

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Januari sampai Mei 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik. Analisis senyawa menggunakan spektrofotometer *UV-Vis* dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA Universitas Lampung dan analisis senyawa menggunakan spektrofotometer *IR* dilakukan di Laboratorium Instrumentasi FMIPA Universitas Islam Indonesia (UII) Yogyakarta. Analisis senyawa menggunakan spektrofotometer *NMR* dilakukan di *School of Chemical Science, University Science in Malaysia*, dan analisis unsur dengan menggunakan *microelemental analyzer* dilakukan di *School of Food Technology and Chemical Science, Universiti Kebangsaan Malaysia*. Pengujian aktivitas antikorosi dilakukan di Laboratorium Analitik FMIPA Universitas Lampung. Sedangkan analisis kualitatif permukaan baja dengan mikroskop dilakukan di Laboratorium Botani, Jurusan Biologi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

#### **B. Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas dalam laboratorium, *hot plate stirrer*, termometer, neraca analitik, satu set alat refluks,

desikator, spektrofotometer *IR Thermo Nicolet Avatar*, spektrofotometer *UV-Vis Agilent Cary 100*, spektrofotometer *NMR Bruker Avance 400 MHz*, microelemental *analyzer*, pengujian korosi dilakukan dengan alat EA410 *Integrated Potentiostat System eDAQ*, dan analisis permukaan baja dengan mikroskop trinokuler *wolfe* no 994367.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $(C_6H_5)_2SnO$ ,  $(C_6H_5)_3SnOH$ , HCl, aseton, DMSO ( $(CH_3)_2SO$ ), asam 3-aminobenzoat, kertas abrasif, *water HPLC*, metanol *p.a.*, aquades, serta pelat baja lunak tipe HRP.

### C. Cara Kerja

Prosedur umum untuk sintesis senyawa  $R_2Sn(OOCR)_2$  ataupun  $R_3Sn(OOCR)$  dengan R baik alkil maupun fenil dilakukan berdasarkan prosedur yang telah digunakan 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 difeniltimah(IV) di-3-aminobenzoat

Sebanyak 0,8935 gram senyawa difeniltimah(IV) oksida [ $(C_6H_5)_2SnO$ ] direaksikan dengan 0,8396 gram asam 3-aminobenzoat ( $m-C_6H_4NH_2COOH$ ) dengan perbandingan mol 1:2 dalam 30 mL pelarut metanol *p.a.* dan direfluks selama 4 jam dengan pemanas pada suhu 60°C. Setelah reaksi sempurna, metanol diuapkan dan dikeringkan di dalam desikator sampai diperoleh kristal kering. Kemudian kristal hasil sintesis siap untuk dikarakterisasi dengan spektrofotometer

*UV-Vis* yang diukur pada panjang gelombang 190-380 nm (Sudjadi, 1985), spektrofotometer *IR*, spektrofotometer *NMR*, dan dianalisis kandungan unsur C dan H dengan alat *microelemental analyzer*.

## **2. Sintesis senyawa trifeniltimah(IV) 3-aminobenzoat**

Senyawa trifeniltimah(IV) hidroksida [(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>SnOH] 1,1010 gram direaksikan dengan asam 3-aminobenzoat (*m*-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NH<sub>2</sub>COOH) sebanyak 0,4198 gram dengan perbandingan mol 1:1 dalam 30 mL pelarut methanol *p.a.* dan direfluks selama 4 jam dengan pemanas pada suhu 60°C. Setelah reaksi sempurna, metanol diuapkan dan dikeringkan di dalam desikator sampai diperoleh kristal kering. Kemudian kristal senyawa hasil sintesis siap untuk dikarakterisasi dengan spektrofotometer *UV-Vis* yang diukur pada panjang gelombang 190-380 nm (Sudjadi, 1985), spektrofotometer *IR*, spektrofotometer *NMR*, dan dianalisis kandungan unsur C dan H dengan alat *microelemental analyzer*.

