

**PEMISAHAN FRAKSI OLIGOMER 4-VINILPIRIDIN DAN UJI
AKTIVITASNYA SEBAGAI INHIBITOR KOROSI**

SKRIPSI

Oleh

AL HUDA FIDYATI VAZIRA



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023**

ABSTRAK

PEMISAHAN FRAKSI OLIGOMER 4-VINILPIRIDIN DAN UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI INHIBITOR KOROSI

Oleh

AL HUDA FIDYATI VAZIRA

Oligomer 4-vinilpiridin hasil sintesis yang digunakan pada penelitian ini telah difraksinasi dengan metode kromatografi kolom menggunakan Sephadex LH-20 sebagai fase diam dan metanol sebagai fase gerak. Fraksi 1 (F1a) oligomer 4-vinilpiridin dilakukan pemisahan lebih lanjut dengan cara fraksinasi kembali untuk mendapatkan senyawa dengan rentang berat molekul yang lebih kecil. Fraksi-fraksi yang diperoleh dianalisis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan dikarakterisasi dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Hasil fraksinasi kemudian diuji aktivitasnya sebagai inhibitor korosi baja lunak dalam medium korosif jenuh CO₂ menggunakan metode kehilangan berat (*wheel test*). Permukaan baja lunak dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil analisis KLT dengan eluen etil asetat : heksana : asam asetat (7:3:3 tetes) menunjukkan F1a-F4a memiliki spot noda yang bertumpuk, sehingga dapat disimpulkan masing-masing fraksi belum terpisah secara sempurna. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan pada monomer 4-vinilpiridin memiliki pita serapan pada panjang gelombang 834 cm⁻¹ dari gugus alkena -C=CH, sedangkan pada oligomer 4-vinilpiridin dan semua fraksi tidak memiliki pita serapan pada panjang gelombang tersebut karena ikatan rangkap monomer berubah menjadi ikatan tunggal oligomer. Uji aktivitas inhibitor korosi dengan metode *wheel test* menunjukkan semua fraksi dapat berfungsi sebagai inhibitor korosi, dengan persen proteksi paling tinggi yaitu dari F5a sebesar 90% dan F5b sebesar 82,8%, namun sampel pada kedua fraksi tersebut tidak mencukupi untuk dilakukan analisis permukaan. Hasil analisis permukaan menunjukkan baja dengan penambahan inhibitor F4b terlihat terlindungi dengan baik, sesuai dengan persen proteksinya yang cukup baik berdasarkan hasil *wheel test* sebesar 75,3%.

Kata kunci: Oligomer 4-vinilpiridin, fraksi, inhibitor korosi

ABSTRACT

SEPARATION OF 4-VINYLPYRIDINE OLIGOMER FRACTION AND TESTING ITS ACTIVITY AS A CORROSION INHIBITOR

By

AL HUDA FIDYATI VAZIRA

The synthesized 4-vinylpyridine oligomer used in this study was fractionated by column chromatography using Sephadex LH-20 as the stationary phase and methanol as the mobile phase. Fraction 1 (F1a) of the 4-vinylpyridine oligomer was further fractionated to obtain compounds with lower molecular weight range. The fractions obtained were analyzed by thin layer chromatography (TLC) and characterized by Fourier transform infrared (FTIR). The fractionations obtained were then tested for their activity as corrosion inhibitors for mild steel in CO₂ saturated corrosive medium using the weight lost method. The mild steel surface was analyzed using scanning electron microscope (SEM). The results of TLC analysis with ethyl acetate : hexane : acetic acid (7:3:3 volume) showed that F1a-F4a indicated that each fraction was not completely separated. The FTIR characterization results show that the 4-vinylpyridine monomer has an absorption band at a wavelength of 834 cm⁻¹ from alkene group -C=CH, whereas the 4-vinylpyridine oligomer and all fractions do not have an absorption band at that region suggesting that the monomer double bond has been converted into oligomeric single bonds. Corrosion inhibitor activity test using the wheel test method showed all fractions could function as corrosion inhibitors, with the highest percentage of protection from F5a of 90% and F5b of 82.8%. The results of the surface analysis showed that the steel with the addition of inhibitor F4b appeared to be well protected, in agreement with the relatively good percent protection of 75.3% obtained from the wheel test experiment.

Keywords: 4-vinylpyridine oligomer, fraction, corrosion inhibitor

**PEMISAHAN FRAKSI OLIGOMER 4-VINILPIRIDIN DAN UJI
AKTIVITASNYA SEBAGAI INHIBITOR KOROSI**

Oleh

AL HUDA FIDYATI VAZIRA

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023**

Judul Skripsi : **PEMISAHAN FRAKSI OLIGOMER 4-VINILPIRIDIN
DAN UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI
INHIBITOR KOROSI**

Nama Mahasiswa : **Al Huda Fidyati Qasira**


Nomor Pokok Mahasiswa : **1817011005**

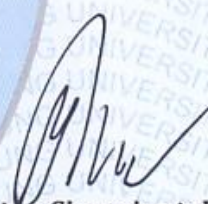
Jurusan : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

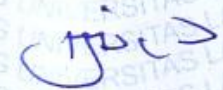


1. **Komisi Pembimbing**


Dr. Ilim, M.S.
NIP 19650525 199003 2 002


Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D.
NIP 19590706 198811 1 001

2. **Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung**


Mulyono, Ph.D.
NIP 19740611 200003 1 002

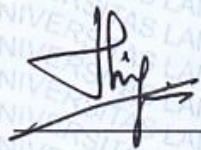
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : Dr. Ilim, M.S.

Sekretaris : Prof. Wasinton Simajuntak, Ph.D.

Anggota : Syaiful Bahri, S.Si., M.Si.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Meri Satria, S.Si., M.Si.
NIP. 19711001 200501 1 002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 11 April 2023

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Al Huda Fidyati Vazira

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817011005

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi yang berjudul **Pemisahan Fraksi Oligomer 4-Vinilpiridin dan Uji Aktivitasnya sebagai Inhibitor Korosi** adalah benar karya saya sendiri. Selanjutnya saya juga tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data di dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi, sepanjang nama saya disebutkan dan terdapat kesepakatan sebelum dilakukan publikasi. Demikian pernyataan ini saya buat dengan sadar dan sebenarnya untuk digunakan sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 05 Juni 2023

Menyatakan



Al Huda Fidyati Vazira
NPM. 1817011005

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Al Huda Fidyati Vazira dilahirkan di Karang Agung pada 24 Oktober 2000. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Bapak Mustafid dan Ibu Nurhayati. Penulis menyelesaikan pendidikan di SD N 1 Sebarus lulus pada tahun 2012, kemudian melanjutkan pendidikan di SMP N 1 Way Tenong

lulus pada tahun 2015, dan penulis melanjutkan pendidikan di SMA N 1 Way Tenong lulus pada tahun 2018.

Pada tahun 2018 penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN). Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah menjadi asisten praktikum Kimia Dasar angkatan 2022 pada Tahun 2022. Penulis juga pernah menjadi pengurus organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia di bidang Sosial Masyarakat (Sosmas) pada tahun 2018.

Penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Pekon Padang Tambak, Kecamatan Way Tenong, Kabupaten Lampung Barat pada Februari-Maret 2021. Tahun 2022 penulis menyelesaikan kerja praktik dengan judul “Sintesis dan Fraksinasi Oligomer 4-Vinilpiridin dan Uji Aktivitasnya sebagai Inhibitor Korosi”. Tahun 2023 penulis menyelesaikan penelitian dengan judul “Pemisahan Fraksi Oligomer 4-Vinilpiridin dan Uji Aktivitasnya sebagai Inhibitor Korosi”.

MOTTO

“Sesungguhnya bersama kesulitan pasti ada kemudahan”

Q.S. Al-‘Insyirah [94]: 6

*“Jika kamu tidak sanggup menahan lelahnya belajar maka
kamu harus sanggup menahan perihnya kebodohan”*

Imam Syafi’i

*“Sesungguhnya Allah tidak akan mengubah keadaan suatu
kaum, sebelum kaum itu sendiri mengubah yang ada pada
diri mereka”*

Q.S. Ar-Ra’d [13]: 11

*“Cukuplah bagi kami Allah sebagai penolong dan Dia adalah
sebaik-baik pelindung”*

Q.S. Ali Imran [3]: 173

PERSEMBAHAN

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Alhamdulillah Puji Syukur Kehadirat Allah SWT Yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang atas Rahmat, Karunia, dan Hidayah-Nya

Dengan segala kerendahan hati, kupersembahkan karya kecil ini sebagai tanda cinta, hormat, tanggung jawab, dan baktiku

Kepada :

Kedua Orang Tuaku

Bapak Mustafid dan Ibu Nurhayati

Yang telah menjadi sumber kebahagiaan dan kekuatan untukku, yang telah memberikan kasih sayang, do'a, kesabaran, dukungan, serta nasihat yang tak pernah henti agar senantiasa tetap berpegang teguh pada agama Allah SWT.

Adikku tersayang,

Dzakira Talita Yumna

Atas dukungan dan Semangat yang diberikan.

Ibu Dr. Ilim, M.S., Bapak Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D., dan Bapak Ibu Dosen Jurusan Kimia

Yang telah membimbingku selama menempuh pendidikan sarjana di Jurusan Kimia Universitas Lampung.

Seluruh sahabat dan teman-teman terdekatku yang selama ini telah memberikan banyak dukungan, bantuan dan motivasi kepadaku

Serta

Almamaterku Tercinta
Universitas Lampung

SANWACANA

Assalamu'alaikum Wr.Wb.

Segala puji hanya milik Allah, yang telah memberikan segala bentuk rahmat, hidayah, dan inayah-Nya yang tak bertepi. Shalawat beriring salam semoga selalu tercurah kepada Nabi Muhammad SAW. pembawa rahmat bagi seluruh alam, suri tauladan yang baik bagi seluruh umat manusia. Semoga kita sebagai umatnya diberikan keistiqomahan dalam menjalankan sunnah-sunnahnya. Atas segala karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul

“Pemisahan Fraksi Oligomer 4-Vinilpiridin dan Uji Aktivitasnya sebagai Inhibitor Korosi”

sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Dalam kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah memberikan bantuan berupa dukungan baik moril maupun material kepada penulis dari awal perkuliahan sampai dengan penyelesaian skripsi, terutama kepada :

1. Kedua Orang Tua tercinta Ibu Nurhayati dan Bapak Mustafid yang selalu memberikan semangat, motivasi, pengalaman, dan doa yang tak pernah henti-hentinya terucap untuk saya sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini, serta segala perjuangan dan pengorbanan yang telah diberikan. Semoga Allah SWT selalu memberikan kesehatan, menjaga, dan melindunginya. Aamiin.
2. Adikku Dzakira Talita Yumna yang telah memberikan warna-warni tingkahnya yang selalu mewarnai hari-hari penulis.
3. Keluarga dari pihak Ibu dan Bapak yang telah memberikan nasihat, motivasi, dan semangat.

4. Dr. Ilim, M.S. selaku pembimbing I yang telah bersedia membimbing penulis dan telah banyak memberikan ilmu pengetahuan, bimbingan, gagasan, bantuan, dukungan, semangat, kesabaran, dan nasehat-nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Semoga Allah memberikan yang terbaik dan membalas segala kebaikan Ibu.
5. Prof. Wasinton Simanjuntak, Ph.D. selaku pembimbing II yang telah bersedia membimbing penulis dan telah banyak memberikan ilmu pengetahuan, bimbingan, gagasan, bantuan, dukungan, semangat, kesabaran, dan nasehat-nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Semoga Tuhan memberikan yang terbaik dan membalas segala kebaikan Bapak.
6. Syaiful Bahri, M.Si. selaku pembahas yang telah memberikan kritik, saran, arahan, dukungan, dan motivasi kepada penulis sehingga skripsi ini terselesaikan dengan baik.
7. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku pelaksana tugas dekan FMIPA Universitas Lampung.
8. Bapak Diky Hidayat, M. Sc., selaku pembimbing akademik atas bimbingan, nasehat, serta motivasi yang telah diberikan kepada penulis.
9. Mulyono, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung atas segala bimbingan dan motivasi yang telah diberikan kepada penulis.
10. Seluruh civitas akademika Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung yang telah memberikan bantuan serta dukungan kepada penulis.
11. Guru-guru SD, SMP, dan SMA yang telah mendidik dan memberikan ilmu pengetahuan yang sangat berguna kepada penulis selama menempuh pendidikan.
12. Teman Penelitian : Nabila Anastasya, Alya Ika Nurafifah, Sahrul Junaidi, dan Laila Hidayah. Terimakasih sudah menjadi teman yang senantiasa membantu dan membuat bahagia setiap harinya.

