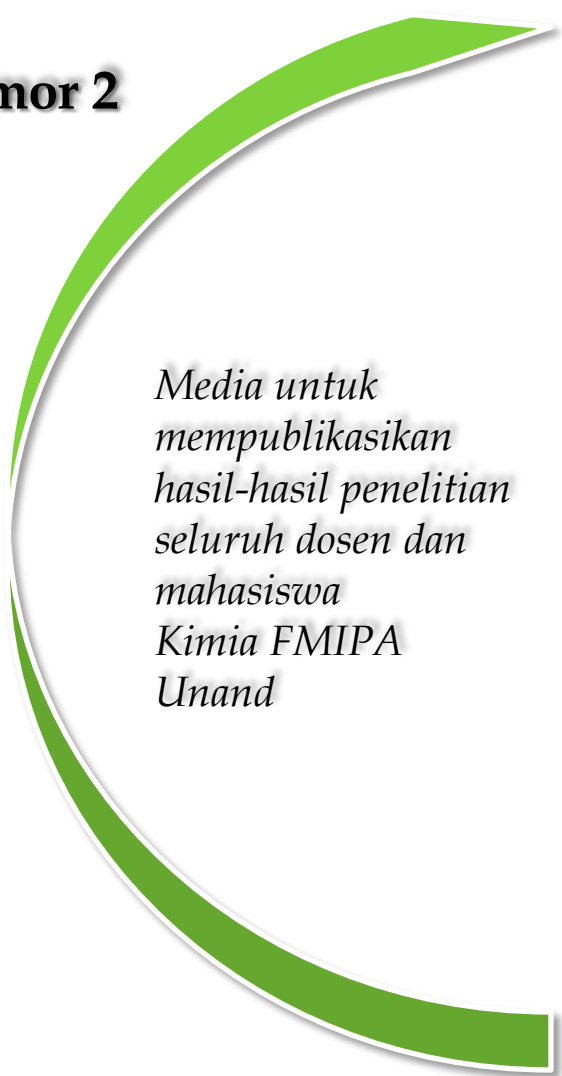


JURNAL KIMIA UNAND

ISSN No. 2303-3401

Volume 3 Nomor 2

Mei, 2014



*Media untuk
mempublikasikan
hasil-hasil penelitian
seluruh dosen dan
mahasiswa
Kimia FMIPA
Unand*

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Andalas

Tim Editorial Jurnal Kimia Unand

Dr. Syukri
Dr. Adlis Santoni
Prof. Dr. Rahmiana Zein
Prof. Dr. Syukri Arief
Dr. Mai Efdi

Sekretariat

Sri Mulya

Alamat Sekretariat

Jurusan Kimia FMIPA Unand
Kampus Unand Limau Manis, Padang-25163
PO. Box 143, Telp./Fax. : (0751) 71 681
Website Jurnal Kimia Unand = www.jurnalsain-unand.com
Corresponding e-mail = syukri@fmipa.unand.ac.id
srimumlya@rektorat.unand.ac.id

DAFTAR ISI

JUDUL ARTIKEL	Halaman
1. SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKRISTAL TiO₂-SiO₂/KITOSAN: EFEK TEMPERATUR KALSINASI DAN SURFAKTAN CTABr Yetria Rilda, Muthia Risa Resfiani, dan Syukri	1-5
2. SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS LAPIS EMPAT Sr_{1-x}Bi_{3+x}LaTi_{4-x}Mn_xO₁₅ DENGAN METODE HIDROTERMAL Erni Pakpahan, Syukri Arief, dan Zulhajdri*	6-11
3. SINTESIS NANOCLUSTERTiO₂-SiO₂/KITOSAN DENGAN PENAMBAHAN SURFAKTAN SDS Yetria Rilda, Rina Asnilawati, dan Admin alif	12-16
4. PEMANFAATAN LIMBAH AMPAS TEBU SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA St. 37 DALAM MEDIUM ASAM KLORIDA Tanya Elviza, Yeni Stiadi, dan Emriadi	17-27

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKRISTAL TiO₂-SiO₂/KITOSAN: EFEK TEMPERATUR KALSINASI DAN SURFAKTAN CTABr

Yetria Rilda, Muthia Risa Resfiani, dan Syukri

Laboratory of Material Chemistry, Chemistry Departement, Andalas University, 25163
e-mail: yetriarilda@yahoo.com

Abstract

TiO₂-SiO₂/chitosan compound has been synthesized by using sol-gel method. The aim of this research is to carry out some synthesis modification to get TiO₂-SiO₂/chitosan. Variation of calcinations temperature of 400 and 500°C were examined to optimize the reaction. Some result of characterization have indicated that the morphology of compound changed during the process. XRD pattern showed that the highest intensity found in the composite is anatase. It was also found that the crystallinity TiO₂-SiO₂ influenced by CTABr and chitosan. Scanning Electron Microscopy (SEM) images showed that the particle of composite homogeneously distributed with pored surface. Fourier Transform Infrared (FTIR) spectrum showed that there are Ti-O-Si, Ti-O-Ti, and Si-O-Si interaction investigated around 4000-400 cm⁻¹.

Keywords: TiO₂-SiO₂, synthesis, surfactant CTABr, chitosan, calcination

1. Pendahuluan

Dampak kemajuan teknologitelah memberikan pengaruh yang sangat signifikan terhadap perkembangan industri-industri dalam menghasilkan produk untuk memenuhi kebutuhan sarana dan prasarana masyarakat.. Sehingga dapat memberi dampak negatif pada lingkungan baik udara maupun air, diakibatkan pencemaran dari limbah industri dan masyarakat, berupa zat warna, peptisida dan mikroorganisma⁽¹⁾. Berbagai usaha telah dilakukan untuk penanganan limbah, tetapi permasalahan ini belum tuntas dilakukan, sehingga perlu beberapa penelitian untuk mencari solusi dalam mengatasi permasalahan tersebut.

Penerapan sistim fotokatalis dengan menggunakan senyawa semikonduktor merupakan solusi yang tepat jika diaplikasikan dalam pengolahan limbah dan merupakan metoda alternatif yang cukup efektif, ekonomis, fraktis, tanpa efek samping yang membahayakan. Titania (TiO₂) merupakan suatu senyawa fotokatalis yang mempunyai aktifitas

fotokatalitik tinggi, tidak beracun, inert. Yetria Rilda, dkk (2010) telah melakukan studi awal dalam penerapan sistim fotokatalisis TiO₂ doped logam transisi seperti Ni doped TiO₂, sebagai senyawa inhibisi beberapa spesies bakteri patogen didalam air, inhibisi akan meningkatkan jika dilakukan penyinaran sinar UV^(2,3,4). Adapun usaha yang perlu dilakukan adalah bagaimana kinerja dari titania dapat ditingkatkan melalui teknik modifikasi dalam penyediaan titania didalam skala laboratorium. Pembentukan cluster oksida logam TiO₂ dengan penambahan matriks support Silika (SiO₂) untuk meningkatkan performa dari titania, sehingga dapat dimodifikasi karakter titania untuk daerah sinar tampak. Dari penelitian Yetria Rilda, dkk (2010) melaporkan bahwa Silika (SiO₂) dapat meningkat sifat mekanik, kestabilan terhadap panas, luas permukaan besar, pada titania⁽⁵⁾.

Dalam memodifikasi morfologi permukaan TiO₂ agar diperoleh permukaan katalis berpori, perlu dilakukan penambahan senyawa tertentu sebagai template pencetak pori. Yetria Rilda, *et al* (2013)

telah melakukan penelitian sebagai senyawa templete pengarah struktur pori menggunakan senyawa organik yaitu kitosan. Kitosan memiliki gugus spesifik amina dan hidroksil sehingga memudahkan untuk berhibridisasi dengan molekul $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$, dan dapat meningkatkan jumlah dispersi TiO_2 pada SiO_2 ^(6, 7).

Ruslimie, *et al.*, (2010) telah melakukan penelitian menggunakan surfaktan CTABr (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) dalam mendistribusi pori pada permukaan katalis agar terdistribusi merata dan ternyata surfaktan dapat mempengaruhi pertumbuhan kristal TiO_2 . Intensitas kristal semakin tinggi seiring dengan bertambahnya konsentrasi surfaktan CTABr⁽⁸⁾.

Berdasarkan dari hasil optimasi penelitian sebelumnya maka penelitian ini bertujuan melakukan sintesis $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ / kitosan dengan penambahan surfaktan CTABr. Dan untuk mengoptimasi kondisi sintesis perlu dilakukan dan pengaturan temperatur dan lama waktu sintering pada proses sol-gel. Kondisi proses sintesis dilakukan variasi suhu kalsinasi 400°C dan 500°C dengan lama waktu 5 jam.

2. Metodologi Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Instrumen yang digunakan adalah oven, furnace, FTIR Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) (*Spectrophotometer Infrared FT-IR Perkin Elmer 1600 series*), X-ray diffraction (XRD) (X' Port PAN Analytical), Spectroscopy Electron Microscopy and - Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX) (*Leosupra 50 VP Field Emission SEM Oxford INCA 400 Energy Dispersive X-Ray Micro analysis System*).