## **3. Preparasi baja lunak**

Preparasi baja lunak dilakukan dengan memotong pelat berukuran (2x1) cm serta mengamplasnya dengan kertas abrasif mulai dari grit 180, 240, 400, 600 sampai dengan grit 800. Setelah permukaan baja lunak homogen selanjutnya mencuci dengan akuades, larutan HCl encer dan aseton secara berturut-turut. Kemudian mengukur luas permukaan dan menimbang massa baja sehingga siap digunakan untuk menguji aktivitas antikorosi senyawa organotimah(IV) 3-aminobenzoat.

#### 4. Pembuatan medium korosif

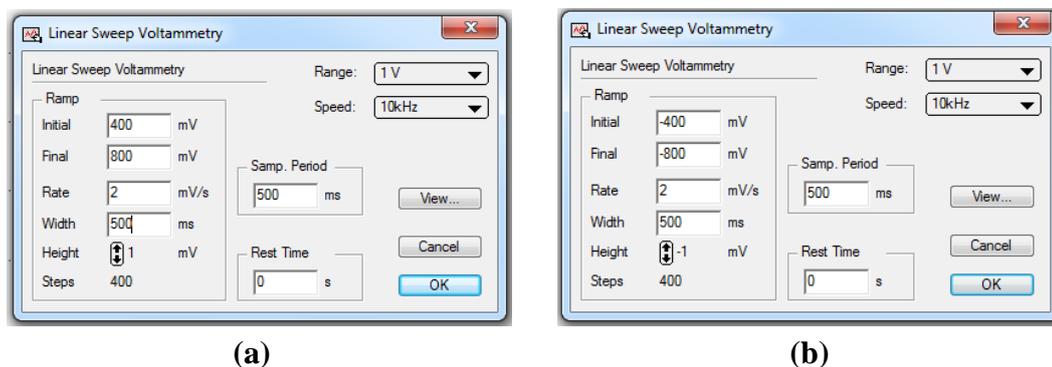
Medium korosif yang akan digunakan dibuat dengan mencampurkan larutan DMSO 0,02 M dan HCl 0,2 M (Rastogi *et al.*, 2005, Rastogi *et al.*, 2011) dengan perbandingan 1:1. Sebanyak 0,14347 ml DMSO *p.a.* dengan kadar 99 % dilarutkan dengan *water HPLC* dalam labu 100 mL sehingga diperoleh larutan DMSO 0,02 % sedangkan larutan HCl 0,2 M dibuat dengan 1,6667 mL larutan HCl *p.a.* dilarutkan pada labu 100 mL dengan pelarut *water HPLC*. Kedua larutan tersebut kemudian dicampurkan dengan perbandingan 1:1 dan dihomogenkan.

#### 5. Pembuatan larutan inhibitor

Larutan inhibitor dibuat dengan melarutkan 0,01 gram zat baik senyawa awal, ligan maupun senyawa hasil sintesis dalam 1,25 mL DMSO *p.a.* Selanjutnya setelah padatan terlarut sempurna ditambahkan dengan *water HPLC* hingga volume larutan tepat 25 ml dan diperoleh larutan stok inhibitor dengan konsentrasi 400 mg/L. Pembuatan larutan dengan variasi konsentrasi inhibitor 20, 40, 60, 80, dan 100 mg/L dilakukan dengan metode pengenceran menggunakan pelarut DMSO 5 % (Afriyani, 2014). Pelarut DMSO 5% dibuat dengan cara menyiapkan 5 mL DMSO dalam labu takar 100 mL lalu ditambahkan dengan *water HPLC* sampai batas tera. Variasi konsentrasi 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; 5,0; 6,25 mL yang diencerkan dalam labu takar 25 mL hingga tepat batas tera.