13. *My True Friends* : Alya Ika Nurafifah, Salsabilla Bethari Purworini, dan Salsabilla. Terimakasih sudah menjadi teman berbagi cerita dan senantiasa membantu dalam keadaan apapun sejak maba.
14. *My special person* : Deki Aldi Ramadhan. Terimakasih atas dukungan semangat, motivasi, dan telah banyak membantu dalam banyak hal.
15. *Chemistry 18* : maaf tidak bisa disebutkan satu persatu tapi terimakasih atas jalinan persaudaraan ini, semoga akan selalu seperti ini.
16. Rayyanza Malik Ahmad, ponakan virtual yang selalu menjadi *mood booster* penulis dalam mengerjakan skripsi.
17. Sahabat dan teman-teman sejak kecil hingga sekarang yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu, terimakasih telah memberikan warna-warni kehidupan.
18. Seluruh teman-teman kimia dari berbagai angkatan, baik senior maupun junior, terimakasih atas bimbingan, arahan, dan juga menjadi bahan pembelajaran untuk saya selama duduk dibangku perkuliahan.
19. Seluruh civitas akademika Universitas Lampung dan almamater tercinta Universitas Lampung.

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR GAMBAR	iii
DAFTAR TABEL	iv
I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Tujuan Penelitian.....	4
1.3. Manfaat Penelitian.....	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Korosi	5
2.2. Korosi CO ₂	6
2.3. Perlindungan Terhadap Korosi.....	8
2.3.1. Proteksi katodik.....	8
2.3.2. Pelapisan (<i>coating</i>) atau pengecatan (<i>painting</i>)	8
2.3.3. Pemilihan material (<i>material selection</i>)	9
2.3.4. Penambahan inhibitor.....	9
2.4. Inhibitor Korosi	9
2.4.1. Inhibitor anorganik.....	10
2.4.2. Inhibitor organik.....	10
2.5. Senyawa Oligomer 4-Vinilpiridin.....	11
2.6. Fraksinasi Oligomer 4-Vinilpiridin.....	13
2.7. Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	14
2.8. Karakterisasi dengan <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	16
2.9. Spektrometri Massa (<i>Liquid Chromatograph-Mass Spectrometry</i>).....	19
2.10. Penentuan Laju Korosi Metode Kehilangan Berat (<i>Wheel Test</i>)	21
2.11. Analisis <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	22
III. METODE PENELITIAN	26
3.1. Waktu dan Tempat	26
3.2. Alat dan Bahan	26
3.3. Prosedur Penelitian.....	26
3.3.1. Sintesis oligomer 4-vinilpiridin.....	26
3.3.2. Fraksinasi oligomer 4-vinilpiridin.....	27
3.3.3. Pembuatan larutan	28
3.3.4. Analisis menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	28
3.3.5. Penentuan laju korosi metode kehilangan berat (<i>wheel test</i>)	28
3.3.6. Analisis permukaan dengan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM) .	29
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	30
4.1. Sintesis Oligomer 4-Vinilpiridin.....	30
4.2. Fraksinasi	30
4.3. Analisis menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	33

4.4. Karakterisasi hasil fraksinasi dengan spektrofotometer <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	34
4.5. Penentuan Laju Korosi Metode Kehilangan Berat (<i>Wheel Test</i>)	37
4.6. Analisis Permukaan dengan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	40
V. SIMPULAN DAN SARAN	42
5.1. Simpulan.....	42
5.2. Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN	48
Lampiran I. Perhitungan %Rendemen Hasil Sintesis	49
Lampiran II. Perhitungan Pembuatan Larutan	50
Lampiran III. Gambar Spektrum FTIR O(4-VP), F1a-F5a	51
Lampiran IV. Perhitungan Metode Kehilangan Berat (<i>Wheel Test</i>)	55
Lampiran V. Mikrograf Permukaan Sampel Baja menggunakan SEM	57

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur monomer 4-vinilpiridin	11
Gambar 2. Fraksi-fraksi O(4-VP) bebas pelarut (Hidayah, 2021)	14
Gambar 3. Hasil KLT perbandingan antara oligomer 4-vinilpiridin dan masing-masing fraksi (Hidayah, 2021)	16
Gambar 4. Skema alat spektrofotometer FTIR (Rohman, 2018)	17
Gambar 5. Spektrum FTIR monomer 4-VP dan Oligomer 4-VP (Ilim <i>et al.</i> , 2021).	18
Gambar 6. Spektrum MS oligomer 4-vinilpiridin (Ilim <i>et al.</i> , 2021).	20
Gambar 7. Skema alat SEM (Setianingsih, 2017)	23
Gambar 8. Mikrograf SEM baja ringan (A), baja ringan setelah perendaman 24 jam dalam larutan korosif tanpa inhibitor (B), baja ringan dalam larutan korosif yang mengandung inhibitor (C) (Ilim <i>et al.</i> , 2021)....	25
Gambar 9. Hasil sintesis O(4-VP)	30
Gambar 11. Hasil fraksinasi oligomer 4-vinilpiridin	31
Gambar 12. Hasil fraksinasi oligomer 4-vinilpiridin setelah dihilangkan pelarutnya.	31
Gambar 13. Hasil fraksinasi F1a sebelum dihilangkan pelarutnya	32
Gambar 14. Hasil fraksinasi F1a sesudah dihilangkan pelarutnya.	33
Gambar 15. Hasil KLT perbandingan antara monomer 4-VP (M), oligomer 4-VP (O), dan F1a-F5a dengan eluen etil asetat: n-heksana: asam asetat (7:3:3 tetes)	34
Gambar 16. Spektrum FTIR senyawa O(4-VP), M(4-VP), F1a-F5a	35
Gambar 17. Spektrum FTIR senyawa O(4-VP) F1-F5 (Hidayah, 2021)	37

Gambar 18. Kurva persen proteksi O(4-VP), F1a-F5a	39
Gambar 19. Kurva persen proteksi F1b-F5b.....	40
Gambar 20. Mikrograf sampel baja lunak dengan perbesaran 15000: (a) sampel tanpa perlakuan, (b) perlakuan sampel tanpa inhibitor, (c) perlakuan sampel dengan penambahan inhibitor F1a, (d) perlakuan sampel dengan penambahan inhibitor F4a, dan (e) perlakuan sampel dengan penambahan inhibitor F4b.....	41

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Massa gugus akhir untuk beberapa kombinasi (Ilim <i>et al.</i> , 2021).	12
Tabel 2. Massa oligomer (H ⁺) untuk variasi kombinasi gugus akhir (Ilim <i>et al.</i> , 2021).	12
Tabel 3. Berat molekul (m/z) dan intensitas relatif dari komponen sampel yang disintesis (Ilim <i>et al.</i> , 2021).	20
Tabel 4. Hasil uji <i>wheel test</i> menggunakan O(4-VP) sebagai inhibitor korosi pada suhu 50°C (Ilim <i>et al.</i> , 2021).	22
Tabel 5. Hasil fraksinasi O(4-VP).....	32
Tabel 6. Hasil fraksinasi F1a.....	33
Tabel 7. Bilangan gelombang pada spektrum FTIR senyawa M(4-VP), O(4-VP), F1a-F5a.	35
Tabel 8. Hasil <i>wheel test</i> fraksi-fraksi O(4-VP).....	38
Tabel 9. Hasil <i>wheel test</i> fraksi-fraksi F1a.....	39
Tabel 10. Hasil <i>wheel test</i> fraksi-fraksi O(4-VP).....	55

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Perkembangan dan kemajuan teknologi telah meningkatkan kebutuhan manusia terhadap baja lunak karena material ini mudah diperoleh, mudah ditempa, dan memiliki kekuatan tarik yang baik (Yetri *et al.*, 2015). Baja lunak banyak digunakan pada industri pertambangan migas, sistem permipaan, transportasi, dan sumur produksi minyak mentah (*crude oil*), namun baja lunak sangat rentan terhadap korosi. Korosi dapat menyebabkan umur pemakaian suatu material lebih singkat dan menyebabkan kerugian ekonomi yang sangat besar pada suatu industri karena menurunnya kualitas logam tersebut (Putra dan Pratama, 2018).

Korosi merupakan proses degradasi atau penurunan mutu suatu logam akibat reaksi elektrokimia antara logam dengan lingkungannya seperti kelembaban, suhu, udara, uap, atau polutan (Arellano-Pérez *et al.*, 2019). Korosi terjadi akibat adanya garam-garam anorganik (garam klorida, sulfat, dan karbonat); asam-asam organik (asam format, asetat, dan propanoat) dan adanya gas-gas yang bersifat asam seperti gas hidrogen sulfida (H_2S) dan karbon dioksida (CO_2). Senyawa-senyawa tersebut pada pipa industri minyak dan gas dapat meningkatkan potensi korosi, terutama dengan adanya gas CO_2 dapat meningkatkan korosi CO_2 pada pipa. Korosi CO_2 merupakan korosi internal pada material yang disebabkan adanya interaksi antara CO_2 dengan fasa cair (Sim *et al.*, 2013).

Korosi pada logam merupakan masalah yang tidak dapat dihindari tetapi proses korosi tersebut dapat diminimalisir dengan proteksi atau pengendalian laju korosi. Korosi dapat dicegah dengan beberapa cara antara lain; pelapisan permukaan logam, perlindungan katodik maupun anodik dan penambahan inhibitor korosi (Avelino *et al.*, 2018). Penambahan inhibitor merupakan cara yang paling efektif untuk menghambat korosi, karena hemat biaya dan prosesnya sederhana (Ilim *et*

al., 2021). Inhibitor merupakan zat yang ditambahkan dengan jumlah sedikit ke dalam suatu lingkungan untuk mencegah terjadinya korosi, baik dengan menggunakan senyawa anorganik maupun senyawa organik. Senyawa anorganik yang biasa digunakan adalah fosfat, kromat, dikromat, silikat, borat, molibdat dan arsenat, namun inhibitor ini memiliki kelemahan yaitu bersifat toksik, mahal, dan tidak ramah lingkungan (Liu *et al.*, 2016). Hal ini menyebabkan inhibitor anorganik mulai dikurangi penggunaannya oleh industri dan memilih untuk menggunakan inhibitor organik yang lebih aman, mudah didapatkan, ramah lingkungan, dan biaya yang relatif murah (Yanuar, 2016). Senyawa organik yang biasa digunakan adalah senyawa yang mengandung unsur N, O, S, P, dan atom-atom yang memiliki pasangan elektron bebas. (Gu *et al.*, 2015; Yildiz, 2015; Zarrouk *et al.*, 2015).

Senyawa organik baik yang alami maupun sintesis telah banyak dipelajari dan dianalisis untuk menyelidiki potensinya sebagai inhibitor korosi, beberapa diantaranya yaitu; nikotin dan kafein (Ilim dkk., 2007), tanin (Wahyuni dan Syamsudin, 2014), vinilpiperidin (Ilim, 2017), dan vinilpiridin (Ilim *et al.*, 2016; Ilim 2017; Ilim *et al.*, 2021). Inhibitor organik sintesis lebih umum digunakan, karena dapat diproduksi secara massal dalam waktu singkat dan gugus fungsinya dapat diperbanyak untuk meningkatkan kinerjanya sebagai inhibitor korosi (Ilim, 2017), karena keunggulannya tersebut senyawa organik polimerik yang memiliki kemampuan sebagai inhibitor korosi terus dikembangkan. Senyawa polimer dengan gugus fungsi tertentu memiliki kemampuan untuk membentuk ion kompleks dengan ion logam pada permukaan logam (Eliyan dan Alfantazi, 2014). Molekul polimer memiliki ukuran yang besar sehingga dapat menutupi area logam yang lebih luas dan permukaan logam akan terlindungi dari komponen korosif yang ada di lingkungan (Ilim *et al.*, 2021). Poli(4-vinilpiridin) merupakan salah satu senyawa polimer yang telah diteliti sebagai inhibitor korosi baja lunak oleh Abed *et al.*, 2001; Ilim *et al.*, 2016; Ilim, 2017; Ilim *et al.*, 2021.