Bahan yang digunakan adalah kitosan komersil, asam klorida (HCl), asam asetat (Merck), aquadest, Titanium Iso Propoksida (Aldrick 97%), Dietanol Amin (DEA) (Merck), isopropanol (Merck), Tetraetil Ortho Silikat (TEOS) (Merck) dan Surfaktan

Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTABr) (Merck).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /Kitosan

Sol $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dibuat dari campuran TiO_2 dan SiO_2 . Larutan A terdapat campuran TIP di dalam isopropanol dan DEA distirrer sampai homogen pada temperatur kamar. Kemudian, larutan B dibuat dari larutan TEOS di dalam isopropanol dengan penambahan katalis HCl, distirrer sampai homogen pada temperatur kamar. Larutan C, yaitu larutan kitosan dibuat dengan melarutkan kitosan di dalam asam asetat 5%. Campuran Sol A B C distirrer sampai homogen dan pH diatur dengan penambahan NH_4OH sampai pH = 10. Larutan A dan B dicampur dengan perbandingan molar Ti:Si = 3:1. Campuran sol distirrer selama 8 jam pada temperatur kamar, sehingga terbentuk sol yang stabil dan homogen, dan dilanjutkan dengan pembentukan gel pada suhu 110-120°C selama 15 jam. Gel dikalsinasi pada suhu 400°C, 500°C dan 700°C selama 3 jam untuk memperoleh *powder* $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan.

2.2.2 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /Kitosan/CTABr

Campuran Larutan A, larutan B dan larutan C, volume total larutan 50 mL ditambahkan dengan surfaktan CTABr 30%, distirrer sampai homogen. Selanjutnya Campuran sol distirrer selama 8 jam pada temperatur kamar, sehingga terbentuk sol yang stabil dan homogen, dan dilanjutkan dengan pembentukan gel pada suhu 110-120°C selama 15 jam. Gel yang terbentuk dikalsinasi pada suhu 400°C dan 500°C selama 5 jam untuk memperoleh *powder* $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan/CTABr.

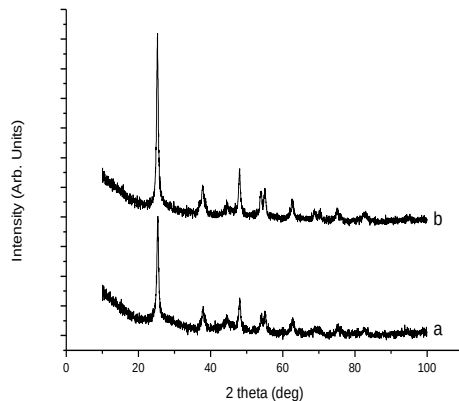
2.2.3. Karakterisasi

Powder $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan yang diperoleh dari proses kalsinasi dikarakterisasi untuk memperoleh informasi apakah ada interaksi antara $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan dan CTBr dengan FTIR, ukuran kristal ditentukan menggunakan, XRD, dan morfologi permukaan dengan SEM-EDX.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisis XRD (X-Ray Diffraction)

Dari difraktogram XRD pada gambar 1 diperoleh perbedaan intensitas puncak dari ketiga sampel, perbedaan ini menunjukkan tingkat kristalinitas dari sampel. Muneer M. Ba-Abbad, *et al.*, (2012) melaporkan bahwa dengan meningkatnya suhu kalsinasi maka intensitas puncak yang dihasilkan meningkat pula⁽⁹⁾. Ini terlihat pada pola XRD pada gambar 1(b) memiliki intensitas yang lebih tinggi dan tajam dibandingkan dengan pola XRD pada gambar 1(a). Ini menandakan pembentukan kristal pada sampel pada gambar 1(b) pada suhu kalsinasi 500°C lebih sempurna daripada sampel dengan suhu kalsinasi 400°C. Pembentukan kristal TiO₂ pada suhu kalsinasi 400°C kurang sempurna karena SiO₂ dan senyawa organik belum terjadi pembakaran yang sempurna dan masih terdapat sisa-sisa karbon dari bahan organik yang digunakan, kecenderungan menyebabkan derajat kristalinitas sampel rendah.



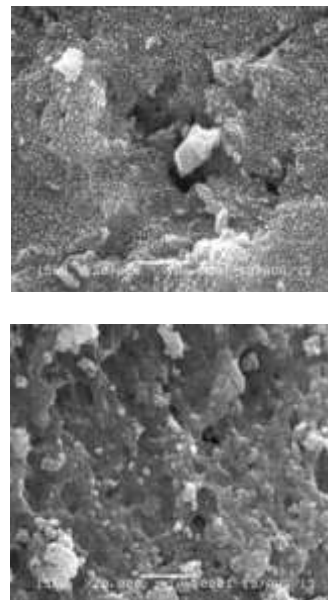
Gambar 1. Pola XRD dari TiO₂-SiO₂/Kitosan dengan penambahan CTABr 30% dengan variasi suhu kalsinasi selama 3 jam (a) 400°C (b) 500 °C (c) 700°C

Dari data XRD di atas dapat dihitung ukuran kristal TiO₂ dengan cara memasukkan data θ , β , λ dan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak dengan refleksi tertinggi ke dalam persamaan Scherrer, maka didapatkan

ukuran kristal untuk gambar 1(a) yaitu 16,1 nm sedangkan untuk gambar 1(b) didapatkan ukuran kristalnya yaitu 19,2 nm. Hasil penelitian Tianyou Peng, *et al.*, (2005) melaporkan bahwa suhu kalsinasi dalam sintesis TiO₂ meningkatkan ukuran kristal dari TiO₂⁽⁹⁾. Dapat disimpulkan bahwa dengan meningkatnya suhu kalsinasi tingkat kristalinitas semakin baik serta ukuran kristal yang didapatkan lebih besar sehingga pertumbuhan kristal menjadi lebih sempurna. Dari pola XRD ini juga dapat memberikan informasi bahwa peran SiO₂ dalam sintesis TiO₂, dimana SiO₂ dapat meningkatkan kestabilan fase TiO₂ anatase sampai suhu 700°C pada komposisi Ti : Si = 1:1 yang dilaporkan oleh Yetria Rilda, *et al* (2014) ⁽⁶⁾.

3.2 Analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Gambar 2 memperlihatkan bahwa permukaan TiO₂ yang telah didoping kitosan, memiliki permukaan *smooth* dengan membentuk bongkahan dengan struktur amorf pada suhu 400°C.

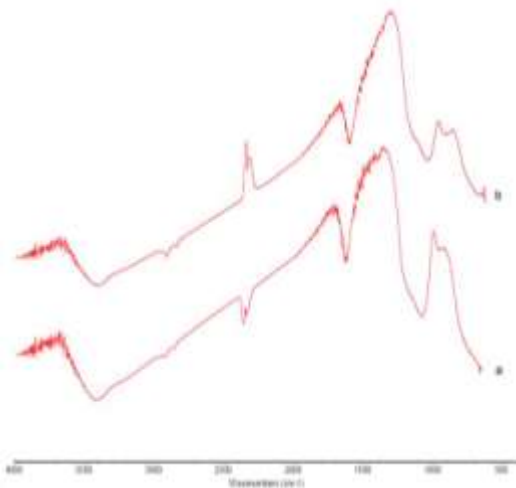


Gambar 2. Gambar SEM dengan perbesaran 20.000 kali dari TiO₂-SiO₂/Kitosan dengan penambahan CTABr 30% (suhu kalsinasi 400°C dan 500°C)

Jika dibandingkan dengan gambar 2, terlihat bahwa morfologi permukaan yang kasar dan terbentuk bongkahan kecil pada permukaan TiO_2 , yang menunjukkan dengan struktur kristal telah terbentuk. Selain itu, permukaan menampilkan pori karena adanya kitosan. Kitosan dapat berperan sebagai template pengarah struktur pori pada permukaan TiO_2 - SiO_2 .

3.3 Analisis FT-IR

Gambar 3 menunjukkan perbedaan informasi spektrum FTIR kontrol TiO_2 - SiO_2 dengan penambahan surfaktan CTABr 30% (tanpa kitosan) dan TiO_2 - SiO_2 /kitosan. Di atas terlihat memperlihatkan adanya pita serapan karakteristik pada bilangan gelombang $3422,7 \text{ cm}^{-1}$ dan $3422,6 \text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya gugus-OH. Pita serapan pada bilangan gelombang yang berkisar antara $956,5$ - $946,9 \text{ cm}^{-1}$ memperlihatkan adanya vibrasi dari Si-O-Ti. Selain itu, pada pita $618,1$ - $405,9 \text{ cm}^{-1}$ sesuai dengan vibrasi O-Ti-O, dan terlihat juga adanya vibrasi Si-O-Si oleh kedua sampel yang ditandai pada bilangan gelombang $1059,3 \text{ cm}^{-1}$ dan $1077,1 \text{ cm}^{-1}$.



Gambar 3. Spektrum FTIR dari (a) TiO_2 - SiO_2 (tanpa kitosan) (b) TiO_2 - SiO_2 /Kitosan dengan penambahan CTABr 30%

Untuk gambar 3 memiliki pita serapan pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} sesuai dengan vibrasi O-H dari gugus hidroksi

permukaan. Sedangkan, vibrasi Si-O-Si dari sampel berturut-turut pada bilangan gelombang, yaitu $1058,1 \text{ cm}^{-1}$ dan $1077,1 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu, pada spektrum terlihat bahwa pada pita serapan dengan bilangan gelombang $956,5$ - $946,9 \text{ cm}^{-1}$ ditunjukkan dengan adanya vibrasi Si-O-Ti. Pada pita $618,1$ - $405,9 \text{ cm}^{-1}$ sesuai dengan vibrasi O-Ti-O.

4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian sintesis TiO_2 - SiO_2 /Kitosan dapat diambil kesimpulan bahwa kestabilan fase kristal TiO_2 - SiO_2 /kitosan anatase stabil sampai suhu 700°C selama 3 jam dengan adanya matrik support SiO_2 /kitosan yang berhibridisasi dengan TiO_2 , tetapi cenderung mempengaruhi derajat kristalinitas dari TiO_2 - SiO_2 /kitosan. Kitosan dapat berperan dalam template pencetakan pori, dan pembentukan pori semakin meningkat jika waktu pembentukan gel lebih lama yaitu 15 jam. Pembentukan aglomerasi partikel dari TiO_2 - SiO_2 /kitosan dapat diatasi dengan penambahan surfaktan kationik CTABr.

