

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan Maret sampai Juli 2012 di Laboratorium Kimia Fisika FMIPA dan Laboratorium Biomasa Terpadu Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas yang biasa digunakan dalam laboratorium, timbangan analitik *WIGGER HAUSER*, botol minuman berukuran 250 mL, alat pengguncang orbital (*orbital shaker*) *WIGGER HAUSER OS-150*, penguap putar vakum (*rotary evaporator*) *Buchi Rotavapor R-210*, lampu UV *Kohler SN402006*, seperangkat alat-alat kromatografi lapis tipis (KLT), spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) *Varian 2000 FT-IR Scimilar Series* dan alat pengukuran potensiodinamik *EA160 Potentiostat*.

Bahan yang digunakan adalah buah pinang yang telah dikeringkan dan dihaluskan, diperoleh dari Kelurahan Rejosari, Kabupaten Kotabumi Lampung Utara. Baja lunak tipe BJTP 24 dengan tebal 0,1 cm, kertas abrasif dengan grit 240, 400, 600, dan 800. Sedangkan bahan kimia yang dipakai meliputi etil asetat, metanol, aseton, akuades, kloroform, NaCl, gas CO₂, HCl, dan NaHCO₃.

C. Prosedur Penelitian

1. Penyiapan sampel

Sampel buah pinang sebanyak 1,5 kg dibersihkan dari kulitnya kemudian dipotong kecil-kecil dan dikeringkan. Pengerinan dilakukan dibawah sinar matahari untuk menghilangkan kadar air dan untuk mencegah terjadinya perubahan kimia. Sampel yang telah kering dihaluskan untuk mempermudah dan memaksimalkan proses ekstraksi.

2. Ekstraksi buah pinang

2.1 Maserasi

Satu kilogram sampel buah pinang dimaserasi dengan pelarut metanol sambil diaduk menggunakan alat pengguncang orbital (*iorbital shaker*) selama dua hari. Ekstrak metanol yang diperoleh disaring kemudian dipekatkan dengan menggunakan penguap putar vakum (*rotary evaporator*) pada suhu 45-50°C. Ekstrak kasar metanol (fasa M) yang diperoleh sebagian dibuat larutan inhibitor (proses dapat dilihat pada sub bab 6) dan sebagian lagi diekstraksi menggunakan pelarut kloroform dan etil asetat.

2.2 Ekstraksi

Fasa M diekstraksi dengan pelarut kloroform dan etil asetat menggunakan corong pisah. Pada penambahan kloroform didapat dua lapisan yaitu lapisan atas (fasa M₁) dan lapisan bawah (fasa C). Fasa M₁ diekstraksi kembali dengan etil asetat yang terbentuk dua lapisan

yaitu lapisan bawah (fasa M_2) dan lapisan atas (fasa E). Fasa M_1 dan M_2 masing-masing diuji daya inhibisinya dan dianalisis komponennya dengan metode KLT.

3. Analisis fasa M_1 dan M_2 dengan metode kromatografi lapis tipis (KLT)

Langkah pertama yang dilakukan pada metode ini adalah mencari eluen terbaik untuk melakukan analisis selanjutnya yang digunakan untuk mengetahui komponen pada fasa M_1 dan M_2 . Komponen tersebut divisualisasi dengan pereaksi Dragendorff, ninhidrin, $AlCl_3$, iodine dan $FeCl_3$.

Pereaksi Dragendorff untuk mengetahui adanya senyawa alkaloid yang mengandung gugus fungsi amina sekunder dan tersier yang ditandai dengan timbulnya noda berwarna merah jingga. Pereaksi ninhidrin untuk mengetahui adanya senyawa alkaloid yang mengandung gugus fungsi amina primer yang ditandai dengan timbulnya noda berwarna ungu. Pereaksi $AlCl_3$ untuk mengetahui adanya senyawa flavonoid yang ditandai dengan timbulnya noda berwarna kuning dibawah lampu UV pada panjang gelombang () 360 nm. Sedangkan untuk uji tanin digunakan pereaksi iodine yang ditandai dengan timbulnya noda coklat dan pereaksi $FeCl_3$ yang ditandai dengan perubahan warna hijau kehitaman atau biru kehitaman.