4-Vinilpiridin sebagai monomer dari senyawa poli 4-vinilpiridin mempunyai sifat yang menarik karena terdapat atom nitrogen pada cincin piridin. Sifatnya sebagai basa lemah yang memiliki pasangan elektron bebas yang dapat membentuk kompleks dengan ion-ion logam. Adanya gugus piridin dari senyawa 4-

vinilpiridin ini menjadi dasar peneliti sebelumnya (Ilim *et al.*, 2021) mensintesis oligomer 4-vinilpiridin menggunakan inisiator hidrogen peroksida (H_2O_2) untuk memperbanyak gugus fungsi, sehingga kinerjanya akan meningkat dibandingkan monomernya.

Pada penelitian sebelumnya (Ilim *et al.*, 2021), oligomer 4-vinilpiridin disingkat dengan O(4-VP) telah disintesis menggunakan inisiator hidrogen peroksida (H_2O_2) dengan konsentrasi rendah dan menghasilkan senyawa dengan berat molekul rendah dapat memproteksi korosi baja lunak dalam medium korosif mengandung CO_2 mencapai 81,9% (berdasarkan EIS) dan 87,8% (berdasarkan Tafel plot) pada konsentrasi 150 mg L^{-1} dan suhu 70°C . Hal ini menandakan bahwa O(4-VP) memiliki kinerja yang sangat baik untuk dijadikan sebagai inhibitor korosi pada konsentrasi dan suhu tinggi. O(4-VP) hasil sintesis tersebut memiliki massa (m/z) dari 100-900, yang sesuai dengan panjang rantai 1-9 unit monomer dengan komponen utama (intensitas tinggi) adalah dimer ($n=2$) dan tetramer ($n=4$).

Pada penelitian (Hidayah, 2021) telah dilakukan fraksinasi hasil sintesis O(4-VP) dengan metode kromatografi kolom menggunakan Sephadex LH-20 sebagai fase diam dan metanol sebagai fase gerak. Hasil fraksinasi pada penelitian tersebut diperoleh fraksi 1, fraksi 2, fraksi 3, fraksi 4, dan fraksi 5 dan kemudian diuji aktivitasnya sebagai inhibitor korosi pada masing-masing fraksi, namun pada penelitian tersebut belum dilakukan pemisahan fraksi lebih lanjut, maka dalam penelitian ini telah dilakukan pemisahan fraksi O(4-VP) lebih lanjut dengan metode kromatografi kolom menggunakan Sephadex LH-20 sebagai fase diam dan metanol sebagai fase gerak. Hasil fraksinasi dari O(4-VP) dianalisis gugus fungsinya menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Semua hasil fraksinasi diuji aktivitasnya sebagai inhibitor korosi baja lunak dalam medium korosif mengandung CO_2 menggunakan metode kehilangan berat (*wheel test*). Karakteristik interaksi antara inhibitor korosi dengan permukaan baja lunak diamati menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

1.2. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Melakukan pemisahan fraksi O(4-VP) menggunakan Sephadex LH-20.
2. Mengkarakterisasi hasil fraksinasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR).
3. Menguji aktivitas hasil fraksinasi sebagai inhibitor korosi dengan metode kehilangan berat (*wheel test*).
4. Menganalisis permukaan baja lunak menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

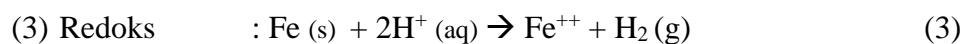
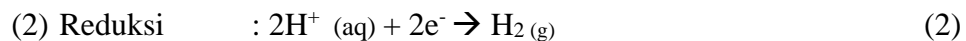
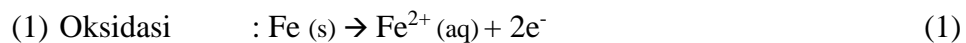
1.3. Manfaat Penelitian

Hasil pemisahan fraksi O(4-VP) dalam penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai aktivitasnya sebagai inhibitor korosi yang efektif dalam industri minyak dan gas bumi.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Korosi

Korosi merupakan proses degradasi atau penurunan mutu suatu logam akibat reaksi elektrokimia antara logam dengan lingkungannya seperti kelembaban, suhu, udara, uap, atau polutan (Arellano-Pérez *et al.*, 2019). Prinsip elektrokimia reaksi yang terjadi pada proses korosi yaitu melibatkan dua reaksi setengah sel yaitu reaksi oksidasi pada anoda dan reaksi reduksi pada katoda. Adapun reaksi yang terjadi jika logam ditempatkan dalam asam kuat yaitu sebagai berikut (Ilim, 2017):



Besi berubah menjadi Fe^{++} dengan melepaskan 2 elektron (oksidasi) yang diambil ion hidrogen sehingga berubah menjadi gas hidrogen (reduksi). Pada reaksi di atas untuk melengkapi reaksi redoks, elektron yang bermuatan negatif akan mengalir dari anoda ke katoda dan ion hidrogen yang bermuatan positif dalam larutan akan berpindah ke katoda, ini menandakan bahwa semakin cepat pelarutan logam (laju korosi), maka akan semakin besar arus yang mengalir dan semakin banyak produk korosinya (Ilim, 2017).

Korosi terjadi akibat adanya garam-garam anorganik (garam klorida, sulfat, dan karbonat); asam-asam organik (asam format, asetat, dan propanoat) dan adanya gas-gas yang bersifat asam seperti gas hidrogen sulfida (H_2S) dan karbon dioksida (CO_2). Senyawa-senyawa tersebut pada pipa industri minyak dan gas dapat

meningkatkan potensi korosi, terutama dengan adanya gas CO₂ dapat meningkatkan korosi CO₂ pada pipa.

2.2. Korosi CO₂

Gas CO₂ di dalam air dapat mempercepat reaksi korosi pada logam, hal ini disebabkan karena adanya pengaruh keasaman dari gas CO₂ sehingga akan membentuk ion karbonat. Ion karbonat akan bertindak sebagai ligan dan mengkatalisis reaksi pelarutan logam sehingga akan terjadi reaksi yang menyebabkan korosi dan apabila logam yang digunakan adalah baja karbon maka korosi yang terbentuk adalah besi karbonat (FeCO₃) yang akan membentuk lapisan tipis pada permukaan logam (Avelino *et al.*, 2018).

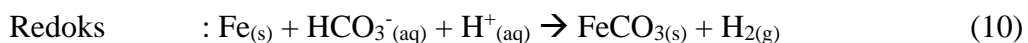
Gas CO₂ merupakan gas yang stabil, lembam, dan tidak korosif, namun setelah pelarutan dalam air dan reaksi hidrasi maka akan terbentuk asam karbonat (H₂CO₃) yang merupakan spesi kimia yang lebih reaktif. Mekanisme gas CO₂ yang terlarut dalam air akan membentuk asam karbonat dengan reaksi berikut (Ilim, 2017):



Korosi CO₂ pada intinya merupakan korosi yang disebabkan oleh asam karbonat, CO₂ bersifat korosif karena adanya air sehingga membentuk asam karbonat. Asam karbonat yang terbentuk akan terdisosiasi menjadi bikarbonat dan ion karbonat melalui 2 tahap, dimana setiap tahapan akan menghasilkan ion hidrogen dengan persamaan berikut.



Dengan demikian reaksi korosi yang terjadi adalah sebagai berikut.



Reaksi ini menghasilkan suasana yang asam dan ion hidrogen akan menyerang besi pada pipa penyalur gas alam sehingga membuat pipa mengalami oksidasi dan mengalami pengikisan. Pengikisan ini akan terus terjadi hingga ion hidrogen yang dihasilkan habis tidak bereaksi. Keberadaan gas CO₂ di dalam air akan mempercepat reaksi korosi logam, hal ini disebabkan karena adanya pengaruh keasaman dari gas CO₂ sehingga dapat membentuk ion karbonat. Ion karbonat ini bertindak sebagai ligan dan mengkatalisis reaksi pelarutan logam sehingga akan terjadi proses korosi. Apabila logam yang dimaksud adalah baja karbon maka produk korosi yang terbentuk adalah besi karbonat (FeCO₃) yang dapat mengendap pada permukaan logam membentuk lapisan tipis (Liu *et al.*, 2014).

Korosi CO₂ dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti suhu, pH, tekanan parsial dan laju aliran (Zhu *et al.*, 2011; Zhang *et al.*, 2012; Fang *et al.*, 2013; Sastri, 2014; Bai *et al.*, 2018). Suhu adalah salah satu faktor penting yang mempengaruhi korosi CO₂. Pada suhu rendah (< 60°C) tidak ada lapisan pelindung yang terbentuk pada permukaan baja karena kelarutan yang tinggi dari produk korosi besi karbonat (FeCO₃) dan semakin meningkatnya suhu, FeCO₃ mengendap dari larutan karena penurunan kelarutan dan membentuk lapisan produk korosi yang merata dan melekat pada permukaan baja, sehingga laju korosi umumnya menurun saat lapisan pelindung korosi terbentuk pada suhu di atas 60°C (Sastri, 2014; Porcayo-Calderon *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2019).

Korosi menjadi salah satu masalah pada bidang ekonomi karena menyangkut umur, penyusutan dan efisiensi pemakaian suatu bahan maupun peralatan terutama dalam kegiatan industri. Korosi banyak menyebabkan kerusakan meliputi; kerusakan pada pipa gas, pipa minyak, kapal, dan alat-alat lain yang terbuat dari besi atau baja. Dampak negatif korosi ini mengakibatkan dua kerugian yaitu pemakaian sumber daya alam menjadi sangat boros, dan orang yang berada pada lingkungan yang bersifat korosif juga akan terganggu keamanan dan kenyamanan hidupnya. Korosi pada logam merupakan hal yang tidak dapat dihindari tetapi proses tersebut dapat diminimalisir dengan proteksi logam atau pengendalian laju korosi. Korosi tersebut dapat dicegah dengan beberapa cara antara lain; pelapisan permukaan logam, perlindungan katodik maupun anodik dan penambahan inhibitor korosi (Avelino *et al.*, 2018).

2.3. Perlindungan Terhadap Korosi

Adapun beberapa metode untuk perlindungan terhadap korosi adalah sebagai berikut (Avelino *et al.*, 2018):

2.3.1. Proteksi katodik

Menurut Roberge (2000) proteksi katodik merupakan salah satu cara perlindungan terhadap korosi yaitu dengan pemberian arus searah (DC) dari suatu sumber eksternal untuk melindungi permukaan logam dari korosi. Prinsip proteksi katodik adalah mengubah semua daerah di permukaan logam menjadi katoda dengan cara menghubungkan anoda dari luar kepada logam yang dilindungi dan melewatkan arus listrik DC. Anoda luar bisa berupa anoda galvanik dimana arus yang mengalir adalah hasil dari perbedaan potensial dua logam, atau berupa anoda arus tanding (*impressed current*) dimana arus dialirkan dari sumber tenaga DC dari luar. Dalam elektrokimia, potensial listrik antara logam dan larutan elektrolit dibuat menjadi lebih negatif dengan memberikan elektron (bermuatan negatif), ke sebuah nilai dimana reaksi korosi (anodik) tertahan dan hanya reaksi katodik saja yang berlangsung. Proteksi katodik dapat dicapai dengan dua cara yaitu; dengan anoda Galvanik (korban) "*Sacrificial Anode Cathodic Protection*" (SACP) dan dengan arus tanding/luar "*Impressed Current Cathodic Protection*" (ICCP) (Hermawan, 2019).

2.3.2. Pelapisan (*coating*) atau pengecatan (*painting*)

Penanggulangan korosi dengan metode *coating* dapat diartikan sebagai pelapis, pelindung dan berfungsi sebagai penanggulangan korosi. *Coating* bisa dalam bentuk organik dan inorganik dalam bentuk liquid atau padat dan dari bahan yang keras non metal, komposit, keramik, metal, dan bahan sintesis. Adapun *painting* atau yang biasa disebut sebagai cat, pada umumnya terbuat dari bahan organik berupa liquid atau cairan, dapat berfungsi sebagai penanggulangan korosi, namun lebih ke sisi dekoratif atau estetika. *Protective coating* atau *painting* yang umum disebut "cat" adalah pelindung yang membentuk suatu lapisan antara permukaan dengan lingkungan luar (Prayoga, 2020).