Referensi

1. Zainal, Z., Hui, L.K., Hussein, M.Z., Abdullah, A.H., and Hamadneh, I.R., **2009**, Characterization of TiO_2 -Chitosan/Glass Photocatalyst for The Removal of a Monoazo Dye Via Photodegradation-Adsorption Process. *Journal of Hazardous Materials*. 138-145.
2. Rilda, Yetria., **2010** (a), Sintesis Fotokatalis TiO_2 dan Peningkatan Performanya dengan Metoda Sol-Ge, Universitas Andalas, *Jurnal Riset Kimia*, 189-195.
3. Rilda, Yetria., Dharma, A., Arief, S., Alif, A., dan B. Shaleh., **2010** (a), Efek Doping Ni(II) Pada Aktivitas Fotokatalitik dari TiO_2 Untuk Inhibisi Bakteri Patogenik, *Jurnal Makara Sains*, Vol. 14: 7-14.
4. Sayilkan, F., Asilturk, M., Sayilkan, H., Onal, Y., Akarsu, M., and Arpac, E., **2005**, Characterization of TiO_2 Synthesized in Alcohol by a Sol-Gel Process: The Effects of Annealing Temperature and Acid Catalyst. *Turk J Chem* 29, 697-706.

5. Rilda, Yetria.,**2010** (c), Sintesis Fotokatalis TiO₂ dan Peningkatan Performanya dengan Metoda Sol-Gel, Universitas Andalas, *Jurnal Riset Kimia*, 189-195.
6. Rilda. Y., A. Alif, E. Munaf and A. Agustien. **2014**, Effects of Molar Ratio on The Synthesis and Characterization Nanocluster TiO₂-SiO₂ with Induced Copolymer Chitosan by Sol - Gel. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences* 5 (2), 1417 - 1427
7. Balachandran, K., et. al.,**2010**, Synthesis of Nano TiO₂-SiO₂ Composite Using Sol-Gel Method: Effect on Size, Surface Morphology and Thermal Stability, *International Journal of Engineering Science and Technology*, Vol. 2(8), 3695-3700.
8. Fung, A.L., **2007**, A Study on The Characteristics of Chitosan as an Immobilization Matrix for Biosensors. Thesis Master Sains. Universiti Sains Malaysia.
9. Saputro, A.N., dan Mahardiani, L., **2009**, Sintesis, Karakterisasi dan Aplikasi Chitosan Modified Carboxymethyl (Cs-Mcm) sebagai Agen Perbaikan Mutu Kertas Daur Ulang. FKIP. UNS. Surakarta.
10. C, Ruslimie., Hasmizam Razali, A. Mohd., and Khairul, W.M., **2010**, Effect of HTAB Concentration on The Synthesis of Nanostructured TiO₂ Towards Its Catalytic Activities, *The Malaysian Journal of Analytical Sciences*, Vol. 14, No.1, 41 - 49.
11. M. Ba-Abbad, M., H. Kadhum, A. A., Mohamad, Abu Bakar., Takriff, Mohd S., and Sopian, K.,**2012**, Synthesis and Catalytic Activity of TiO₂ Nanoparticles for Photochemical Oxidation of Concentrated Chlorophenols under Direct Solar Radiation, *International Journal of Electrochemical Science*, 4871 - 4888.
12. Peng, Tianyou., Zhao, De., Dai, Ke., Shi, Wei., and Hirao, Kazuyuki,**2005**, Synthesis of Titanium Dioxide Nanoparticles with Mesoporous Anatase Wall and High Photocatalytic Activity, *J. Phys. Chem*, 4947-4952.

SINTESIS SENYAWA AURIVILLIUS LAPIS EMPAT $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ DENGAN METODE HIDROTHERMAL

Erni Pakpahan, Syukri Arief, dan Zulhadjri*

^aLaboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

^bPembimbing I Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

^cPembimbing II Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*e-mail: zulhadjri@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

The Aurivillius phases are a metal oxide type compounds with general formula $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$. $[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]^{2-}$. They grow regularly between fluorite-like $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$ layers and perovskite $[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]^{2-}$ layers. Aurivillius phases can perform as a magnetoelectric compounds due to their structure can be built by combination of ferroelectric cation (d^0) and magnetic kation (d^n) in octahedral of perovskite layer. In this study, it has been synthesized four-layers Aurivillius, $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,2; 0,4; 1$) by hydrothermal method. The products have been characterized by X-Ray diffraction (XRD). The XRD data were refined by *Le Bail* technique using Rietica program. The sample with $x = 0, 0,2$, and $0,4$ formed four-layers Aurivillius phase, however still containing another phase predicted as perovskite phase. While the sample with $x = 1$ showed three-layers Aurivillius and $\text{La}_5\text{Ti}_5\text{O}_{17}$ phases. The four-layers of $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,2; 0,4; 1$) have ortorombic symmetry with $A2_1am$ space group. The morfology of these sampels analyzed by Scanning Electron Microcopy (SEM) showed the plate and grains as the characteristic of Aurivillius phase.

Key words: Aurivillius phase, Hydrothermal method.

I. Pendahuluan

Senyawa Aurivillius merupakan oksida logam yang terdiri atas lapisan perovskit dan oksida bismut. Oksida Aurivillius mempunyai beberapa sifat fisik yang karakteristik salah satunya adalah sifat feroelektrik. Sifat feroelektrik dihasilkan oleh kation logam transisi yang memiliki orbital d^0 . Selain memiliki sifat feroelektrik, senyawa Aurivillius juga dapat menunjukkan sifat magnetoelektrik. Senyawa yang bersifat magnetoelektrik terdiri atas kation feroelektrik (d^0) dan kation magnetik (d^n) di dalam satu fasa.¹⁻⁴

Pada saat ini, material yang menunjukkan sifat magnetoelektrik menarik perhatian peneliti. Material sejenis ini dipertimbangkan

sebagai senyawa yang menjanjikan, misalnya sebagai sensor feromagnetik dan penyimpanan data. Senyawa Aurivillius merupakan salah satu kandidat untuk tujuan ini karena dapat dibangun dengan mengkombinasikan kation feroelektrik (d^0) dan kation magnetik (d^n) di pusat oktahedral, sehingga memiliki sifat magnetoelektrik.⁴ sifat magnetoelektrik dari senyawa Aurivillius diperkirakan dapat menyimpan data dengan kapasitas besar karena sifat magnetolektriknya.^{1,2}

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa Aurivillius $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$, yang bersifat magnetoelektrik, dimana kation Ti^{4+} didoping dengan kation Mn^{3+} . Mangan memiliki sifat magnetik yang bagus sehingga sangat berpotensi untuk menghasilkan

senyawa Aurivillius bersifat magnetoelektrik.^{3,4}

Pada penelitian sebelumnya (Zulhadjri, dkk.)^{4,5,6} telah melakukan pembuatan senyawa Aurivillius $\text{Pb}_{1-x}\text{Bi}_{4+x}\text{Ti}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ dan $\text{Pb}_{2-x}\text{Bi}_{4+x}\text{Ti}_{5-x}\text{Mn}_x\text{O}_{18}$ ($0 \leq x \leq 1$) dengan menggunakan metode lelehan garam. Hasil yang diperoleh adalah fasa tunggal Aurivillius dengan grup ruang $A2_1am$ dengan konsentrasi Mn^{3+} maksimum adalah $x = 0,6$ mol. Selain itu diperoleh ikatan Ti-O dalam lapisan perovskit mengalami perbedaan panjang ikatan dan senyawanya memperlihatkan distorsi struktur. Di samping itu metode lelehan garam juga masih berlangsung dalam suhu yang cukup tinggi, sehingga kurang menguntungkan dalam sintesis.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa Aurivillius $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0, 0,2, 0,4$ dan 1) dengan menggunakan metode hidrotermal. Kation Mn^{3+} dan Ti^{4+} akan dapat terdistorsi besar pada lapisan oktahedra perovskit karena berbeda dalam valensi. Dengan menggunakan metode hidrotermal maka pembentukan oktahedra yang mengandung kation Ti^{4+} dan Mn^{3+} dapat dipertahankan dan dikontrol muatannya karena metode hidrotermal dapat memberi tekanan yang cukup tinggi.^{4,5}

Proses hidrotermal melibatkan penggunaan pelarut diatas suhu dan tekanan di atas titik didihnya. Hal ini mengakibatkan terjadinya peningkatan daya larut dari padatan dan meningkatnya kecepatan reaksi antar padatan. Sintesis senyawa Aurivillius dengan metode hidrotermal telah banyak dibuktikan dapat menghasilkan produk-produk kristalit yang tinggi hanya dengan menggunakan temperatur dan konsentrasi yang rendah.⁷

Yanhui Shi, dkk (2000) sudah melakukan penelitian sintesis senyawa Aurivillius dengan menggunakan metode hidrotermal pada suhu 240°C selama 72 jam.⁸ Rizal, M. dan Ismunandar (2007), juga telah berhasil mensintesis senyawa Aurivillius $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dengan metode hidrotermal menggunakan pelarut NaOH 3M.⁹ Metode ini diaplikasikan

untuk mensintesis senyawa Aurivillius lapis empat, $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ($\geq 98,0\%$, Sigma - Aldrich), $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ (p.a $\geq 99,0\%$, Merck), $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (98,5%, Merck), $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck), $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ (97 %, Aldrich), NaOH ($\geq 99\%$, Merck), dan *aquadest*. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven, *furnace* krus alumina, *agate mortar*, autoklaf, gelas piala, gelas ukur, kaca arloji, bola hisap, spatula, batang pengaduk, pipet tetes, Kertas pH, *magnetic stirrer*, timbangan. Instrumen yang digunakan adalah X-Ray Diffraction (XRD) Simadzu XRD 7000 dengan sumber target CuK α dan Scanning Electron Microscopy (SEM) (EDX) JEOL JSM-6360LA.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Sintesis Senyawa Aurivillius