1. Identifikasi fasa M_1 dan M_2 menggunakan spektroskopi IM

Senyawa inhibitor diidentifikasi menggunakan spektroskopi IM. Tujuannya adalah untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa inhibitor.

2. Larutan inhibitor korosi ekstrak buah pinang

Fasa M dibuat larutan induk inhibitor sebesar 1000 mg/L dengan melarutkan 500 mg fasa M dalam 50 mL pelarut, pelarut 10 % metanol (5 mL metanol dan 45 mL akuades). Cara yang sama dilakukan untuk membuat inhibitor dari fasa M₁ dan M₂.

3. Pembuatan medium korosif

Medium korosif adalah larutan yang dapat mengakibatkan terjadinya korosi. Medium korosif pada penelitian ini adalah air laut buatan (*brine solution*) yang dibuat dengan cara mencampurkan 30 g NaCl dengan 100 mg NaHCO₃ yang ditambah akuades sampai volumenya 1 L.

4. Penyiapan baja lunak

Baja lunak tipe BJTP 24 dipotong dengan ukuran (2x1) cm dan diampelas dengan kertas abrasif mulai dari grit 240, 400, 600 sampai dengan grit 800. Setelah permukaan baja lunak rata atau homogen selanjutnya dibersihkan dengan akuades, larutan HCl encer dan aseton secara berturut-turut. Baja lunak tersebut diukur luas permukaannya lalu ditimbang massanya, dan disimpan dalam desikator sampai waktu digunakan.

5. Pengujian sampel

8.1 Metode gravimetri

Seratus mililiter larutan medium korosi dimasukkan ke dalam botol-botol berukuran 250 ml dan setiap botol-botol tersebut dijenuhkan dengan gas CO₂. Larutan inhibitor yang telah dibuat ditambahkan ke dalam larutan medium dengan variasi konsentrasi 50, 100, 150, 200, dan 250 mg/L. Kemudian sampel baja lunak yang telah ditimbang massanya dimasukkan ke dalam larutan medium tanpa atau dengan inhibitor yang telah jenuh dengan gas CO₂, kemudian botol-botol ditutup dan diguncang dengan penguncang orbital (orbital shaker) selama 24 jam pada suhu kamar. Setelah 24 jam baja dikeluarkan dari botol-botol, dibersihkan dan ditimbang kembali. Laju korosi dapat diketahui dari selisih berat awal dengan akhir yang didapatkan dari percobaan menggunakan persamaan 1 (hlm 21).

8.2. Metode polarisasi potensiodinamik

Alat potensiostat yang digunakan terdiri dari tiga elektroda, yaitu elektroda pembanding AgCl, elektroda bantu platina (Pt), dan elektroda kerja baja lunak. Elektroda-elektroda tersebut dibilas dengan akuades sebelum digunakan. Setelah itu di rangkai dan celupkan kedalam larutan medium korosif sebagai elektrolitnya dan dihubungkan dengan alat potensiostat.

Langkah pertama dilakukan pengukuran laju tanpa inhibitor, ketiga elektroda tersebut dibiarkan selama 10 menit di dalam elektrolit. Potensial diatur dengan laju pemindaian 0,5 mV/s. Perubahan arus yang terjadi, dicatat kemudian data yang didapatkan diolah untuk menentukan grafik potensiodinamik (terhadap $\ln |j|$) dan di peroleh data densitas arus korosi (I_{kor}) dan potensial korosi (E_{kor}). Langkah selanjutnya adalah pengukuran laju dengan penambahan inhibitor M, M₁ dan M₂ dengan variasi masing-masing konsentrasi larutan

inhibitor 50,100,150,200 mg/L, dari data yang diperoleh dapat dihitung nilai persen proteksinya dengan persamaan 3 (hlm 23).