2.3.3. Pemilihan material (*material selection*)

Pemilihan bahan yang tidak sesuai dengan lingkungan tempat bahan tersebut diaplikasikan akan menyebabkan kegagalan dini, berikut aspek keselamatan dan pembiayaan. Pemilihan bahan yang tepat yang dimaksudkan adalah memilih bahan logam/paduannya sedemikian sehingga pertukaran ion antara logam/paduan tersebut dengan lingkungannya tidak berlangsung cepat atau dengan kata lain yaitu memilih logam/paduannya yang memiliki perbedaan potensial dengan lingkungannya sekecil mungkin. Pada lingkungan yang terlalu agresif (korosif), maka perlu memilih logam/paduannya yang memiliki ketahanan korosi yang lebih baik dari baja. Karakteristik pemilihannya didasari pada aspek apakah logam tersebut imun terhadap lingkungannya atau apakah logam tersebut dapat membentuk suatu lapisan tipis yang memiliki sifat protektif atau *recovery* yang memadai bila lapisan tersebut rusak (El-Meligi, 2010; Callister, 2007).

2.3.4 Penambahan inhibitor

Inhibitor adalah zat kimia yang ditambahkan ke dalam suatu lingkungan korosif dengan kadar yang sangat kecil (ukuran ppm) guna mengendalikan korosi. Penambahan inhibitor merupakan cara yang paling efektif untuk menghambat korosi, karena hemat biaya dan prosesnya sederhana (Ilim *et al.*, 2021).

2.4. Inhibitor Korosi

Inhibitor korosi adalah zat yang ketika ditambahkan dalam konsentrasi kecil pada lingkungan efektif mengurangi laju korosi logam pada lingkungan tersebut (Liu *et al.*, 2016). Sejumlah inhibitor menghambat korosi melalui cara adsorpsi untuk membentuk suatu lapisan tipis dan melalui pengaruh lingkungan (misalnya pH) menyebabkan inhibitor dapat mengendap dan selanjutnya teradsorpsi pada permukaan logam serta melindunginya terhadap korosi (Wang *et al.*, 2018). Pada umumnya inhibitor korosi berasal dari senyawa-senyawa anorganik dan organik yang mengandung gugus-gugus yang memiliki pasangan elektron bebas, seperti nitrit, kromat, fosfat, dan senyawa-senyawa amina (Zhang *et al.*, 2019).

2.4.1. Inhibitor anorganik

Inhibitor anorganik dapat menghambat material logam baik secara anodik atau katodik karena memiliki gugus aktif (Silva *et al.*, 2019). Inhibitor ini terdiri dari beberapa senyawa anorganik antara lain: fosfat, kromat, dikromat, silikat, borat, molibdat dan arsenat. Senyawa-senyawa tersebut sangat berguna dalam aplikasi pelapisan korosi, namun inhibitor ini memiliki kelemahan yaitu bersifat toksik, mahal, dan tidak ramah lingkungan (Liu *et al.*, 2016).

2.4.2. Inhibitor organik

Inhibitor organik dapat membentuk lapisan pelindung pada permukaan logam melalui *chemisorption* atau *physisorption*. Struktur molekul inhibitor, keadaan permukaan dan muatan berlebih permukaan logam bisa secara signifikan mempengaruhi mekanisme adsorpsi molekul inhibitor pada permukaan logam. Inhibitor meningkatkan ketahanan korosi dengan:

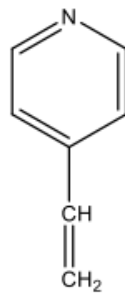
1. Menurunkan laju reaksi anodik dan / atau katodik
2. Menurunkan laju difusi reaktan ke permukaan logam
3. Meningkatkan tahanan listrik pada permukaan logam (Almeida *et al.*, 2018).

Pada umumnya senyawa-senyawa organik yang dapat digunakan sebagai inhibitor adalah senyawa-senyawa yang mampu membentuk senyawa kompleks, maka dari itu diperlukan adanya gugus-gugus fungsi yang mengandung atom-atom yang mampu membentuk ikatan kovalen terkoordinasi, yaitu atom nitrogen, belerang dan oksigen pada suatu senyawa tertentu, atom O, N, S, dan P diasumsikan memiliki kebasaaan yang lebih tinggi dan kepadatan elektron dan dengan demikian bertindak sebagai inhibitor korosi. Atom O, N, dan S adalah pusat aktif untuk proses adsorpsi pada permukaan logam. Efisiensi inhibisi mengikuti urutan $O < N < S < P$ (Ilim *et al.*, 2016).

Ketersediaan elektron tak berikatan (pasangan elektron bebas) dalam molekul inhibitor memfasilitasi transfer elektron dari inhibitor dengan logam. Ikatan kovalen koordinat yang melibatkan transfer elektron dari inhibitor pada permukaan logam dapat terbentuk, dengan demikian terjadi adsorpsi antara permukaan logam dan inhibitor yang membentuk lapisan pelindung pada logam (Eduok *et al.*, 2019).

2.5. Senyawa Oligomer 4-Vinilpiridin

Oligomer mengandung sejumlah kecil unit monomer, berbeda dengan polimer yang dalam prinsipnya mengandung sejumlah tak terbatas monomer. Senyawa 4-vinilpiridin sering disingkat dengan 4-VP adalah cairan berwarna kuning kecoklatan, larut dalam air, larut dalam pelarut polar, dan baunya menyengat. Gugus piridin pada senyawa 4-VP bersifat reaktif, elektron bebas yang terdapat pada atom N dari 4-VP diharapkan dapat bertindak sebagai ligan untuk membentuk kompleks dengan ion logam. Spektrum senyawa 4-VP menunjukkan puncak pada daerah 1595 cm^{-1} (1650 cm^{-1} - 1450 cm^{-1}) dari regangan gugus fungsi C=C dan C=N, kemudian menunjukkan puncak pada daerah 1408 cm^{-1} dan 1222 cm^{-1} dari regangan gugus fungsi amina C-N yang merupakan karakteristik gugus fungsi vinilpiridin. Produk oligomer memiliki rentang berat molekul 122-994 m/z (Ilim *et al.*, 2021). dan struktur monomer 4-VP dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur monomer 4-vinilpiridin

Gugus piridin dari senyawa 4-VP memiliki pasangan elektron bebas yang dapat berperan sebagai inhibitor korosi, sehingga Ilim *et al.*, 2016; Ilim 2017; Ilim *et al.*, 2021 melakukan sintesis monomer 4-vinilpiridin menjadi O(4-VP) untuk memperbanyak gugus aktif piridin, sehingga dapat meningkatkan kinerja dari O(4-VP) sebagai inhibitor korosi. Pada penelitian (Ilim *et al.*, 2021) inisiator yang digunakan adalah hidrogen peroksida (H_2O_2) dengan konsentrasi rendah agar memperoleh berat molekul yang lebih rendah, sehingga dapat memperoleh perlindungan yang lebih baik. Pada penelitian tersebut dilakukan penentuan berat molekul dengan menggunakan spektrometer massa (MS). Karakterisasi menggunakan spektrometer massa (MS) menghasilkan grafik yang menunjukkan hubungan antara massa (m/z) sumbu x dengan jumlah relatif (%) sumbu y.

Berdasarkan penelitian tersebut diperoleh massa gugus akhir untuk beberapa kombinasi seperti terlihat pada Tabel 1 dan massa oligomer (H+) untuk variasi kombinasi gugus akhir seperti terlihat pada Tabel 2.

Tabel 1. Massa gugus akhir untuk beberapa kombinasi (Ilim *et al.*, 2021).

End Groups →	C = C	H	OH	CH₃	OCH₃
Mass ↓	(m = -1)	(m = 1)	(m = 17)	(m = 15)	(m = 31)
H (m = 1)	0	2			
OH (m = 17)	16	18	34		
CH ₃ (m = 15)	14	16	32	30	
OCH ₃ (m = 31)	30	32	48	46	62

Tabel 2. Massa oligomer (H+) untuk variasi kombinasi gugus akhir (Ilim *et al.*, 2021).

Numbers of monomer units (n)	Molecular weight (m/z)
1	(122) and (138)
2	(211), (213), (227), (243), and (245)
3	(316), (332), and (348)
4	(437), (451), (453), and (467)
5	(556), (558), and (572)
6	(647), (661), (663), (677), and (693)
7	(766), (768), and (782)
8	(871), (873), and (887)
9	(978) and (994)

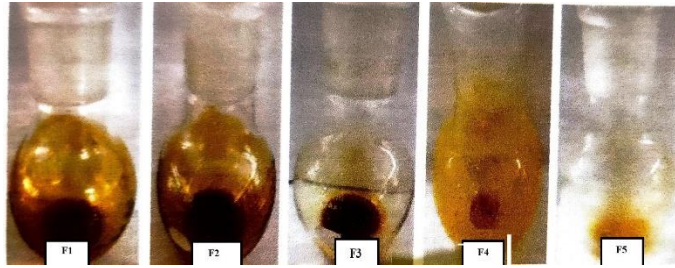
Berdasarkan Tabel 2 dapat diketahui bahwa produk sintesis mempunyai berat molekul 122-994 atau 1-9 unit monomer dengan dimer (n=2) dan tetramer (n=4) yang paling dominan. O(4-VP) yang telah dikarakterisasi struktur dan massa molekulnya lalu dilakukan uji aktivitas sebagai inhibitor korosi dalam larutan korosif jenuh dengan CO₂ menggunakan metode kehilangan berat (*wheel test*) dan metode elektrokimia (EIS dan Tafel) dengan berbagai konsentrasi dan suhu yang divariasikan. Penambahan O(4-VP) sebagai inhibitor korosi dalam medium korosif jenuh CO₂ dapat menurunkan laju korosi pada baja lunak, semakin tinggi konsentrasi dan suhu O(4-VP) maka persen proteksi oligomer tersebut semakin besar. Senyawa O(4-VP) bertindak sebagai inhibitor korosi secara kemisorpsi pada permukaan baja (*mild steel*) (Ilim, 2017).

2.6. Fraksinasi Oligomer 4-Vinilpiridin

Fraksinasi merupakan pemisahan kuantitas tertentu dari campuran (padat, cair, terlarut, atau isotop) dibagi ke dalam beberapa jumlah kecil (fraksi) komposisi perubahan menurut kelandaian. Pemisahan ini didasarkan pada bobot dari tiap fraksi, fraksi yang berat akan berada paling dasar sedangkan fraksi yang lebih ringan akan berada di paling atas. Pelarut yang umumnya dipakai dalam fraksinasi adalah n-heksan, etil asetat, dan metanol. Pemisahan senyawa non polar digunakan n-heksan, senyawa semi polar menggunakan etil asetat, dan senyawa polar menggunakan metanol (Cahyani, 2018). Dalam penelitian ini digunakan teknik kromatografi kolom dengan fase diam Sephadex LH-20 dan fase gerak metanol.

Sephadex LH-20 merupakan media kromatografi cair yang didesain berdasarkan ukuran molekul dari produk bahan alam seperti flavonoid, steroid, glikosida, dan peptide yang memiliki berat molekul rendah. Prinsip pemisahan Sephadex LH-20 adalah molekul yang memiliki berat molekul rendah akan melewati dan terjebak dalam gel Sephadex LH-20 terlebih dahulu sebelum turun keluar kolom, sedangkan molekul yang memiliki berat molekul yang besar akan langsung terelusi keluar kolom karena tidak dapat menembus gel. Molekul yang akan keluar dari kolom terlebih dahulu adalah molekul yang ukurannya lebih besar setelah itu disusul oleh molekul yang ukurannya lebih kecil. Eluen yang digunakan untuk Sephadex LH-20 adalah eluen organik, biasanya yang digunakan adalah metanol. Sebelum digunakan sebaiknya gel Sephadex LH-20 digembungkan dengan eluen terlebih dahulu selama 24 jam (Kristanti, 2008).