Sintesis senyawa Aurivillius lapis empat $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ dibuat dari $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ sebagai prekursor. Semua bahan tersebut ditimbang dengan perbandingan stokiometri 0; 0,2; 0,4; dan 1. Kemudian dilarutkan dengan NaOH 3 M dan distirrer selama 2 jam. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam autoklaf yang bervolume 100 mL dipanaskan dalam oven pada suhu 240°C . Pemanasan dilakukan selama 72 jam. Endapan hasil hidrotermal dicuci dengan *aquadest* untuk menghilangkan basa yang tersisa yang dicek dengan menggunakan kertas lakmus. Endapan setelah dicuci dipanaskan pada suhu 110°C selama 6 jam. Pemanasan produk kemudian dilanjutkan pada suhu 550°C selama 5 jam. Setelah pemanasan kemudian bubuk digerus dengan menggunakan *agate mortar*. Untuk memperoleh produk yang kristalin pemanasan dilanjutkan pada suhu 900°C selama 4 jam. Produk yang dihasilkan kemudian digerus untuk dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Sintesis Senyawa Aurivillius $Sr_{1-x}Bi_{3+x}LaTi_{4-x}Mn_xO_{15}$

Senyawa Aurivillius $Sr_{1-x}Bi_{3+x}LaTi_{4-x}Mn_xO_{15}$ ($x = 0; 0,2; 0,4; \text{ dan } 1$) telah disintesis dengan metode hidrotermal menggunakan logam bahan dasar nitrat, kecuali TIP. Bahan dasar dilarutkan dengan menggunakan pelarut NaOH 3M. NaOH berperan sebagai *mineralizer* yang dapat meningkatkan kepolaran pelarut sehingga memperbesar kelarutan suatu zat yang terlarut (senyawa ionik). Larutan yang terbentuk setelah proses hidrotermal menghasilkan endapan berwarna putih kekuningan untuk sampel dengan komposisi $x = 0$ dan coklat untuk $x = 0,2; 0,4; \text{ dan } 1$. Hasil endapan dicuci beberapa kali dengan menggunakan *aquadest* untuk menghilangkan sisa basa dan menghilangkan zat-zat terlarut lainnya.

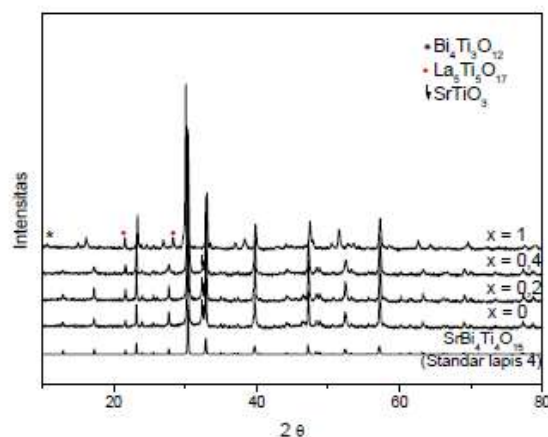
Kemudian dilanjutkan proses pengeringan di dalam oven pada suhu 110°C selama 4 jam. Bubuk kering kemudian digerus dengan *agate mortar* untuk menghaluskan serbuk dan didekomposisi di dalam *furnace* pada suhu 550°C selama 5 jam. Produk yang diperoleh adalah bubuk berwarna putih kekuningan pada sampel $x = 0$ mol dan coklat kehijauan pada $x = 0,2; 0,4$ sedangkan sampel dengan $x = 1$ diperoleh endapan berwarna kehitaman. Agar produk menghasilkan kristalin yang bagus maka dilakukan proses sintering pada suhu 900°C selama 4 jam. Sebelum disintering, bubuk tersebut digerus sampai halus. Warna bubuk mengalami perubahan setelah sintering. Sampel dengan $x = 0$, serbuk menunjukkan warna semakin putih kekuningan. Sedangkan sampel dengan $x = 0,2; 0,4; \text{ dan } 1$ warna produk menjadi semakin hitam. Warna hitam yang semakin pekat merupakan karakteristik Mn oksida yang berwarna hitam.

3.2. Karakterisasi Senyawa Aurivillius $Sr_{1-x}Bi_{3+x}LaTi_{4-x}Mn_xO_{15}$

3.2.1. X-ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD bertujuan untuk menentukan fasa yang terbentuk, jenis kristal, dan ukuran kristal [10]. Gambar 1

memperlihatkan pola difraksi sinar-X sampel senyawa $Sr_{1-x}Bi_{3+x}LaTi_{4-x}Mn_xO_{15}$ dengan $x = 0; 0,2; 0,4; \text{ dan } 1$. Analisis data difraksi sinar-X dilakukan pada rentang sudut $2\theta = 10^\circ$ sampai 90° .



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X senyawa $Sr_{1-x}Bi_{3+x}LaTi_{4-x}Mn_xO_{15}$ ($x = 0; 0,2; 0,4; \text{ dan } 1$ mol) yang disintesis pada suhu 240°C , NaOH 3 M selama 72 jam.

Berdasarkan pola difraksi sinar-X pada Gambar 1 menunjukkan bahwa fasa Aurivillius lapis empat sudah terbentuk untuk sampel $x \leq 0,4$. Fasa Aurivillius lapis empat yang terbentuk pada sampel $Sr_{1-x}Bi_{3+x}LaTi_{4-x}Mn_xO_{15}$ diketahui setelah membandingkan pola difraksi sinar-X dengan standar yang sesuai. Standar yang digunakan adalah senyawa Aurivillius lapis empat, $SrBi_4Ti_4O_{15}$ dilaporkan oleh Hervoces, dkk (2002)¹¹ dalam sistem kristal ortorombik grup ruang $A2_1am$ dan $Z = 4$ yang ditandai dengan puncak $2\theta = 12,9^\circ, 13,0^\circ, 17,3^\circ, 21,6^\circ, 23,2^\circ, 27,7^\circ, 30,38^\circ, 32,9^\circ, 39,7^\circ, 47,8^\circ, 52,4^\circ, \text{ dan } 57,2^\circ$.

Pada sampel $x = 0, 0,2 \text{ dan } 0,4$ selain terbentuk fasa Aurivillius lapis empat juga membentuk fasa perovskit $SrTiO_3$ yang ditandai oleh $2\theta = 32,38^\circ$. Terbentuknya $SrTiO_3$ cenderung disebabkan oleh adanya kation Sr^{2+} . Fasa perovskit $SrTiO_3$ semakin menurun seiring berkurangnya kadar kation Sr^{2+} dalam sampel. Hal ini dimungkinkan karena jumlah konsentrasi Sr^{2+} yang berjari-jari $1,58 \text{ \AA}$ yang lebih besar dari jari-jari kation Bi^{3+} ($1,36 \text{ \AA}$) dengan kondisi sintesis senyawa $Sr_{1-x}Bi_{3+x}LaTi_{4-x}Mn_xO_{15}$ yang dilakukan belum

mampu menghasilkan fasa tunggal Aurivillius.

Pada sampel dengan $x = 1$ tidak dapat membentuk fasa Aurivillius lapis empat, melainkan fasa Aurivillius lapis tiga yang bercampur dengan fasa lain. Puncak Aurivillius lapis tiga ditandai pada $2\theta = 10,76^\circ, 16,18^\circ, 23,32^\circ, 30,12^\circ, 33,1^\circ, 38,32^\circ, 39,86^\circ, 47,32^\circ, 47,78^\circ, 51,36^\circ, 51,52^\circ, 57,24^\circ$, dan $62,64^\circ$. Pada sampel $x = 1$ selain sampel memperlihatkan fasa Aurivillius lapis tiga juga diamati fasa $\text{La}_5\text{Ti}_5\text{O}_{17}$ (ICSD #281282) yang ditandai dengan puncak $2\theta = 21,60^\circ$ dan $28,29^\circ$.^{11, 12, 13}

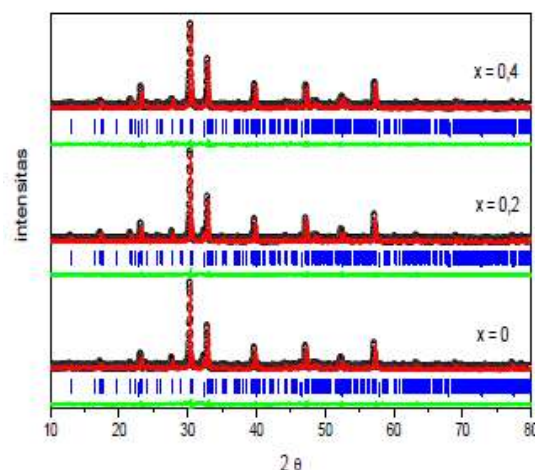
Dari hasil penelitian senyawa Aurivillius $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ yang sudah dilakukan dengan metode hidrotermal diperoleh senyawa Aurivillius lapis empat $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ pada sampel sampel $x = 0, 0,2$ dan $0,4$ yang merupakan campuran antara fasa Aurivillius lapis empat dan fasa perovskit SrTiO_3 . Pada sampel $x = 1$, belum dihasilkan senyawa Aurivillius lapis empat, tetapi yang terbentuk adalah fasa Aurivillius lapis tiga yang mengandung fasa $\text{La}_5\text{Ti}_5\text{O}_{17}$. Demikian halnya dengan hasil penelitian senyawa Aurivillius $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0,2; 0,4$; dan 1) dengan metode lelehan garam yang telah dilakukan oleh Rima Refelina. Sedangkan pada sampel $x = 1$ dapat dihasilkan senyawa Aurivillius lapis 4, namun masih mengandung pengotor lapis tiga, $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$.¹⁴

3.3. Refinement Struktur kristal dengan Metode Le Bail

Semua data XRD direfinement menggunakan program Rietica dengan teknik *Le Bail* guna mendapatkan unit sel dari senyawa yang terbentuk. Refinement hanya dilakukan untuk sampel yang membentuk fasa Aurivillius lapis empat. Plot *Le Bail* diperlihatkan pada Gambar 2. Parameter sel satuan hasil refinement dirangkum pada Tabel 1. Hasil refinement menggunakan metode *Le Bail* terhadap data difraksi sinar-X dilakukan pada rentang $2\theta = 10 - 80^\circ$. Refinement struktur dilakukan sesuai dengan fasa yang terbentuk

pada hasil sintesis senyawa Aurivillius $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$.

