl 0,2 M (Rastogi *et al.*, 2005, Rastogi *et al.*, 2011) dengan perbandingan 1:1. 0,14 ml DMSO *p.a.* dengan kadar 99 % dilarutkan dengan air KCKT dalam labu 100 mL sehingga diperoleh larutan DMSO 0,02 M, sedangkan larutan HCl 0,2 M dibuat dengan 1,67 mL larutan HCl *p.a.* dilarutkan pada labu 100 mL dengan pelarut air KCKT. Kedua larutan tersebut kemudian dicampurkan dengan perbandingan 1:1 dan dihomogenkan.

7. Pembuatan Larutan Inhibitor

Larutan inhibitor dibuat dengan melarutkan 0,01 gram zat, baik senyawa awal, ligan maupun senyawa hasil sintesis dengan 1,25 ml DMSO *p.a.*, setelah padatan terlarut sempurna ditambahkan dengan air KCKT hingga volume larutan tepat 25 ml dan diperoleh larutan stok inhibitor dengan konsentrasi 400 mg/L. Pembuatan larutan dengan variasi konsentrasi inhibitor dilakukan dengan metode pengenceran menggunakan pelarut DMSO 5 %. Variasi konsentrasi inhibitor 20, 40, 60, 80, dan 100 mg/L dibuat dari larutan stok

inhibitor 400 mg/L secara berturut-turut sebanyak 1,25; 2,5; 3,75; 5; dan 6,25 mL yang diencerkan dalam labu 25 mL hingga tepat pada batas tera.

8. Pengaturan Pemindaian dengan Potensiostat

Pemindaian dilakukan dengan *software Echem v2 1.8* pada menu bar *Technique, linear sweep*, dan pengaturan pemindaian batasan arus pada keseluruhan pemindaian adalah 100 mA. Hal ini disebabkan karena pada pemindaian anoda, menunjukkan nilai arus yang sangat tinggi melebihi 50 mA sehingga dipilih rentang arus 100 mA untuk menghindari arus yang *overflow* sehingga akan mempengaruhi hasil pemindaian. Waktu pemindaian yang dibutuhkan untuk melakukan sekali pemindaian baik anoda maupun katoda adalah 200 s.

9. Pengujian Korosi dan Analisis Data

Untuk pengujian korosi berdasarkan penelitian dari Hadi *et al.*, (2015). Alat potensiostat yang digunakan terdiri dari tiga elektroda, yaitu elektroda pembanding AgCl, elektroda bantu platina (Pt), dan elektroda kerja baja lunak. Preparasinya dilakukan dengan membilas elektroda bantu dan elektroda acuan dengan akuades sebelum digunakan. Elektroda kerja juga dicuci dengan menggunakan akuades, HCl 0,1 M dan aseton 1 M berturut-turut. Ketiga elektroda tersebut selanjutnya dirangkaikan pada sel elektrolisis yang telah diisi dengan 30 mL medium korosif tanpa inhibitor yang sebelumnya telah ditentukan pHnya menggunakan pH meter, kemudian potensiostat dihidupkan. Setelah lampu pada potensiostat berwarna hijau, alat dihubungkan dengan

komputer melalui kabel USB dan *software E-chem v.2 1.8* dibuka dan pemindaian anoda diatur, selanjutnya ketiga elektroda tersebut dibiarkan berinteraksi dengan medium korosif selama 10 menit.

Setelah dibiarkan selama 10 menit, pemindaian dilakukan dengan memilih *start* pada potensiostat dan setelah 200 s diperoleh voltammogram hasil pemindaian yang menyatakan hubungan antara nilai beda potensial dan arus.

Data yang didapatkan dari hasil pengujian dapat diperoleh dengan memilih seluruh voltammogram kemudian memilih menu *edit* pada *menu bar*, *copy special*, *as text*, *calculated current*, dan kemudian *ok*. Data tersebut dapat disalin pada *software Microsoft Office Excel* dengan memilih menu *paste*.

Laju korosi berbagai variasi konsentrasi inhibitor ditentukan dengan metode pemindaian anoda dan katoda yang sama dengan perbandingan volume uji dari larutan inhibitor dan medium korosif sebesar 1:5.

Setelah diperoleh data besarnya beda potensial dan arus, dilakukan analisis tafel untuk menentukan besarnya logaritma normal dari nilai kerapatan arus ($\ln |J|$) dengan *overpotential* (η) yang selanjutnya diekstrapolasi ke dalam bentuk grafik. Analisis Tafel dan pembuatan grafik dikerjakan pada *Microsoft Office Excel*. Pembuatan grafik dilakukan dengan memilih data $\ln |J|$ dan η dari hasil pemindaian anoda untuk masing masing pengujian, kemudian dipilih menu *insert*, *charts*, *scatter* kemudian memilih menu *scatters with smoth lines and markes*. Setelah data terplotkan dalam bentuk grafik, grafik dipindahkan dalam *sheet* baru untuk memudahkan kerja. Untuk laju selusur anoda, dipilih nilai $\ln|J|$ sebagai nilai absis dan η sebagai ordinat pada pemindaian anoda, dan

untuk laju selusur katoda dipilih nilai $\ln |J|$ pada pemindaian anoda sebagai absis dan η sebagai ordinat pada pemindaian katoda dari masing-masing uji. Setelah diperoleh grafik antara laju selusur katoda dan anoda dari masing-masing pemindaian, ditentukan titik potong $\ln |J|$ kedua grafik tersebut pada nilai $\eta = 0$. Nilai $\ln |J|$ tersebut selanjutnya dieksponensialkan sehingga diperoleh nilai kerapatan arus korosi (J_{corr}). Nilai kerapatan arus korosi selanjutnya dikalikan dengan luas permukaan elektroda kerja terukur untuk menentukan besarnya arus korosi (I_{corr}) sesuai dengan Persamaan 3.1:

$$I_{corr} = J_{corr} \times A \quad \dots\dots\dots (3.1)$$

dengan

I_{corr} : Besaran arus korosi (mA)

J_{corr} : Kerapatan arus korosi (mA/cm²)

A : Luas permukaan elektroda kerja terukur (cm²)

Dari data yang diperoleh dapat menentukan nilai persen proteksi inhibitor untuk mengetahui tingkat efisiensi inhibitor berdasarkan persamaan 2.18.

10. Analisis Kualitatif Korosi

Setelah melakukan perhitungan persen proteksi inhibitor, maka akan diketahui inhibitor dengan tingkat proteksi terbaik. Kemudian larutan inhibitor pada konsentrasi tersebut diinteraksikan dengan baja yang telah dibersihkan selama 1 minggu. Selanjutnya baja yang telah diinteraksikan dipisahkan dari larutan uji dan dikeringkan. Baja tersebut selanjutnya diamati permukaannya dengan menggunakan mikroskop dan dibandingkan dengan baja yang

diinteraksikan dengan medium korosif tanpa inhibitor sehingga diperoleh perbandingan kondisi permukaan baja.