Pada penelitian (Hidayah, 2021) telah dilakukan fraksinasi hasil sintesis O(4-VP) dengan metode fraksinasi yang digunakan adalah kromatografi kolom menggunakan Sephadex LH-20 sebagai fase diam dan metanol sebagai fase gerak. Sephadex yang digunakan sebanyak 24,19 gram dan jumlah sampel O(4-VP) sebanyak 0,5 gram setiap pengulangan yang dilakukan sebanyak 20 kali pengulangan. Fraksi yang diperoleh dalam penelitian tersebut adalah sebanyak 5 fraksi. Semua hasil fraksinasi dihilangkan pelarutnya menggunakan *rotary evaporator* dan diperoleh hasil fraksinasi seperti pada Gambar 2.



Gambar 2. Fraksi-fraksi O(4-VP) bebas pelarut (Hidayah, 2021)

Hasil yang diperoleh untuk F1, F2, dan F3 berupa cairan kental berwarna merah bata. Hasil untuk F4 berupa cairan berwarna kuning dan endapan kuning yang menempel pada dinding labu, dan hasil untuk F5 berupa endapan kering berwarna coklat yang semuanya telah menempel pada dasar labu (Hidayah, 2021). Pada penelitian tersebut belum dilakukan pemisahan fraksi lebih lanjut, maka dalam penelitian ini telah dilakukan pemisahan fraksi dari O(4-VP) dengan metode kromatografi kolom menggunakan fase diam Sephadex LH-20 dan metanol sebagai fase gerak.

2.7. Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi lapis tipis (KLT) bersama dengan kromatografi kertas dengan berbagai macam variasinya pada umumnya merupakan kromatografi planar. KLT dikembangkan oleh Izmailoff dan Schraiber pada tahun 1938. Pada KLT, fase diamnya berupa lapisan yang seragam (*uniform*) pada permukaan bidang datar yang didukung oleh lempeng kaca, pelat aluminium, atau pelat plastik. Meskipun demikian, kromatografi planar ini dapat dikatakan sebagai bentuk terbuka dari kromatografi kolom. Kromatografi lapis tipis banyak digunakan karena mudah digunakan dan relatif murah dibandingkan kromatografi kolom. Dalam KLT, peralatan yang digunakan lebih sederhana dan dapat dikatakan bahwa hampir semua laboratorium dapat melaksanakan setiap saat secara cepat. Pemilihan pelarut yang digunakan untuk senyawa yang akan dianalisis dengan metode KLT, harus dapat melarutkan analit dengan sempurna, mudah menguap, viskositas rendah, dan dapat membasahi lapisan penyerap (Rohman, 2009).

Deteksi bercak pemisahan pada KLT dapat dilakukan dengan cara-cara berikut.

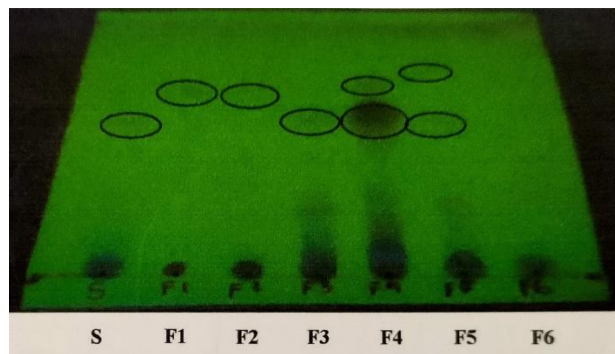
- a. Menyemprot lempeng KLT dengan reagen kromogenik yang akan bereaksi secara kimia dengan seluruh solut yang mengandung gugus fungsional tertentu sehingga bercak menjadi warna. Kadang-kadang bercak dipanaskan terlebih dahulu untuk mempercepat reaksi pembentukan warna dan intensitas warna bercak.
- b. Mengamati lempeng di bawah lampu ultraviolet dengan panjang gelombang 254 nm atau 365 nm untuk menampakkan solut sebagai bercak yang gelap atau bercak yang berfluoresensi terang pada dasar yang berfluoresensi.
- c. Menyemprot lempeng dengan asam sulfat pekat atau asam nitrat pekat lalu dipanaskan untuk mengoksidasi solut-solut organik yang akan nampak sebagai bercak hitam kecokelatan.
- d. Memaparkan lempeng dengan uap iodium dalam *chamber* tertutup.
- e. Melakukan *scanning* pada permukaan lempeng dengan densitometer (Gandjar dan Rohman, 2007).

Pada kromatografi planar, senyawa yang berbeda dalam campuran sampel menempuh jarak yang berbeda sesuai dengan seberapa kuat mereka berinteraksi dengan fase diam dibandingkan dengan fase gerak. Semakin polar pelarut maka akan semakin tertahan kuat ke dalam adsorben polar (silika gel). Pelarut-pelarut non polar tidak mempunyai afinitas atau mempunyai sedikit afinitas terhadap adsorben polar, sementara pelarut-pelarut yang terpolarisasi memiliki afinitas yang kecil terhadap adsorben polar disebabkan adanya interaksi dipol atau interaksi-interaksi yang diinduksi oleh dipol. Pelarut-pelarut polar terutama yang mampu membentuk ikatan hidrogen, akan terikat kuat pada adsorben karenanya butuh fase gerak yang cukup polar untuk mengelusnya. Berikut adalah urutan polaritas solut-solut organik: alkana < alkena < aromatik < eter < ester < keton dan aldehid < tiol < amin dan amida < alkohol < fenol < asam-asam organik (Gandjar dan Rohman, 2007).

Faktor retensi (R_f) adalah jarak yang ditempuh analit dibagi dengan jarak yang ditempuh eluen. Nilai R_f dapat dijadikan bukti dalam identifikasi senyawa, bila identifikasi nilai R_f memiliki nilai yang sama maka senyawa tersebut dapat

dikatakan memiliki karakteristik yang sama atau mirip dengan pembandingnya (Lipsy, 2010). Senyawa yang memiliki Rf lebih besar berarti mempunyai kepolaran yang rendah, begitu juga sebaliknya. Rf yang baik berkisar antara 0.2-0.8. Jika Rf terlalu tinggi, maka kepolaran eluen harus dikurangi, sebaliknya jika Rf terlalu rendah maka kepolaran eluen harus ditambah (Lipsy, 2010).

Pada penelitian sebelumnya (Hidayah, 2021) telah melakukan identifikasi hasil fraksinasi dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) untuk melihat perbedaan oligomer 4-vinilpiridin dan setiap fraksi yang dihasilkan. Pelarut sampel yang digunakan adalah metanol, eluen yang digunakan adalah etil asetat dan n-heksana dengan perbandingan 7 : 3. Hasil KLT dapat dilihat pada Gambar 3.



Keterangan: S = O(4-VP) sebelum difraksinasi, F1-F6 = Fraksi 1-fraksi 6.

Gambar 3. Hasil KLT perbandingan antara oligomer 4-vinilpiridin dan masing-masing fraksi (Hidayah, 2021)

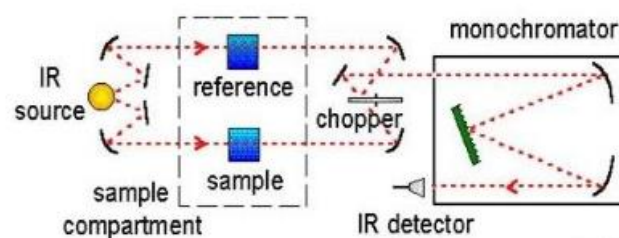
Hasil uji KLT menunjukkan F1 dan F2 memiliki spot yang sama dari noda yang muncul sehingga dapat digabung menjadi satu fraksi, F3 memiliki spot yang sama dengan F4, namun F4 memiliki spot yang masih bertumpuk, sehingga membutuhkan pemisahan yang lebih lanjut antara F3 dan F4. F5 memiliki spot noda yang berbeda dari F3 dan F4, sehingga tetap menjadi fraksi tersendiri, sedangkan F6 tidak mengandung senyawa O(4-VP) (Hidayah, 2021).

2.8. Karakterisasi dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) adalah spektroskopi inframerah yang dilengkapi transformasi *fourier* untuk deteksi analisis hasil spektrum dari

penyerapan atau emisi zat padat, gas atau cair. Prinsip kerja FTIR adalah untuk mengidentifikasi senyawa, mendeteksi gugus fungsi, dan menganalisis campuran dan sampel yang dianalisis. Hal utama yang menjadi prinsip kerja FTIR adalah interaksi antara materi dan energinya, ketika FTIR digunakan maka inframerah akan melewati celah ke sampel. Celah ini berfungsi untuk mengontrol jumlah energi yang diberikan kepada sampel, kemudian sampel menyerap beberapa inframerah yang masuk, sedangkan inframerah yang tidak terserap akan dipindah melalui permukaan sampel, tujuannya adalah agar sinar inframerah tersebut bisa lolos hingga ke detektor. Sinyal yang terukur lalu dikirim ke komputer untuk kemudian direkam (Nazar, 2018).

Spektroskopi FTIR memiliki inti yaitu *Interferometer Michelson* atau alat untuk menganalisis frekuensi dalam sinyal gabungan. Spektrum inframerah tersebut dihasilkan dari transmisi cahaya yang melewati sampel, pengukuran intensitas cahaya dengan detektor, dan dibandingkan dengan intensitas tanpa sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrum inframerah kemudian di plot sebagai intensitas fungsi energi, panjang gelombang (μm) atau bilangan gelombang. Komponen dasar spektrofotometer FTIR adalah sumber sinar, sampel, detektor, interferometer, pengubah analog ke digital, penguat (*amplifier*), dan komputer (Rohman, 2018.). Skema alat FTIR ditunjukkan pada Gambar 4.



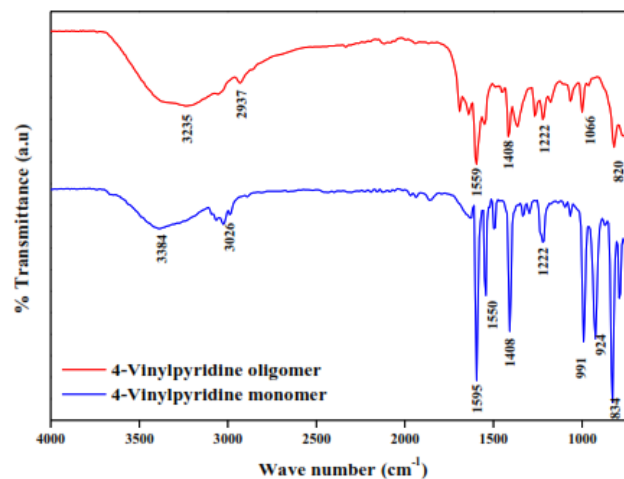
Gambar 4. Skema alat spektrofotometer FTIR (Rohman, 2018).

Mekanisme yang terjadi pada FTIR yaitu sinar datang dari sumber sinar yang kemudian diteruskan, lalu dipecah oleh pemecah sinar menjadi dua bagian yang tegak lurus. Sinar tersebut dipantulkan oleh cermin diam dan cermin bergerak. Sinar hasil pantulan dari kedua cermin tersebut akan dipantulkan kembali menuju pemecah sinar, sebagian sinar akan diarahkan menuju cuplikan dan sebagian

menuju sumber. Gerakan cermin yang maju mundur menyebabkan sinar pada detektor akan berfluktuasi. Sinar akan saling menguatkan ketika kedua cermin memiliki jarak yang berbeda, fluktuasi sinar sampai pada detektor ini akan menghasilkan sinyal pada detektor yang terdapat pada interferometer.

Keuntungan menggunakan spektrofotometer FTIR adalah memiliki sensitivitas yang tinggi, akurasi, waktu analisis yang cepat, dan reproduibilitas frekuensi sangat baik, dilengkapi perangkat lunak kemometrika yang memungkinkannya sebagai alat yang canggih untuk analisis kualitatif dan kuantitatif (Sudjadi dan Rohman, 2018).

Monomer 4-vinilpiridin dan oligomer 4-vinilpiridin telah dianalisis gugus fungsinya dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) pada penelitian Ilim, *et al.* (2021). Spektrum FTIR dari monomer 4-VP dan oligomer 4-VP disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Spektrum FTIR monomer 4-VP dan Oligomer 4-VP (Ilim *et al.*, 2021).

