

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan tempat penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari 2015 sampai dengan Mei 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung untuk sintesis, preparasi sampel dan analisis senyawa menggunakan spektroskopi UV. Analisis senyawa menggunakan spektroskopi IR dilakukan di Laboratorium Instrumentasi MIPA Terpadu, UII, Yogyakarta, analisis unsur dengan menggunakan *microelemental analyzer* dilakukan di *School of Chemical and Food Technology*, Universiti Kebangsaan Malaysia dan analisis senyawa menggunakan NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) dilakukan di *School of Chemical Science, University in Malaysia*. Dilakukan pengujian aktivitas inhibisi korosi pada baja lunak di Laboratorium Analitik, Jurusan Kimia dan analisis permukaan baja menggunakan mikroskop *Trinokuler* dilakukan di Laboratorium Botani, Jurusan Biologi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas di laboratorium kimia, pengaduk magnet dengan pemanas, alat pengukuran potensiodinamik *EA410 Integrated Potentiostat System EDAQ*, mikroskop *Trinokuler wolfe 994367*, spektrofotometer *IR Thermo Nicolet Avatar*, spektrofotometer *UV-Vis Agilent Cary 100*, spektrofotometer *NMR Bruker Avance 400 MHz*, *microelemental analyzer*, seperangkat alat refluks, termometer, *stopwatch*, neraca analitik, botol fial, dan spatula.

Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya yaitu zat-zat kimia dengan kualitas GR (*Grade Reagent*) atau PA (*Pro Analysis*) yang terdiri dari: HCl, aseton, DMSO ((CH₃)₂SO), metanol, difeniltimah(IV) oksida, dibutiltimah(IV) oksida, asam 4-aminobenzoat, air KCKT, baja lunak HRP, aluminium foil serta kertas abrasif mulai dari grit 240, 360, 400, 600, dan 800.

C. Prosedur Penelitian

1. Sintesis senyawa organotimah(IV) 4-aminobenzoat

Prosedur untuk sintesis masing-masing senyawa turunan organotimah(IV) 4-aminobenzoat yaitu senyawa dibutiltimah(IV) di-4-aminobenzoat, difeniltimah(IV) di-4-aminobenzoat pada penelitian ini diadopsi dari prosedur

yang dilakukan oleh Szorcsik *et al.*(2002); Hadi *et al.* (2008); Hadi *et al.* (2009); dan Hadi and Rilyanti (2010).

Sintesis senyawa organotimah(IV) 4-aminobenzoat yaitu dengan menggunakan senyawa awal berupa dibutiltimah(IV) oksida dan difeniltimah(IV) oksida dengan menggunakan ligan asam 4-aminobenzoat.

a. Sintesis senyawa dibutiltimah(IV) di-4-aminobenzoat

Sintesis dilakukan dengan mencampurkan 0,8935 gram senyawa awal dibutiltimah(IV) oksida dan 0,8311 gram ligan asam 4-aminobenzoat serta 30 mL metanol. Kemudian campuran direfluks selama 4 jam dan mengatur stabilitas suhunya antara 58-60 °C. Setelah itu, membagi hasilnya ke dalam 3 buah botol fial. Kemudian memasukkan senyawa hasil sintesis dalam botol ke dalam desikator dan mendinginkannya selama 3-4 minggu. Selanjutnya padatan senyawa hasil sintesis dianalisis menggunakan spektroskopi IR, UV, NMR, dan Mikroanalisis Unsur.

b. Sintesis senyawa difeniltimah(IV) di-4-aminobenzoat

Sintesis dilakukan dengan mencampurkan 0,7620 gram senyawa awal difeniltimah(IV) oksida dengan 0,8311 gram ligan asam 4-aminobenzoat dan 30 mL metanol. Kemudian campuran senyawa direfluks selama 4 jam dan mengatur stabilitas suhunya antara 58-60 °C. Setelah itu, membagi hasilnya ke dalam 3 buah botol fial. Kemudian memasukkan senyawa hasil

refluks dalam botol ke dalam desikator dan mendiampkannya selama 3-4 minggu. Selanjutnya menganalisis padatan senyawa hasil sintesis menggunakan spektroskopi IR, UV, *NMR*, dan Mikroanalisis Unsur.

2. Preparasi Baja Lunak

Preparasi baja lunak dilakukan dengan memotong plat baja dengan ukuran (2x1) cm dan mengamplas dengan variasi kertas abrasif mulai dari grit 240, 360, 400, 600, dan grit 800. Setelah permukaan baja lunak rata atau homogen selanjutnya mencuci baja dengan akuades, larutan HCl encer, dan aseton encer secara berturut-turut. Baja yang telah bersih selanjutnya dikeringkan dan diukur luas permukaannya sehingga dapat digunakan dalam pengukuran (Afriyani, 2014).

3. 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.

0,1435 mL DMSO *p.a.* dengan kadar 99 % dilarutkan menggunakan air KCKT dalam labu 100 mL dan larutan HCl 0,2 M dibuat dengan menggunakan 1,6667 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 (Afriyani, 2014).

4. Uji aktivitas inhibitor korosi

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-elektroda tersebut dengan akuades, HCl, dan aseton sebelum digunakan kemudian merangkai dan mencelupkan ke dalam larutan medium korosif sebagai elektrolitnya dan dihubungkan dengan alat potensiostat.

Langkah pertama adalah melakukan pengukuran laju tanpa inhibitor dengan membiarkan ketiga elektroda tersebut selama 10 menit di dalam larutan elektrolit. Pengaturan potensial akan dilakukan dengan laju pemindaian 0,5 mV/s. Selanjutnya mencatat perubahan arus pada elektrodanya kemudian data yang didapatkan dianalisis untuk menentukan grafik potensiodinamik (η terhadap $\ln|J|$) dan di peroleh data densitas arus korosi (J_{corr}) dan potensial korosi (E_{corr}). Langkah selanjutnya adalah pengukuran laju dengan penambahan inhibitor senyawa turunan organotimah(IV) 4-aminobenzoat yaitu senyawa dibutyltin(IV) di-4-aminobenzoat dan difenyltin(IV) di-4-aminobenzoat dengan variasi masing-masing konsentrasi larutan inhibitor 20, 40, 60, 80, dan 100 mg/L serta dibandingkan terhadap kontrol DMSO-HCl, sehingga diperoleh data pengukuran dan selanjutnya menghitung besarnya proteksi inhibitor (Anggraini, 2014) atau persentase efektivitas penghambatan (%EI) serta menghitung laju korosi senyawa uji sesuai dengan Persamaan (2).

5. Uji permukaan baja

Uji permukaan baja dilakukan dengan merendam baja selama satu hari satu malam dalam larutan medium korosif (DMSO-HCl) sebagai senyawa kontrol dan juga merendam dalam larutan inhibitor yaitu campuran medium korosif (DMSO-HCl) dengan senyawa hasil sintesis yaitu difeniltimah(IV) di-4-aminobenzoat dan dibutiltimah(IV) di-4-aminobenzoat konsentrasi 100 ppm dengan perbandingan 1:5. Kemudian setelah direndam masing-masing baja diamati menggunakan mikroskop *Trinokuler* dan selanjutnya dibandingkan terhadap kontrolnya.