Pada sampel senyawa $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ dengan $x = 0, 0,2$, dan $0,4$. Refinement dilakukan menggunakan dua fasa yaitu fasa Aurivillius lapis empat dalam sistem kristal ortorombik dengan grup ruang $A21am$ dan fasa perovskit SrTiO_3 dalam sistem kristal kubik memiliki grup ruang $PM-3M$. Input data untuk Aurivillius berlapis empat yang digunakan ialah senyawa $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ dilaporkan oleh Hervoches, C.H., dkk (ICSD # 51863) dengan $a = 5,4507(1) \text{ \AA}$, $b = 5,4376(1) \text{ \AA}$, $c = 40,9841(8) \text{ \AA}$ memiliki simetri ortorombik dan grup ruang $A21am$. Fasa perovskit SrTiO_3 digunakan data dengan $a = 3,9034(5) \text{ \AA}$, $b = 3,9034(5) \text{ \AA}$, $c = 3,9034(5) \text{ \AA}$ berstruktur kubik dengan grup ruang $PM-3M$.^{11, 15}



Gambar 2. Plot *LeBail* senyawa $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,2; 0,4$) data sinar-X laboratorium; ($\circ$) data percobaan, garis merah = hasil perhitungan, garis biru vertikal = posisi Bragg yang diharapkan untuk grup ruang $A21am$ dan garis hijau = selisih hasil perhitungan dengan data).

Parameter sel satuan hasil refinement dengan teknik *Le Bail* terhadap data difraksi sinar-X ditunjukkan pada Tabel 1 menunjukkan bahwa nilai R_p (3,4117 %), R_{wp} (4,4833 %), R_{exp} (3,7483 %) dan X berada pada rentang yang masih dapat diterima untuk refinement.

Tabel 1. Parameter sel satuan hasil refinement dengan teknik *Le Bail* terhadap data difraksi sinar-X dengan senyawa $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$.

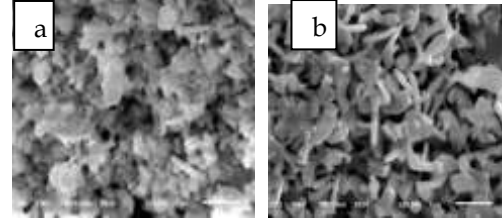
Parameter Sel	$\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$		
	$x = 0^*$	$x = 0,2^*$	$x = 0,4^*$
Grup Ruang	$A2_{1am}$	$A2_{1am}$	$A2_{1am}$
a (Å)	,4521(5)	5,4515(3)	5,4488(7)
b (Å)	,4397(4)	5,4386(3)	5,4358(6)
c (Å)	0,9826(4)	40,9804(3)	40,9831(5)
V (Å ³)	1215,5(2)	1214,9(1)	1213,9(3)
$b-a$ (Å)	-0,0124	-0,0130	-0,0130
c/a	7,5168	7,5173	7,5215
Z	4	4	4
R_p (%)	3,21	3,07	3,06
R_{wp} (%)	4,12	3,97	3,98
R_{exp}	3,75	3,74	3,74
χ^2	1,312	1,218	1,168

* Refinement dilakukan dengan dua fasa yaitu Aurivillius lapis empat dan perovskit.

3.4. Analisis SEM (ScanningElectron Microscopy)
Analisis dengan menggunakan SEM terhadap sampel $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ sudah dilakukan dan hasilnya diperlihatkan pada Gambar 3 (data SEM untuk sampel $x = 0$; dan 1). Sampel $x = 0$ menunjukkan bentuk lempengan dan butiran halus, sedangkan pada sampel $x = 1$ didominasi bentuk lempengan-lempengan (pelat) dengan orientasi acak. Bentuk ini merupakan ciri khas

dari morfologi fasa Aurivillius seperti yang sudah dilaporkan oleh Ferrer, P (2004).¹⁶

Partikel-partikel kecil yang terdapat pada lempengan dianggap sebagai fasa pengotor.



Gambar 3. Hasil morfologi Aurivillius $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ a) $x = 0$, b) $x = 1$ dengan perbesaran 20000x.

IV. Kesimpulan

Senyawa Aurivillius $\text{Sr}_{1-x}\text{Bi}_{3+x}\text{LaTi}_{4-x}\text{Mn}_x\text{O}_{15}$ ($x = 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8$; dan 1) telah disintesis dengan metode hidrotermal. Sampel dengan $x = 0; 0,2$; dan 0,4 membentuk fasa Aurivillius lapis empat yang bercampur dengan fasa perovskit SrTiO_3 . Sampel $x = 1$ merupakan fasa Aurivillius lapis tiga dengan campuran fasa $\text{La}_5\text{Ti}_5\text{O}_{17}$.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Dirjen Dikti kementerian pendidikan dan kebudayaan Republik Indonesia atas dana Penelitian Fundamental no. Kontrak 002/UN.16/PL/MT-FD/1/2013, Program Kreativitas Mahasiswa bidang Penelitian (PKM-P) tahun 2012 dan kepada seluruh analis.

Referensi

1. Mikrianto, E. dan Ismunandar, **2004** Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Berstruktur Empat dan Lima Lapis dan Penentuan Sifat Feroelektriknya. *Jurnal Matematika dan Sains*, vol. 9, No. 3. Pp. 279-284
2. Obregón, S., Alfaro, A., Martínez-de la Cruz, Leticia M, Torres-Martínez, S.W., and Lee, **2010**, Remove of marine plankton by photocatalysts with Aurivillius-type structure, *Journal of Catalysis*, No. 11, pp. 326-330
3. Mikrianto, E., Yanti, I., Wahyuni, D., R., Husna, F., Noveasari, Nuryanti, K., **2007**, Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Berstruktur Aurivillius Lima Lapis Tipe

- CuBi₅Ti₅O₁₈ dan AgBi₅Ti₅O₁₈ dan Penentuan Sifat Feroelektriknya," *Sains dan Terapan Kimia*, Vol.1, No.2, hal. 59 – 68
4. Zulhadjri, Primjamboedi, B., Nugroho, A. A., **2009**, Synthesis and Structure Analysis of Aurivillius Phases Pb_{1-x}Bi_{4+x}Ti_{4-x}Mn_xO₁₅" , *Journal of the Chinese Chemical Society*, Vol 56, pp. 1108-111
 5. Zulhadjri, **2010**, Senyawa Aurivillius Pb_{1-x}Bi_{4+x}Ti_{4-x}Mn_xO₁₅ dan Pb_{2-x}Bi_{4+x}Ti_{5-x}Mn_xO₁₈ : Sintesis, struktur, sifat feroelektrik dan magnetik, *Disertasi*, ITB, Bandung
 6. Zulhadjri, Prijamboedi, B., Nugroho, A.A., Mufti, N., Fajar, A., Palstra, T.T.M., and Ismunandar, **2011**, *Five Layers Aurivillius Phases Pb_{2-x}Bi_{4+x}Ti_{5-x}Mn_xO₁₈: Synthesis, Structure, Relaxor Ferroelectric and Magnetic Properties*, Vol. 43 A, No. 2, 139-150
 7. Ismunandar, **2006**, Padatan Oksida Logam (struktur, sintesis dan sifat-sifatnya), Bandung : Institut Teknologi Bandung
 8. Yanhui Shi, Changsheng Cao, Shouhua Feng, **2000**, Hydrothermal synthesis and characterization of Bi Ti O . *Materials Letters*, Vol. 46, pp 270-273
 9. Rizal, M. dan Ismunandar, **2007**, Sintesis dengan Metode Hidrotermal dan Karakterisasi Senyawa Berstruktur Aurivillius Bi₄Ti₃O₁₂. *Jurnal Matematika dan Sains*, Vol. 12, No. 1, 44-48, Bandung
 10. Ooi, Li-Ling, **2010**, Principles Of X-Rays Crystallography, United States, Oxford University Press
 11. Hervoches, C.H., Snedden, A., Riggs, R., Kilcoyne, S.H., Manuel, P., Lightfoot, P., **2002**, Structural behavior of the four-layer Aurivillius-phase ferroelectrics SrBi₄Ti₄O₁₅ and Bi₅Ti₃FeO₁₅, *Journal of Solid State Chemistry*, Vol. 164 p. 280-291
 12. Lightfoot, P., Hervoches, C.H., **2003**, Structure and phase transitions in Aurivillius phase ferroelectrics. *Proceedings of the 10th International Ceramics Congress*, Vol. 10, p. 623-630
 13. Daniels, P., Lichtenberg, F., van Smaalen, S., **2003**, Perovskite-related LaTiO₃.41 *Acta Crystallographica C* 2003 (39,1983-) vol. 59, p. 15-17
 14. Refelina, R, S., **2003**, Sintesis Senyawa Aurivillius Lapis Empat Sr_{1-x}Bi_{3+x}LaTi_{4-x}Mn_xO₁₅ (x = 0,2;0,4;0,6;1), *Skripsi*, FMIPA, Andalas, Padang
 15. Yamanaka, T., Hirai, N., Komatsu, Y., **2002**, Structure Change of Cal-X Sr_xTiO₃ perovskite with Composition and Pressure. *American Mineralogist*, Vol 87 No. 8-9 p.1183-1189
 16. Ferrer, P., Iglesias, J., E., and Castro, A., **2004**, Synthesis of the Aurivillius Phase SrBi₄Ti₄O₁₅ by a Mechanochemical Activation Route. *Chem. Mater*, Vol. 16. Pp. 1323-1329