Gambar 5 menunjukkan kedua spektrum tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Pita serapan pada spektrum monomer lebih kuat dibandingkan dengan pita serapan pada spektrum oligomer. Pita serapan pada daerah 3384 cm⁻¹ dan 3235 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus fungsi -OH pada monomer dan oligomer. Pita serapan pada daerah 1595 cm⁻¹ (1650-1450 cm⁻¹) menunjukkan adanya vibrasi regangan gugus fungsi C=C dan C=N pada cincin aromatik, dan pita serapan pada daerah 1408 cm⁻¹ dan 1222 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus fungsi

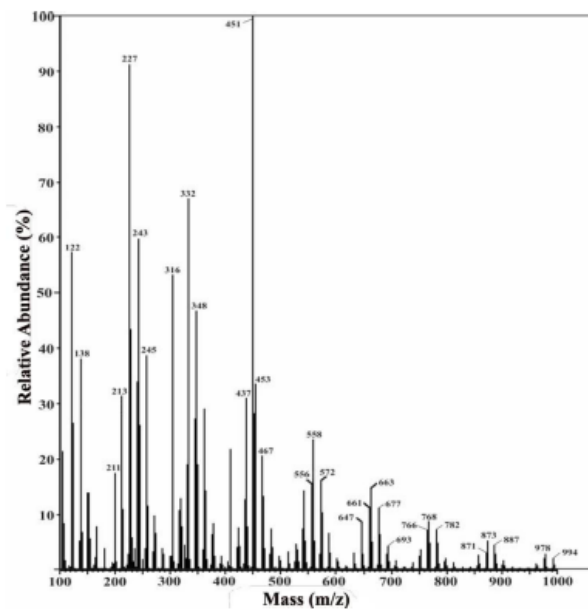
C-N yang merupakan karakteristik gugus fungsi vinilpiridin. Pita serapan pada daerah $1000-650\text{ cm}^{-1}$ merupakan daerah sidik jari menunjukkan adanya ikatan C=C-H, Ar-H (Ilim *et al.*, 2021).

2.9. Spektrometri Massa (*Liquid Chromatograph-Mass Spectrometry*)

LC-MS adalah teknik analisis yang menggabungkan kemampuan fisik dari kromatografi cair dengan spesifitas deteksi spektrometri massa. Kromatografi cair akan memisahkan komponen-komponen sampel dan mendeteksi ion-ion bermuatan dengan menggunakan spektrometer massa. Kelebihan menggunakan LC-MS adalah hasil analisis khas dan spesifik diperoleh dari penggunaan spektrometer massa sebagai detektor, aplikasi yang luas dengan sistem yang praktis dan mudah karena penggunaan LC-MS tidak terbatas untuk molekul volatil (biasanya dengan berat molekul dibawah 500 Da), mampu mengukur analit yang sangat polar, selain itu persiapan sampel cukup sederhana tanpa adanya teknik derivatisasi pengujian yang berbeda, dapat dikembangkan dengan teknik fleksibilitas tinggi dan waktu yang tidak lama, dapat memperoleh data kualitatif maupun kuantitatif. Hal ini dikarenakan seleksi ion yang sangat cepat dengan banyak parameter (Ginting, 2012).

Spektrometri massa bekerja dengan molekul pengion yang kemudian akan memilah dan mengidentifikasi ion menurut massa, sesuai rasio fragmentasi molekul (m/z). Dua komponen dalam proses ini adalah sumber ion (*ion source*) untuk menghasilkan ion, dan analisis massa (*mass analyzer*) untuk menyeleksi ion. Sistem LC-MS umumnya adalah menggunakan beberapa jenis sumber ion dan analisis massa yang dapat disesuaikan dengan kepolaran senyawa yang akan dianalisa (Ginting, 2012).

Pada penelitian (Ilim *et al.*, 2021) telah melakukan penentuan berat molekul pada senyawa O(4-VP) dengan menggunakan spektrometri massa. Hasilnya ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Spektrum MS oligomer 4-vinilpiridin (Ilim *et al.*, 2021).

Tabel 3. Berat molekul (m/z) dan intensitas relatif dari komponen sampel yang disintesis (Ilim *et al.*, 2021).

No.	m/z	Relative Intensity (%)	No.	m/z	Relative Intensity (%)
1	122	58	16	558	24
2	138	38	17	572	17
3	211	28	18	647	<10
4	213	32	19	661	12
5	227	91	20	663	15
6	243	60	21	677	12
7	245	39	22	693	<10
8	316	53	23	766	<10
9	332	67	24	768	<10
10	348	47	25	782	<10
11	437	31	26	871	<10
12	451	100	27	873	<10
13	453	34	28	887	<10
14	467	21	29	978	<10
15	556	16	30	994	<10

Gambar 6 menunjukkan bahwa sampel terdiri dari serangkaian berat molekul yang berbeda. Terlihat pada Tabel 3, rentang berat molekul yaitu 122 hingga 994, dengan variasi intensitas relatif dari 100 sampai <10%. Variasi berat molekul dan intensitas relatif ini menunjukkan bahwa polimerisasi yang dilakukan dibawah kondisi reaksi yang digunakan menyebabkan produksi oligomer dengan jumlah monomer yang bervariasi dan juga dalam jumlah relatif yang berbeda. Hasil

spektrum MS tersebut, menunjukkan bahwa sampel yang paling melimpah adalah oligomer dengan $m/z = 451$, sedangkan oligomer dengan m/z dari 693 hingga 994 sebagai komponen minor, karena intensitas relatifnya yang kurang dari 10% (Ilim *et al.*, 2021).

2.10. Penentuan Laju Korosi Metode Kehilangan Berat (*Wheel Test*)

Laju korosi pada penelitian ini ditentukan dengan metode kehilangan berat (*wheel test*). Metode kehilangan berat (*wheel test*) dilakukan untuk mengetahui kehilangan berat suatu baja akibat terjadinya korosi dari waktu perendaman baja dalam medium korosif. Metode kehilangan berat adalah perhitungan laju korosi dengan mengukur kekurangan berat akibat korosi yang terjadi. Metode ini menggunakan jangka waktu penelitian sampai mendapatkan jumlah kehilangan berat akibat korosi. Rumus untuk mendapatkan jumlah kehilangan berat akibat korosi yang terjadi dengan menggunakan Persamaan 11 dan 12 (Ilim *et al.*, 2021):

$$W = W(i) - W(t) \quad (11)$$

$$CR = \frac{10.W.365}{A.D.T} \quad (12)$$

Untuk menghitung presentase proteksi dari inhibitor digunakan Persamaan 13.

$$\%P = \frac{CR_0}{CR_0} - \frac{CR_i}{CR_0} \times 100 \% \quad (13)$$

Keterangan:

CR = laju korosi (mmth^{-1})

W = berat (gram)

A = luas sampel (cm^2)

D = density (gram/cm^3)

t = waktu (hari)

%P = %persen proteksi inhibisi

CR_0 = laju korosi tanpa inhibitor

CR_i = laju korosi dengan inhibitor

Penelitian (Ilim *et al.*, 2021) telah dilakukan uji kehilangan berat (*wheel test*) untuk mengetahui aktivitas hasil sintesis O(4-VP) sebagai inhibitor korosi. Uji *wheel test* dilakukan dengan menggunakan konsentrasi inhibitor yang bervariasi dan hasilnya ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil uji *wheel test* menggunakan O(4-VP) sebagai inhibitor korosi pada suhu 50°C (Ilim *et al.*, 2021).

Inhibitor concentration (mg L⁻¹)	Weight loss (gram)	Coupon area (cm²)	Corrosion rate (mmpy)	%P
0	0.0148	5.1474	1.33	-
25	0.0092	5.0568	0.85	36.72
50	0.0093	5.4378	0.80	40.51
100	0.0083	5.2200	0.74	44.70
150	0.0076	5.2050	0.68	49.21

Hasil yang disajikan pada Tabel 4 menunjukkan bahwa sampel (baja ringan) tanpa inhibitor sangat rentan terhadap korosi, seperti yang ditunjukkan oleh laju korosi yang diperoleh. Hasil juga menunjukkan bahwa inhibitor O(4-VP) yang disintesis memiliki kemampuan untuk menekan korosi, seperti yang terlihat pada tabel semakin tinggi konsentrasi inhibitor yang ditambahkan, maka akan diperoleh penurunan laju korosi, sehingga terjadi peningkatan persentasi perlindungan (Ilim *et al.*, 2021).

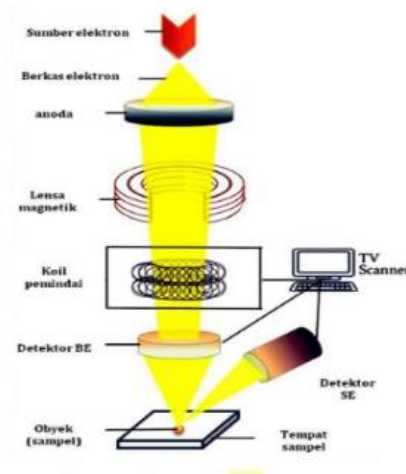
2.11. Analisis Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) banyak digunakan karena memiliki kombinasi yang unik, mulai dari persiapan spesimen yang mudah, kapabilitas tampilan yang bagus dan fleksibel. SEM merupakan mikroskop elektron yang dapat mengamati objek secara tiga dimensi. SEM digunakan pada sampel yang tebal dan memungkinkan untuk menganalisis permukaan sampel. Pancaran berkas yang jatuh pada sampel akan di pantulkan dan difraksikan, adanya elektron yang terdifraksi dapat diamati dalam bentuk pola-pola difraksi. Pola-pola difraksi

yang tampak akan sangat bergantung pada bentuk dan ukuran sel satuan dari sampel, selain itu SEM juga dapat digunakan untuk menyimpulkan data-data kristalografi, sehingga hal ini dapat dikembangkan untuk menentukan elemen atau senyawa (Setianingsih, 2017).

Prinsip kerja SEM yaitu dua sinar elektron digunakan secara simultan. Satu *strike* spesimen digunakan untuk menguji dan *strike* yang lain adalah *Chatode Ray Tube* (CRT) yang akan memberikan tampilan yang dapat dilihat oleh operator.

Tumbukan pada spesimen akan menghasilkan satu jenis elektron dan emisi foton. Sinyal yang terpilih dikoleksi, dideteksi, dan dikuatkan untuk memodulasi tingkat keterangan dari sinar elektron yang kedua, maka sejumlah besar sinar akan menghasilkan bintik yang gelap. SEM menggunakan prinsip *scanning* yaitu berkas elektron diarahkan dari satu titik ke titik yang lain pada suatu objek menyerupai gerakan membaca. SEM memiliki kemampuan perbesaran hingga 1.000.000 x dengan resolusi 1 nm, dan SEM selain dapat mengidentifikasi topologi permukaan, SEM juga dapat mengidentifikasi struktur kristal, komposisi kimia, dan sifat listrik material (Ratnasari, 2017). Skema alat SEM dapat dilihat pada Gambar 7.

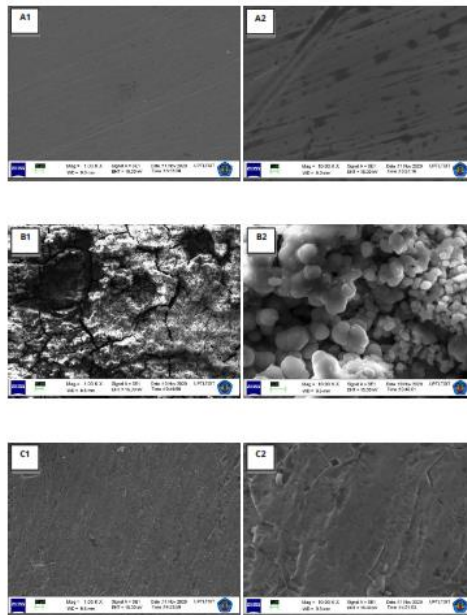


Gambar 7. Skema alat SEM (Setianingsih, 2017).

Electron colomn dan *display consule* adalah komponen utama SEM. *Electron colomn* merupakan model elektron *beam scanning*, sedangkan pada *display consule* merupakan elektron sekunder yang didalamnya terdapat CRT. Pancaran elektron energi yang tinggi dihasilkan oleh elektron gun yang kedua tipe

berdasarkan pada pemanfaatan arus, yang pertama pistol termionik dimana pancaran elektron tercapai dengan cara pemanasan tungsten atau filamen katode pada suhu 1500 K sampai 3000 K. Katode merupakan kutub negatif yang diperlukan untuk mempercepat tegangan E_0 kali elektron volt. Piston termionik sangat luas penggunaannya karena relatif aman untuk digunakan dalam tabung vakum 10^{-9} Torr, atau lebih kecil dari pada itu. Sumber alternatif lain dari piston *field emission* yaitu ujung kawat wolfram yang tajam dihubungkan tertutup dengan anode ekstraksi dan ditetapkan potensial hingga beberapa ribu volt. Elektron yang keluar dari kawat wolfram tidak memerlukan pemanasan, sehingga dapat dilakukan hanya pada suhu kamar, menuju tabung vakum yang dipercepat seperti piston termionik ke arah anoda (Harijati *et al.*, 2017).