## 6. Pengujian korosi

Aktivitas antikorosi senyawa organotimah(IV) 3-aminobenzoat diukur dengan metode polarisasi potensiodinamik dengan EA410 *Integrated Potentiostat System* eDAQ yang terdiri dari tiga elektroda, yaitu elektroda pembanding AgCl, elektroda bantu platina (Pt), dan elektroda kerja baja lunak. Sebelum melakukan pengujian, terlebih dahulu membilas elektroda bantu dan elektroda acuan dengan aquades serta mencuci elektroda kerja dengan akuades, HCl dan aseton secara berturut-turut. Selanjutnya merangkai dan mencelupkan elektroda-elektroda pada sel elektrolisis yang telah diisi dengan larutan medium korosif tanpa inhibitor, kemudian potensiostat dihidupkan. Setelah lampu pada potensiostat berwarna hijau, *software E-chem v. 21.8* pada komputer dibuka, kemudian pemindaian dilakukan dengan cara pilih *Technique* pada *menu bar*, *linear sweep* dan pengaturan anoda maupun katoda diatur seperti pada Gambar 7, selanjutnya ketiga elektroda tersebut dibiarkan berinteraksi selama 10 menit dalam medium korosif.



**Gambar 7.** Pengaturan pemindaian (a) anoda dan (b) katoda

Nilai *initial* dan *final* pada pemindaian tersebut berdasarkan nilai  $E_{corr}$  yang diperoleh pada penelitian yang telah dilakukan oleh Afriyani (2014) melalui pengukuran sebesar 400 mV. 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 digunakan 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.

Selanjutnya setelah dibiarkan selama 10 menit, pilih *start* pada kanan bawah layar dan setelah 200 s diperoleh voltammogram hasil pemindaian yang menyatakan hubungan potensial dan arus korosi. Data yang didapatkan dari hasil pengujian dapat diperoleh dengan cara memilih seluruh voltammogram hasil pemindaian, kemudian pilih *edit* pada *menu bar*, *copy special*, *as text*, *calculated current*, dan pilih *ok*. Setelah itu pilih menu *paste* pada lembar kerja *software Microsoft Office Excel*. Pengukuran laju korosi berbagai variasi konsentrasi juga dapat ditentukan dengan metode pemindaian anoda dan katoda yang sama dengan perbandingan larutan inhibitor dan medium korosif 1 : 5.

## **7. Analisis data**

Analisis *Tafel* dilakukan dengan *Microsoft Office Excel 2007* sehingga diperoleh data nilai kerapatan arus korosi ( $\ln |J|$ ) dan overpotensial ( $\eta$ ) dari anoda dan katoda yang kemudian diekstrapolasikan dalam bentuk grafik. Pembuatan grafik dilakukan dengan cara memilih data  $\ln |J|$  dan  $\eta$  dari hasil pemindaian anoda,

selanjutnya pilih *insert* pada menu bar, *scatter, scatter with smooth lines and markers*, kemudian klik kanan pada grafik, pilih *move chart* untuk memindahkan grafik pada *sheet* baru. Untuk laju selusur anoda,  $\ln|J|$  sebagai absis dan  $\eta$  sebagai ordinat, sedangkan untuk katoda nilai  $\ln|J|$  pada pemindaian anoda sebagai absis dan  $\eta$  pada pemindaian katoda sebagai ordinat.

Kemudian ditentukan titik potong  $\ln |J|$  kedua grafik tersebut pada nilai  $\eta = 0$ . Nilai  $\ln |J|$  tersebut selanjutnya diekspensialkan 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. Dari nilai tersebut selanjutnya dapat ditentukan besarnya laju korosi dan % efisiensi inhibisi menurut Persamaan 1 dan 2.

## **8. Analisis kualitatif permukaan baja**

Setelah mengetahui inhibitor dengan aktivitas terbaik, maka selanjutnya larutan inhibitor pada konsentrasi terbaik tersebut diinteraksikan dengan baja yang telah dibersihkan selama 24 jam. Kemudian baja yang telah diinteraksikan dipisahkan dari larutan uji dan dikeringkan. Baja tersebut selanjutnya diamati permukaannya dengan mikroskop dan dibandingkan dengan baja yang diinteraksikan dengan medium korosif tanpa inhibitor sehingga dapat diperoleh perbandingan kondisi permukaan dari masing-masing baja.