SINTESIS NANOCLUSTERTiO₂-SiO₂/KITOSAN DENGAN PENAMBAHAN SURFAKTAN SDS

Yetria Rilda, Rina Asnilawati, dan Admin alif

Laboratorium Kimia Material
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

e-mail: yetriarilda@yahoo.com

Abstract

TiO₂-SiO₂ compound has been successfully synthesized by using sol-gel method. Some process modification was done to get TiO₂-SiO₂ compound with different morphology character. The purpose of this study was to modify the morphology through the addition of Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) surfactant, chitosan. Setting the temperature and calcination time variation. Result of X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Fourier Transform Infrared (FTIR) characterization showed that morphology of TiO₂-SiO₂ compound changed when modified. XRD analysis showed that crystal synthesis and size of TiO₂-SiO₂ influenced by some parameter modifications. FTIR spectrum investigated that there is Ti-O-Si, Ti-O-Ti, and Si-O-Si interaction showed in 400 cm⁻¹ concentration of chitosan wave number. SEM analysis showed the formation of pore in the surface with 20%, SDS 20% in 500°C with time of calcination 3 hours. EDX analysis showed that there is varied element composition in compound with synthesis method varied.

Keywords: Synthesis, nanocluster, chitosan, surfactant, sol-gel

1. Pendahuluan

Pencemaran lingkungan air, tanah dan udara telah menjadi permasalahan serius pada abad ke-21 ini, sehingga perlu penanganan khusus agar tidak memberikan dampak negatif pada kehidupan manusia. Sumber pencemaran merupakan polutan yang berasal dari senyawa organik antara lain, zat warna, senyawa hidrokarbon, peptisida dan mikroorganisme patogen. Oleh karena itu beberapa solusi telah diantisipasi untuk mengatasi permasalahan ini, namun masih belum tuntas, karena masih banyak berkembangnya virus dan mikroorganisme lainnya yang dapat menimbulkan berbagai jenis penyakit berbahaya pada manusia. Beberapa penelitian yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti untuk menemukan solusi alternatif dalam penanganan limbah, yaitu dengan menggunakan sistem fotokatalis senyawa oksida semikonduktor⁽¹⁾. Senyawa tersebut seperti, TiO₂, CdS, SnO₂, WO₃, ZrO₂, ZnO, Fe₂O₃, senyawa tersebut dapat mendegradasi polutan organik toksik menjadi senyawa non toksik berupa

mineral CO₂, NO₂ dan H₂O yang ramah lingkungan⁽²⁾.

Titanium dioksida (TiO₂) adalah salah satu oksida logam yang luas penggunaannya karena memiliki keunggulan antara lain, fotoreaktif, inert, anti korosi dan non toksik⁽³⁾. Untuk meningkatkan kinerja dari senyawa TiO₂ telah dilakukan berbagai modifikasi proses, baik dengan pengaturan stoikiometri maupun pengaturan kondisi proses. Rilda, dkk (2010) telah melaporkan dari hasil penelitiannya bahwa dengan pembentukan cluster dua oksida logam yaitu dengan penambahan support SiO₂ pada TiO₂ ternyata dapat meningkatkan luas permukaan dan kestabilan panas dari TiO₂ sedangkan Rilda *et.al* (2013) melaporkan bahwa dengan penambahan dopant organik kitosan pada cluster oksida logam TiO₂-SiO₂, diperoleh produk TiO₂-SiO₂ morfologi berpori. Kitosan memiliki sifat mudah mengalami biodegradasi, tidak beracun, dan bersifat biokompatibel⁽⁴⁾. Disamping itu keunggulan yang sangat unik dari kitosan adalah memiliki gugus amina dan gugus hidroksil, sehingga dapat meningkatkan dispersi SiO₂ pada TiO₂, agar terbentuk kluster yang sempurna. Kitosan

juga memiliki eaktifitas kimia yang tinggi dan mudah dimodifikasi secara kimia. Penggunaan kitosan untuk memodifikasi karakter TiO_2 dapat difungsikan sebagai *template* pencetakan pori pada permukaan TiO_2 . Disamping itu kitosan dapat berpotensi sebagai senyawa antimikroba, karena mengandung enzim lysosim dan gugus aminopolysacharida yang dapat menghambat pertumbuhan mikroba ⁽⁵⁾. Untuk meningkatkan kinerja aktifitas TiO_2 sebagai senyawa anti mikroba Rilda dkk, (2010) telah melakukan penambahan dopant ion logam transisi Ni pada TiO_2 , ternyata kinerja TiO_2 dapat mencapai daya inhibisi $\pm 90\%$ terhadap bakteri *E. coli*, *S aureus* dan *B.Subtilis*.

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya maka didalam penelitian dilakukan penambahan surfaktan anionik *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS), dengan tujuan untuk memodifikasi morfologi permukaan $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ / kitosan agar homogen dengan partikel terdistribusi merata pada permukaan. Disamping itu juga dilakukan pengaturan temperatur dan waktu kalsinasi untuk menyempurnakan pertumbuhan kristal⁽⁶⁾.

2. Metodologi Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Instrumen yang digunakan adalah oven, furnace, FTIR (JASCO FT-IR 460 plus), XRD (Shimidzu XRD 7000 dengan sumber target $\text{CuK } \alpha$), dan SEM-EDX (JEOL JSM-6360LA).

Bahan yang digunakan adalah kitosan komersil, asam klorida (HCl), asam asetat (Merck), aquadest, Titanium Iso Propoksida (Aldrick 97%), Dietanol Amin (DEA) (Merck), isopropanol (Merck), Tetraetil Ortho Silikat (TEOS) (Merck) dan Surfaktan Sodium Dodecyl (SDS) (Merck).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /surfaktan SDS

Sol $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dibuat dari campuran TiO_2 dan SiO_2 . Larutan A yang terdiri dari TIP di dalam isopropanol dan larutan DEA distirrer sampai homogen pada temperatur kamar. Kemudian, larutan B dibuat dari larutan TEOS di dalam isopropanol dengan penambahan katalis HCl 0,01 M, distirrer sampai homogen

pada temperatur kamar. Larutan A dan B dicampur dengan perbandingan molar Ti:Si 2:1, lalu distirrer sampai homogen hingga volume total larutan 50 mL. Kemudian, campuran tersebut ditambahkan dengan surfaktan SDS 20%, distirrer sampai homogen. Campuran sol distirrer selama 8 jam pada temperatur kamar, sehingga terbentuk sol yang stabil dan homogen, dan dilanjutkan dengan pembentukan gel pada suhu 110 - 120°C selama 15 jam. Gel dikalsinasi pada suhu 500-550°C selama 3 - 5 jam untuk memperoleh *powder* $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dan dikarakterisasi dengan FTIR, XRD, dan SEM-EDX.

2.2.2 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /Kitosan/surfaktan SDS

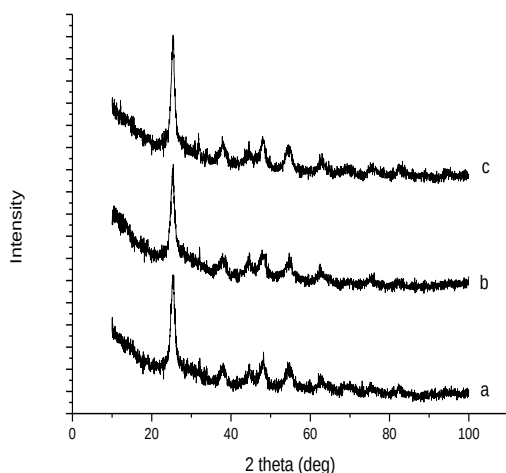
Sol $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dibuat dari campuran TiO_2 dan SiO_2 . Larutan A terdapat campuran TIP di dalam isopropanol dan DEA distirrer sampai homogen pada temperatur kamar. Kemudian, larutan B dibuat dari larutan TEOS di dalam isopropanol dengan penambahan katalis HCl, distirrer sampai homogen pada temperatur kamar. Larutan A dan B dicampur dengan perbandingan molar Ti:Si 2:1, dan dihomogenkan. Campuran tersebut ditambahkan dengan surfaktan SDS 20%, distirrer sampai homogen. Selanjutnya, larutan C, yaitu larutan kitosan dibuat dengan melarutkan kitosan di dalam asam asetat 5%, distirrer sampai homogen. Campuran dari larutan A dan B ditambah dengan SDS, dicampurkan ke dalam larutan C hingga volume total larutan 50 mL. Campuran sol distirrer selama 8 jam pada temperatur kamar, sehingga terbentuk sol yang stabil dan homogen, dan dilanjutkan dengan pembentukan gel pada suhu 110-120°C selama 15 jam. Gel dikalsinasi pada suhu 500 - 550°C selama 3-5 jam untuk memperoleh *powder* $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan. Kemudian, *powder* $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan dikarakterisasi dengan FTIR, XRD, dan SEM-EDX.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisis XRD (X-Ray Diffraction)

Pada gambar 5 ditampilkan pola difraksi sinar X dari $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan dengan konsentrasi SDS 20% dengan lama gellasi 15 jam dan suhu kalsinasi 500 °C dan 550 °C, masing-masing lama waktu selama 3 jam dan 5 jam. Dengan

adanya perbedaan suhu dan lama waktu kalsinasi akan mempengaruhi morfologi kristal yang dihasilkan dan juga mempengaruhi ukuran kristal. Dari hasil analisis spektrum XRD pada gambar 1 memperlihatkan intensitas kristal tertinggi diindikasikan sebagai struktur TiO_2 berdasarkan JCPDS No. 01-070-6826, dimana $2\theta = 25.4$ dan 25.3 , adalah TiO_2 anatase. Muneer M. Ba-Abbad, *et al* (2012) melaporkan dari hasil penelitiannya bahwa peningkatan suhu kalsinasi menyebabkan intensitas kristal juga mengalami peningkatan. Ini terlihat pada gambar 1(b) yang memiliki intensitas puncak yang lebih tinggi dan tajam dibandingkan dengan intensitas puncak pada gambar 1(a). Ini menunjukkan terbentuknya kristal yang lebih sempurna pada suhu kalsinasi 550°C dibandingkan gambar 1(a) suhu kalsinasi 500°C . S. Tursiloadi (2004) melaporkan bahwa, TiO_2 anatase stabil pada suhu 400 - 500°C , di atas suhu tersebut terbentuk TiO_2 rutil. Ternyata TiO_2 struktur anatase dapat dipertahankan kestabilannya pada suhu 550°C , dengan penambahan SiO_2 .