Pada penelitian (Ilim *et al.*, 2021) melakukan analisis permukaan dengan menggunakan SEM, untuk mengetahui informasi visual tentang seberapa baik inhibitor korosi senyawa O(4-VP) dalam melindungi baja lunak dalam lingkungan korosif. Dalam penelitian ini terdapat tiga sampel yang dikarakterisasi, yaitu sampel asli/blanko, sampel terpapar larutan korosif selama 24 jam, dan sampel terpapar larutan korosif yang mengandung inhibitor selama 24 jam. Hasilnya ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Mikrograf SEM baja ringan (A), baja ringan setelah perendaman 24 jam dalam larutan korosif tanpa inhibitor (B), baja ringan dalam larutan korosif yang mengandung inhibitor (C) (Ilim *et al.*, 2021).

Gambar 8 menunjukkan permukaan sampel asli (A) mulus tanpa korosi, berbeda dengan permukaan sampel yang diperlakukan tanpa inhibitor (B). Permukaan sampel yang tidak terlindungi sangat rusak parah, dengan produk korosi yang sangat jelas menutupi permukaan sampel. Mikrograf sampel yang diperlakukan dengan adanya inhibitor (C) menunjukkan bahwa permukaan terlindungi dengan baik oleh inhibitor yang diterapkan, menunjukkan terjadinya pembentukan lapisan pelindung yang efektif pada permukaan logam (Ilim *et al.*, 2021).

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli 2022-Januari 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik dan Laboratorium Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan di Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LTSIT) Universitas Lampung. Pengujian aktivitas inhibitor menggunakan metode *wheel test* dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/ Fisik Universitas Lampung.

3.2. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi; labu leher tiga dan alat-alat gelas laboratorium, *hotplate*, botol duran, botol vial, kolom fraksinasi, statif dan klem, *rotary evaporator*, neraca analitik, mikropipet, mikrometer, kertas amplas, mesin pemotong baja, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Cary 630, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) ZEISS EVO10.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi; monomer 4-vinilpiridin, hidrogen peroksida (H_2O_2), metanol, etanol, akuades, Sephadex LH-20, Sb_2O_3 , $SnCl_2$, HCl pekat, NaCl, $NaHCO_3$, akuades, gas N_2 , gas CO_2 , dan baja lunak lempengan (SAE/AISI Grade 1022 sesuai dengan AS 1443).

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Sintesis oligomer 4-vinilpiridin

Sintesis O(4-VP) merujuk pada metode yang dilakukan oleh Ilim *et al.*, (2021). Monomer 4-vinilpiridin (30,7 mL), pelarut metanol (75 mL), akuades (75 mL), dan inisiator H_2O_2 (17 mL; 0,25 mol) dimasukkan ke dalam labu leher tiga dan direfluks pada suhu $80^\circ C$ dengan dialiri gas N_2 selama 10 jam dalam penangas yang berisi minyak. Produk hasil sintesis dihilangkan pelarutnya menggunakan

rotary evaporator dan ditimbang. Hasil sintesis yang sudah dihilangkan pelarutnya selanjutnya difraksinasi.

3.3.2. Fraksinasi oligomer 4-vinilpiridin

3.3.2.1. Persiapan alat dan bahan

Fraksinasi dilakukan dengan menggunakan Sephadex LH-20 sebagai fase diam dan metanol sebagai fase geraknya. Seperangkat alat fraksinasi disiapkan dan kolom dengan ukuran 40 cm dan diameter 2,5 cm. Dasar kolom dimasukkan kapas yang bertujuan untuk menahan Sephadex LH-20 agar tidak keluar dari kolom. Sephadex LH-20 sebanyak 25 gram direndam dengan metanol selama 24 jam, kemudian dimasukkan ke dalam kolom sampai padat dan rata. Sephadex LH-20 dibilas dengan metanol dengan cara dituangkan pada dinding kolom agar tidak merusak permukaan Sephadex LH-20. Kran kolom dibuka dan ditampung metanol yang keluar dan selanjutnya adalah melakukan fraksinasi sampel O(4-VP).

3.3.2.2. Fraksinasi

Hasil sintesis O(4-VP) sebanyak 0,5 gram dimasukkan ke dalam botol vial dan dilarutkan dengan metanol sebanyak ± 4 mL. Sampel dimasukkan ke dalam kolom yang sudah berisi Sephadex LH-20 dengan menggunakan pipet tetes dan dengan teknik melingkar pada dinding kolom sampai sampel rata di atas permukaan Sephadex-LH 20. Kran kolom dibuka hingga sampel berada di bawah permukaan Sephadex LH-20 dan ditambahkan metanol secara perlahan. Pelarut metanol yang keluar ditampung ke dalam botol vial sampai larutan yang berwarna sudah ada pada ujung kapas. Botol vial yang berbeda disiapkan untuk menampung fraksi 1 sebanyak 15 mL, fraksi 2, 3 dan seterusnya ditampung kembali sebanyak 15 mL sampai sampel di dalam kolom habis. Semua hasil fraksinasi dihilangkan pelarutnya menggunakan *rotary evaporator*, kemudian dianalisis menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Hasil fraksinasi yang memiliki jumlah massa paling banyak dilakukan pengulangan fraksinasi kembali untuk memisahkan lebih lanjut senyawa berdasarkan berat molekulnya. Semua

hasil fraksinasi selanjutnya dilakukan uji dengan menggunakan metode *wheel test* untuk mengetahui aktivitasnya sebagai inhibitor korosi.

3.3.3. Pembuatan larutan

3.3.3.1. Larutan medium korosif

Medium korosif yang digunakan adalah larutan NaCl 3% yang disiapkan dengan melarutkan NaCl 30 gram kemudian ditambahkan $0,1 \text{ g L}^{-1}$ NaHCO_3 ke dalam labu takar 1000 mL kemudian ditambahkan akuades sampai tanda tera dan dihomogenkan. Larutan medium korosif tersebut dijenuhkan dengan gas CO_2 pada tekanan atmosfer dengan kecepatan $150\text{-}200 \text{ mL min}^{-1}$.

3.3.3.2. Clarke's solution

Clarke's solution dibuat dengan mencampurkan 5 gram SnCl_2 dan 2 gram Sb_2O_3 yang dilarutkan dalam labu takar 50 mL dengan HCl pekat sampai tanda tera.

3.3.3.3. Larutan induk inhibitor

Larutan induk inhibitor dibuat dengan konsentrasi 15.000 ppm disiapkan dengan melarutkan 0,15 gram senyawa inhibitor ke dalam labu takar 10 mL dengan menggunakan pelarut metanol sampai tanda tera.

3.3.4. Analisis menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

M(4-VP), O(4-VP), dan hasil fraksinasi O(4-VP) dianalisis menggunakan plat KLT dengan ukuran $4 \times 4 \text{ cm}$, pelarut sampel yang digunakan adalah metanol. Eluen yang digunakan adalah etil asetat, n-heksana, dan asam asetat dengan perbandingan 7 : 3 : 3 tetes. Hasil analisis KLT jika memiliki spot noda yang bertumpuk, maka dilakukan pemisahan lebih lanjut dengan cara fraksinasi kembali. M(4-VP), O(4-VP), dan hasil fraksinasi O(4-VP) selanjutnya dianalisis menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsinya.

3.3.5. Penentuan laju korosi metode kehilangan berat (*wheel test*)

Penentuan laju korosi dari senyawa yang diuji sebagai inhibitor korosi dalam penelitian ini adalah menggunakan metode kehilangan berat (*wheel test*). Sebelum melakukan uji *wheel test* dilakukan preparasi sampel terlebih dahulu, sampel baja lunak berbentuk lembaran di potong hingga berbentuk kupon dengan ukuran $(2 \times 1 \times 0,2) \text{ cm}$, kemudian diampelas menggunakan kertas ampelas dengan

ukuran yang berbeda yaitu 100, 220, 400, 600, 800, 1000, dan 1200. Kupon diukur luasnya menggunakan mikrometer dan ditimbang massanya dengan neraca analitik. Larutan korosif dimasukkan ke dalam 6 botol duran masing-masing sebanyak 100 mL, kemudian dialiri gas CO₂ selama 45 menit. Larutan inhibitor dimasukkan ke dalam botol duran dengan konsentrasi 150 mg L⁻¹ menggunakan mikropipet, dan baja berbentuk kupon yang sudah diketahui ukurannya dimasukkan ke dalam masing-masing botol duran, botol duran ditutup dengan rapat dan diupayakan tidak ada oksigen yang masuk ke dalam botol. Botol-botol duran didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam. Kupon dikeluarkan dari dalam botol, kemudian kupon dicuci dengan *Clarke's solution* selama 45 detik, dicuci dengan akuades dan etanol. Kupon yang sudah kering ditimbang menggunakan neraca analitik dan dilakukan analisis data.

3.3.6. Analisis permukaan dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Perlakuan sampel untuk analisis permukaan menggunakan SEM dilakukan seperti percobaan *wheel test*, tetapi produk korosinya tidak dibersihkan dengan menggunakan *Clarke's solution*. Sampel yang digunakan yaitu baja lunak tanpa perlakuan, baja lunak dengan larutan medium korosif tanpa penambahan inhibitor, dan baja lunak dengan larutan medium korosif dan dengan penambahan inhibitor. Permukaan baja lunak diamati dengan perbesaran 5000, 10.000, 15.000, dan 20.000 kali.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1. Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh simpulan sebagai berikut.

1. Senyawa O(4-VP) telah berhasil disintesis berupa padatan berwarna merah kecokelatan dan diperoleh sebanyak 15,7 gram. Persentase rendemen hasil sintesis sebesar 52,3%.
2. Hasil KLT pada F1-F4 memiliki spot noda yang bertumpuk, sehingga dapat disimpulkan pada setiap fraksi-fraksi tersebut belum terpisah secara sempurna.
3. Berdasarkan spektrum FTIR pita serapan pada panjang gelombang 834 cm^{-1} tidak muncul pada O(4-VP) dan semua fraksi yang menunjukkan bahwa sudah tidak ada gugus alkena, sehingga dapat disimpulkan produk oligomer sudah terbentuk.
4. O(4-VP) telah berhasil difraksinasi dan diperoleh 5 fraksi. Berdasarkan hasil *wheel test* fraksi 1, fraksi 2, fraksi 3, fraksi 4, dan fraksi 5 dapat berfungsi sebagai inhibitor korosi. Persen proteksi terendah adalah pada fraksi 1 hanya sebesar 22,1% dan persen proteksi tertinggi adalah fraksi 5 sebesar 90%.
5. F1a telah berhasil difraksinasi kembali dan diperoleh 5 fraksi. Berdasarkan hasil *wheel test* fraksi 1, fraksi 2, fraksi 3, fraksi 4, dan fraksi 5 dapat berfungsi sebagai inhibitor korosi. Persen proteksi terendah adalah pada fraksi 3 hanya sebesar 15,8% dan persen proteksi tertinggi adalah F5 sebesar 82,8%.
6. Analisis permukaan dengan SEM menunjukkan bahwa F4b mampu menghambat laju korosi dengan baik dibandingkan fraksi-fraksi yang lain dan hasil analisis SEM ini berkorelasi dengan hasil *wheel test*.

5.2. Saran

Adapun saran untuk penelitian selanjutnya adalah sebagai berikut.

1. Melakukan karakterisasi dengan menggunakan *Liquid Chromatography-Mass Spectrometry* (LC-MS) untuk mengetahui perbedaan berat molekul pada masing-masing fraksi.
2. Melakukan pengukuran laju korosi menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) dan Tafel untuk mendapatkan hasil yang lebih baik dan akurat.
3. Melakukan sintesis O(4-VP) dengan jumlah yang lebih banyak untuk mendapatkan hasil yang lebih banyak, sehingga semua hasil fraksinasi dapat dilakukan pemisahan lebih lanjut.