Gambar 1. Pola XRD dari (a) $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan-3}$ (500°C 3 jam), (b) $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan-6}$ (550°C 3 jam), $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan-5}$ (500°C 5 jam)

Data XRD juga dapat memberikan informasi berdasarkan nilai θ , β , λ dan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak dengan refleksi tertinggi ke dalam persamaan Scherrer, maka didapatkan ukuran kristal untuk gambar 1(a) yaitu $7,19$ nm sedangkan untuk gambar 1(b) didapatkan ukuran

kristalnya yaitu $8,22$ nm. Tianyou Peng, *et al* (2005) menyimpulkan bahwa ukuran kristal dapat bertambah besar ketika suhu kalsinasi ditingkatkan. Sehingga dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa dengan meningkatnya suhu kalsinasi tingkat kristalinitas semakin baik serta ukuran kristal yang didapatkan lebih besar karena terjadi pertumbuhan kristal yang lebih sempurna^(7,8).

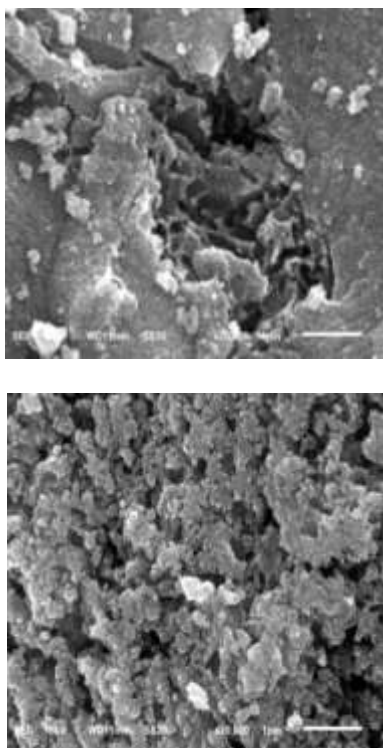
Gambar 1(c) merupakan senyawa $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan-5}$ dengan suhu kalsinasi 500°C selama 5 jam. Dapat dilihat bahwa dengan variasi lama waktu kalsinasi dapat mempengaruhi pertumbuhan kristal dan ukuran kristal dari TiO_2 . Hasil penelitian S. Yodyingyong, *et al* (2011) melaporkan bahwa waktu kalsinasi dalam sintesis TiO_2 meningkatkan proses pembentukan kristalinitas dari TiO_2 . Ini terlihat pada gambar 1(c), dimana dengan waktu kalsinasi yang lebih lama yaitu 5 jam, intensitas puncak TiO_2 anatase yang dihasilkan lebih tinggi dan tajam daripada sampel dengan lama kalsinasi 3 jam. Intensitas yang lebih tinggi menunjukkan bahwa kristalinitas senyawa $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan-5}$ dengan lama kalsinasi 5 jam lebih sempurna daripada $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan-3}$ lama kalsinasi 3 jam.

M. Reli, *et al* (2012) melaporkan bahwa nanokomposit TiO_2 mengalami pertambahan ukuran kristal dengan waktu kalsinasi yang lebih lama. Dari persamaan Scherrer dengan memasukkan data FWHM diperoleh ukuran kristal untuk sampel dengan waktu kalsinasi 3 jam, yaitu $7,19$ nm (gambar 1a). Sedangkan, dari data XRD gambar 1(c) diperoleh ukuran kristal yang lebih besar, yaitu $8,39$ nm. Sehingga dapat disimpulkan bahwa dengan meningkatnya lama kalsinasi maka ukuran kristal TiO_2 anatase juga semakin meningkat. Serta untuk efektifitas yang efisien maka suhu kalsinasi 500°C dengan lama waktu kalsinasi 3 jam lebih baik digunakan karena lebih efisien dari segi waktu dan energi dibandingkan dengan suhu kalsinasi 550°C dan lama waktu kalsinasi 5 jam.

3.2 Analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Gambar 2 memperlihatkan morfologi $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dengan perbandingan Ti dan Si 2:1

dengan penambahan surfaktan SDS20% dan tanpa penambahan kitosan. Pola SEM pada gambar menampilkan morfologi permukaan $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ yang dihasilkan adalah sedikit berpori. Sedangkan pada gambar b dengan adanya SDS, morfologi permukaan yang dihasilkan lebih merata dan distribusi pori yang dihasilkan lebih terarah.



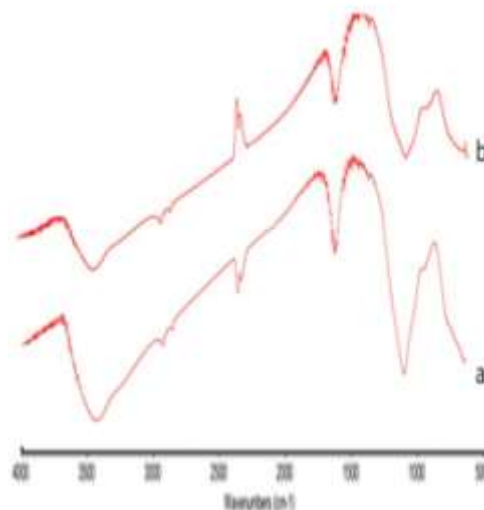
Gambar 2. Analisis SEM dari $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ (2:1) dengan penambahan SDS 20% dan $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan (2:1) SDS 20%, perbesaran 20.000x

3.3 Analisis FT-IR

Gambar 4 merupakan FTIR dari senyawa $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /Kitosan dengan variasi konsentrasi surfaktan yaitu 10, 20, dan 30%. Dari data FTIR yang ditampilkan dapat memberikan informasi perbedaan spektra masing-masing sampel.

Dari gambar spektrum FTIR kontrol $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dan $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan-2 terlihat munculnya pita serapan pada angka gelombang 1658 cm^{-1} sampai 1630 yang diperkirakan sebagai gugus OH bending. Selain itu adanya gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 1107,9 cm^{-1} sampai 1100, cm^{-1} untuk SiO_2 , dan gugus O-Ti-O pada bilangan gelombang sekitar 682,7 cm^{-1} sampai

674,9 cm^{-1} untuk titania. Selain itu terdapat pita serapan dengan bilangan gelombang 956,5-946,8 cm^{-1} ditunjukkan dengan adanya vibrasi Si-O-Ti.



Gambar 3. Spektrum FTIR dari (a) $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2\text{-SDS}$ 30% (kontrol) (b) $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan-3 (SDS 20%)

Pola FT-IR pada gambar 3 menampilkan bahwa interaksi kimia yang terjadi antara $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /Kitosan. Dimana untuk gambar 3(a) merupakan spektrum FTIR dari $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ (tanpa kitosan) yang digunakan sebagai kontrol. Dari spektrum pada gambar 3(a) terlihat serapan -OH pada bilangan 3423,1 cm^{-1} . Pita serapan pada bilangan gelombang 956,5-946,9 cm^{-1} memperlihatkan adanya vibrasi Si-O-Ti, selain itu terlihat juga serapan Si-O-Si yang ditandai pada bilangan gelombang 1115,8 cm^{-1} , dan serapan O-Ti-O pada bilangan gelombang 613,23-405,9 cm^{-1} .

Untuk gambar 3(b) merupakan spektrum FTIR dari $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan dengan konsentrasi surfaktan 20. Dari spektrum pada 3 (b) merupakan spektrum $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan-3 memiliki serapan gugus yang sama dengan gambar 3(a). Perbedaannya terletak pada besarnya intensitas dari spektrum yang dihasilkan.

4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian sintesis nanokluster $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /Kitosan dapat diambil kesimpulan bahwa dengan penambahan kitosan dan surfaktan

SDS 20 % dapat mendistribusikan partikel berpori merata dan mencegah terjadinya aglomerasi pada permukaan TiO₂-SiO₂/kitosan. Pengaturan suhu dan lama waktu kalsinasi dapat menyempurnakan pertumbuhan kristalinitas TiO₂-SiO₂/kitosan, dimana dengan bertambahnya lama waktu dan suhu kalsinasi, maka kristalinitas TiO₂-SiO₂/kitosan semakin baik dengan ukuran kristal 7,19 – 8,39 nm.

5. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih kepada seluruh analis di lingkungan kimia Universitas Andalas yang telah mengarahkan dan membantu peneliti hingga terlaksananya penelitian ini.