DAFTAR PUSTAKA

- Abed, Y., Arrar, Z., Hammouti, B., Taleb, M., Kertit, S., & Mansri, A. 2001. Poly(4-vinylpyridine) and poly(4-vinylpyridine poly-3-oxide ethylene) as corrosion inhibitors for Cu60-Zn40 in 0.5M HNO₃. *Anti-Corrosion Methods and Materials*, 48(5), 304–308.
- Almeida, T.C., M. C. E. Bandeira, R. M. Moreira, and O. R. Mattos. 2018. Discussion on Electrochemistry of CO₂ Corrosion of Mild Steel: Effect of CO₂ on Iron Dissolution Reaction. *Corrosion Science* 133: 417-22.
- Arellano-Pérez, J. H., Escobar-Jiménez, R. F., Granados-Lieberman, D., Gómez-Aguilar, J. F., Uruchurtu-Chavarín, J., & Alvarado-Martínez, V. M. 2019. Electrochemical noise signals evaluation to classify the type of corrosion using Synchrosqueezing transform. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 848(June), 113249
- Avelino, Archimedes , F., Walney, S., Araujo, Diego, F., Dias, Luis Paulo, M. dos Santos, Adriana, N., Correia, and Pedro de Lima-Neto. 2018. Corrosion Investigation of the 18Ni 300 Grade Maraging Steel in Aqueous Chloride Medium Containing H₂S and CO₂. *Electrochimica Acta* 286: 339-49.
- Bai, H., Wang, Y., Ma, Y., Zhang, Q., and Zhang, N. 2018. Effect of CO₂ Partial Pressure on the Corrosion Behavior of J55 Carbon Steel in 30% Crude Oil/Brine Mixture. *Materials*. 1(9): 1-15.
- Cahyani L., D. 2018. Fraksinasi Senyawa Antituberkulosis dari Ekstrak Larut n-heksan Daun Jati Merah. *Skripsi*. Universitas Alauddin.
- Callister, Jr. W. D. 2007. *Materials Science and Engineering: An Introduction*, John Wiley & Sons, Inc., USA.
- Eduok, U., Enyinnaya, O., and Jerzy, S. 2019. Accelerated Corrosion of Pipeline Steel in the Presence of Desulfovibrio Desulfuricans Biofilm Due to Carbon Source Deprivation in CO₂ Saturated Medium. *Materials Science and Engineering*. C 105.
- Eliyan, F. F., & Alfantazi, A. (2014). *Mechanisms of corrosion and electrochemical significance of metallurgy and environment with corrosion of iron and steel in bicarbonate and carbonate solutions - A review*.
- El-Meligi, A. A. 2010. *Corrosion Preventive Strategies as a Crucial Need for Decreasing Environmental Pollution and Saving Economics*. National Research Centre, Physical Chemistry Dept. Dokki, Cairo, Egypt.

- Fang, H., Brown, B., and Nesic, S. 2013. Sodium Chloride Concentration Effects on General CO₂ Corrosion Mechanisms. *Corrosion*. 69(3): 297-302.
- Gandjar, G.I., dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- Ginting, M.K. 2012. Validasi Metode LC-MC/MS untuk Penentuan Senyawa Asam Trans, Trans-Mukonat, Asam Hippurat, Asam 2-Metil Hippurat, Asam 3-Metil Hippurat, Asam 4-Metil Hippurat dalam Urin sebagai Biomaker Paparan Benzena, Toluena, dan Xilena. *Skripsi*. Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.
- Gu, T., Chen, Z., Jiang, X., Zhou, L., Liao, Y., Duan, M., and Wang, H. 2015. "Synthesis And Inhibition Of N-Alkyl-2-(4-Hydroxybut-2-Ynyl) Pyridinium Bromide For Mild Steel In Acid Solution : Box–Behnken Design Optimization And Mechanism Probe". *Corrosion Science*. Vol 90: 118–132.
- Harijati, N., S. Samini., S. Indriyani dan A. Soewondo. 2017. *Mikroteknik Dasar*. UB Press. Malang.
- Hermawan, Hendra. 2019. *Pengantar Proteksi Katodik*. Laval University. Canada.
- Hidayah, Laila. 2021. *Fraksinasi dan Uji Aktivitas Oligomer 4-Vinilpiridin sebagai Inhibitor Korosi Baja Lunak dalam Medium Korosif NaCl 3% yang Jenuh Karbon Dioksida (CO₂)*. Skripsi. Universitas Lampung.
- Ilim, Alan Jefferson, Wasinton Simanjuntak, Marc Jeannin, Yana Maolana Syah, Bunbun Bundjali, and Buchari. 2016. Synthesis and Characterization of Oligomer 4-Vinylpyridine as a Corrosion Inhibitor for Mild Steel in CO₂ Saturated Brine Solution. *Indonesian Journal of Chemistry*. 16 (2): 198–207.
- Ilim, I., Fitriani, R., Prabowo, T., Bahri, S., Marjunus, R., & Simanjuntak, W. (2021). Molecular weight distribution and corrosion inhibitor activity of 4-vinylpyridine oligomer synthesized using low concentration hydrogen peroxide as the initiator. *International Journal of Corrosion and Scale Inhibition*, 10(1), 284–301.
- Ilim, Kamisah, D., dan Sudrajat. 2007. Studi Penggunaan Tumbuhan Tembakau, Teh, dan Kopi sebagai Inhibitor Korosi Baja Lunak dalam Air Laut Buatan yang Jenuh CO₂. *Journal Sains dan Ilmu Pengetahuan Alam*. 13, 163-168.
- Ilim. 2017. Oligomer 4-Vinilpiridin sebagai Inhibitor Koroi Baja Lunak dalam Larutan NaCl 3% Jenuh dengan Karbon Dioksida. *Disertasi*. Institut Teknologi Bandung (ITB).
- Kristanti, A., Novi. 2008. *Buku Ajar Fitokimia*. Universitas Airlangga. Surabaya.
- Li, S., Zeng, Z., Harris, M. A., Sánchez, L. J., and Cong, H. 2019. CO₂ Corrosion of Low Carbon Steel Under the Joint Effects of Time-Temperature-Salt Concentration. *Frontiers in Materials*. 10(6): 1-17.

- Lipsy, P. 2010. *Thin Layer Chromatography Characterization of the Active Ingredients in Excedrin and Anacin. USA: Department of Chemistry and Chemical Biology*. Stevens Institute of Technology.
- Liu, Hongwei, Tingyue Gu, Guoan Zhang, Wei Wang, Shuang Dong, Yufeng Cheng, and Hongfang Liu. 2016. Corrosion Inhibition of Carbon Steel in CO₂ - Containing Oilfield Produced Water in the Presence of Iron-Oxidizing Bacteria and Inhibitors. *Corrosion Science*. 105: 149–160.
- Liu, Q.Y., Mao, L.J., dan Zhou, S.W. 2014. Effect of Chloride Content on CO₂ Corrosion of Carbon Steel in Simulated Oil and Gas Well Environments. *Corrosion science*. 84, 165-171.
- Nazar, M. 2018. *Spektroskopi Molekul*. Syiah Kuala University Press. Aceh.
- Porcayo-Calderon, J., Martínez de la Escalera, L. M., Canto, J., Casales-Diaz, M., and Salinas-Bravo, V. M. 2015. Effect of the Temperature on the CO₂ Corrosion of Ni3Al. *International Journal of Electrochemical Science*. 10(3): 3136-3151.
- Prayoga, Amri. 2020. Studi Kasus Laju Korosi Baja G550 pada Atmosfer Laut dan Daratan. *Skripsi*. Institut Sains dan Teknologi AKPRIND. Yogyakarta.
- Purwanto A. 2002. Modelling Korosi Baja Tulangan Beton pada Lingkungan yang Agresif. *Jurnal Ekuilibrium*. Vol. 1, No. 1, Hal. 32-38.
- Putra, I, E., dan Pratama, W, P. 2018. “Pengaruh Inhibitor Daun Gambir Terhadap Laju Korosi Baja Karbon Rendah Dalam Larutan NaCl 3,56%”. *Jurnal Momentum*. Vol 20(2): 117–120.
- Ratnasari, I. 2017. “Aktivitas Antibakteri Ekstrak Kasar Aquades Cacing Tanah *Lumbricus rubellus*, Cacing Tanah *Eisenia foetida*, dan Cacing Laut *Nereis sp.* terhadap *Salmonella typhi*”. *Skripsi*. Universitas Brawijaya. Malang.
- Roberge, P. R. 2000. *Handbook of Corrosion Engeneering*. New York: McGraw-Hill Book Company.
- Rohman, A. 2018. *Analisis Obat dalam Sediaan Farmasi*. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Rohman. 2009. *Kromatografi untuk Analisis Obat*. Graha Ilmu. Yogyakarta.
- Sastri, V. S., 2014. Types of Corrosion Inhibitor for Managing Corrosion in Underground Pipelines. *Underground Pipeline Corrosion*. 166-211.
- Setianingsih, T. 2017. *Mikroskop Elektron Transmisi: Teori dan Aplikasinya Untuk Karakterisasi Material*. UB. Press. Malang.
- Silva, Rita Cristina da, Melissa Heinen, Gabriel A. Lorenzi, Demétrius W. Lima, João Henrique Lingner Moura, Jamili M. de Freitas, Emilse M.A. Martini, and Cesar L. Petzhold. 2019. *Carbon Steel Corrosion Controlled by*

Vegetable Polyol Phosphate, in Medium Containing Chloride and Glyoxal: Influence of Phosphate Content and CO₂. *Heliyon* 5 (5).

- Sim, S., Cole, I. S., Bocher, F., Corrigan, P., Gamage, R. P., Ukwattage, N., & Birbilis, N. (2013). Investigating the effect of salt and acid impurities in supercritical CO₂ as relevant to the corrosion of carbon capture and storage pipelines. *International Journal of Greenhouse Gas Control*, 17, 534–541.
- Sudjadi dan A. Rohman. 2018. *Analisis Derivat Babi*. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Wahyuni T., dan Syamsudin. 2014. Pemanfaatan Tanin Ekstrak Daun Jambu Biji Terhadap Laju Korosi Besi Dalam Larutan NaCl 3 %. *Konversi* 3, 44-50.
- Wang, Bei, Lining Xu, Guozhang Liu, and Minxu Lu. 2018. Corrosion Behavior and Mechanism of 3Cr Steel in CO₂ Environment with Various Ca²⁺ Concentration. *Corrosion Science*. 136 : 210–20.
- Yanuar, Ardi P. 2016. Pengaruh Penambahan Inhibitor Alami terhadap Laju Korosi pada Material Pipa Dalam Larutan Air Laut Buatan. *Jurnal Teknik ITS* 5(2): 8-13.
- Yetri, Y., Emriadi, Jamarun, N., Gunawarman. 2015. “Corrosion Inhibitor of Mild Steel by Polar Extract of Theobroma cacao Peels in Hydrochloric Acid Solution”. *Asian Journal of Chemistry*. Vol 27(3): 875-88.
- Yildiz, R. 2015. “An Electrochemical And Theoretical Evaluation Of 4,6-Diamino-2-Pyrimidinethiol As A Corrosion Inhibitor For Mild Steel In HCl Solutions”. *Corrosion Science*. Vol 90: 544–553.
- Zarrouk, A., Hammouti, B., Lakhlifi, T., Traisnel, M., Vezin, H., dan Bentiss, F. 2015. “New 1 H-Pyrrole-2,5-Dione Derivatives As Efficient Organic Inhibitors Of Carbon Steel Corrosion In Hydrochloric Acid Medium : Electrochemical , XPS And DFT Studies”. *Corrosion Science*. Vol 90: 1–48.
- Zhang, Huan huan, Xiaolu Pang, and Kewei Gao. 2019. Effect of Surface Roughness on the Performance of Thioureido Imidozaline Inhibitor in CO₂-Saturated Brine. *Corrosion Science*. 157 : 189–204.
- Zhu, S. D., Fu, A. Q., Miao, J., Yin, Z. F., Zhou, G. S., and Wei, J. F. 2011. Corrosion of N80 Carbon Steel in Oil Field Formation Water Containing CO₂ in the Absence and Presence of Acetic Acid. *Corrosion Science*. 53: 3156-3165.