Referensi

- Miyake, Y., Tada, H., **2004**, Photocatalytic Degradation of Methylene Blue with Metal Doped Mesoporous Titania Under Irradiation of White Light. *Journal Chemical Engineering of Japan*. 37, 5 : 630 – 635.
- Fuxing, Y.E., Akira, O.N., Kazuhiro, T., Takuya. **2007**, Structure and Photocatalytic Performance of TiO₂-FeTiO₃ coating by Plasma Spraying Technique.
- Rilda, Y., **2010**, Sintesis Fotokatalis TiO₂ dan Peningkatan Performanya dengan Metoda Sol-Gel. Universitas Andalas. *Jurnal Riset Kimia* hal 189-195.
- Rilda, Y., Dharma, A., S. Arief, S., Alif, A., dan Shaleh, B., **2010**, Efek Doping Ni(II) Pada Aktivitas Fotokatalitik dari TiO₂ Untuk Inhibisi Bakteri Patogenik. *Jurnal Makara Sains* Vol. 14: 7-14
- Pebriani, R.H., Rilda, Y., dan Zulhadjri. **2012**, Modifikasi Komposisi Kitosan Pada Proses Sintesis Komposit TiO₂-Kitosan. *Jurnal Kimia Unand*. Vol 1, No. 1
- Rilda, Y., Alif, A., Munaf, E., and Agustien, A., **2014**, Effects of Molar Ratio on The Synthesis and Characterization Nanocluster TiO₂-SiO₂ with Induced Copolymer Chitosan by Sol – Gel. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences* 5 (2), 1417 – 1427
- Putri, T.M., **2011**, Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial TiO₂-Khitosan dengan Proses Sol Gel. Skripsi Sarjana Sains. FMIPA. Universitas Andalas.
- Yulita, R., **2012**, "Optimasi Proses Kalsinasi pada Sintesis Komposit TiO₂/Kitosan". Skripsi Sarjana Sains. FMIPA. Universitas Andalas.
- Hoffman, M., Martin, S.T., Choi, M., and Bahnemann, D.W., **1995**, Environmental Application of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Review*. 95:97.
- Hu, S., Li, F., dan Fan, Z., **2012**, Preparation of SiO₂-Coated TiO₂ Composite Materials with Enhanced Photocatalytic Activity Under UV Light. *Bulletin of The Korean Chemical Society*, Vol. 33, No. 6, Hal. 1895-1899
- Hargono, Abdullah, Sumantri, I., **2008**, Pembuatan Kitosan dari Limbah Cangkang Udang serta Aplikasinya dalam Mereduksi Kolesterol Lemak Kambing. Rektor. Vol 12. No.1, Hal 53-57.
- Ba-Abbad, M., Kadhum, H., Mohamad, A., Bakar, A., Takriff., M.S., and Sopian, K., **2012**, Synthesis and Catalytic Activity of TiO₂ Nanoparticles for Photochemical Oxidation of Concentrated Chlorophenols under Direct Solar Radiation. *International Journal of Electrochemical Science*. 4871-4888.
- Reli, M., Koci, K., Matejka, V., Kovar, P., dan Obalova, L., **2012**, Effect of Calcination Temperature and Calcination Time on The Kaolinite/TiO₂ Composite for Photocatalytic Reduction of CO₂. *Geoscience Engineering*, Vol. LVIII, No. 4, Hal. 10-22

PEMANFAATAN LIMBAH AMPAS TEBU SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA St. 37 DALAM MEDIUM ASAM KLOORIDA

Tanya Elviza, Yeni Stiadi, dan Emriadi

Laboratorium Elektrokimia/Fotokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: yenistiadi@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Refer to the main problems in oil and gas industry that is corrosion, the experiment to inhibit a corrosion process was done. Bagasse which known has a high enough number of lignin and potency to inhibit corrosion process was used in this experiment. Lignin extraction from bagasse and weight loss method to obtain the efficiency inhibition was done. Besides, immersion of steel St. 37 in 1 M hydrochloric acid solution with variation temperature (30, 40, 50, 60°C) was done to obtain the activation energies. Measurement with potentiodynamic polarization was done to observe the corrosion rates based on the polarization curve. Analysis of photoptic was done also to see the steel surface with and without inhibitor. According to the experiment, the efficiency inhibitor was observed to increase with increase in concentration of extract but decrease with temperature. The optimum temperature was 50°C for optimum efficiency. Efficiency ranged between 85,92% - 91,61% and 51,83% - 92,20% for potentiodynamic polarization with optimum of extract concentration is 0,9%.. Activation energy was 62,7 kJ/mol. The result of photoptic analysis showed the difference of steel surface with and without inhibitor.

Keywords : Baggase, Lignin, Corrosion inhibitor, Inhibition efficiency, Potentiodynamic polarization

I. Pendahuluan

Korosi bukan merupakan hal yang baru dan sudah menjadi permasalahan utama yang memberikan kerugian cukup besar di industri minyak dan gas. Selama beberapa dekade, pihak industri minyak dan gas mengeluarkan dana yang tidak sedikit untuk mengatasi permasalahan korosi. Beberapa cara juga dilakukan untuk menghentikan korosi atau setidaknya meminimalisasi laju korosi¹. Untuk menekan laju korosi, banyak dilakukan berbagai metoda seperti menggunakan perlindungan katoda, pelapisan logam (*coating*), dan larutan inhibitor. Hanya saja

beberapa metoda tersebut memiliki kelemahan misalnya sulit untuk diaplikasikan, harganya mahal (*over cost*), tidak bertahan lama dan memberikan dampak negatif bagi lingkungan¹⁻².

Metoda paling sederhana yang digunakan adalah dengan penggunaan inhibitor. Inhibitor berfungsi untuk menghambat laju korosi pada logam sehingga proses korosi berlangsung perlahan. Secara umum, inhibitor ada dua jenis yaitu inhibitor anorganik dan inhibitor organik³.

Ampas tebu adalah bahan sisa berserat dari batang tebu yang telah mengalami ekstraksi niranya dan banyak mengandung parenkim serta tidak tahan disimpan karena mudah terserang jamur. Semakin meningkatnya konsumsi tebu di Indonesia maka semakin meningkat pula jumlah ampas tebu yang dihasilkan. Untuk memanfaatkan limbah ampas tebu yang terbuang begitu saja, maka dilakukan penelitian untuk menjadikan ampas tebu sebagai inhibitor korosi organik yang murah dan ramah lingkungan.

Pada penelitian ini digunakan ekstrak ampas tebu sebagai inhibitor dikarenakan ampas tebu memiliki kadar lignin yang cukup tinggi yaitu 20,09% yang berpotensi untuk menghambat laju korosi¹⁰.

Tabel 1. Komposisi Kimia Ampas Tebu¹⁰

Kandungan	Kadar (%)
Abu	3,82
Lignin	22,09
Selulosa	37,65
Sari	1,81
Pentosan	27,97
SiO ₂	3,01

Seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Kenneth Kanayo Alaneme dan Sunday Joseph Olusegun tentang kinerja ekstrak lignin dari batang bunga matahari sebagai inhibitor korosi dengan efisiensi berkisar dari 55,5% - 78,8% yang menunjukkan bahwa ekstrak lignin dapat dijadikan sebagai inhibitor yang efektif, ramah lingkungan dan murah²².

II. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan yaitu: Baja St. 37, ampas tebu, metanol, aseton (CH_3COCH_3), asam klorida 37% (HCl), asam sulfat (H_2SO_4) 40%, NaOH 15%, dan aquabides.

Peralatan yang digunakan: neraca analitik, rotary evaporator, amplas besi, oven, corong Buchner, potensio eDAQ, hotplate, Carton Stereo Trinocular Fotoptic, dan alat-alat gelas.

2.2 Prosedur penelitian

2.2.1 Pengerjaan awal spesimen

Baja ukuran batangan dipotong dengan diameter $\pm 2,5$ cm dan ketebalan $\pm 0,5$ cm. Kemudian permukaan baja dihaluskan dengan menggunakan amplas dan dibilas dengan aquabides. Selanjutnya, baja dibilas dengan aseton, dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C. Setelah kering baja ditimbang dan hasil penimbangan dinyatakan sebagai berat awal (m_1)

2.2.2 Ekstraksi Lignin dari Ampas Tebu (*Saccharum officinarum* L.)

Ampas tebu dicuci dengan air kemudian dikeringkan selama ± 3 hari. Kemudian digiling hingga berbentuk bubuk dan diayak. Bubuk ampas tebu sebanyak 150 g ditambahkan kedalam larutan 1500 mL larutan NaOH 15% dalam wadah plastik. Campuran diletakkan dalam water bath pada suhu 80°C selama 2 jam dan diaduk sesekali. Campuran didinginkan selama semalam. Campuran disaring dan filtratnya dibuat menjadi pH 2 dengan penambahan H_2SO_4 40%. Endapan lignin yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C.

2.2.3 Pembuatan Larutan Induk Asam Klorida 2 N

Larutan induk HCl 2 N dibuat dengan cara memipet 41,5 mL larutan HCl 37% dan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL

yang telah berisi akuabides, selanjutnya ditambahkan akuabides sampai tanda batas.

2.2.4 Pembuatan Medium Korosif Asam Klorida

Larutan induk asam klorida 2 N digunakan untuk membuat asam klorida dengan variasi konsentrasi 0,5 N, 1 N dan 1,5 N. Dipipet 12,5; 25 dan 37,5 mL larutan induk masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Selanjutnya diencerkan dengan akuabides.

2.2.5 Pembuatan Medium Korosif dengan Penambahan Ekstrak Ampas Tebu (Saccharum officinarum L.)

Ekstrak ampas tebu yang telah didapatkan ditimbang sebanyak 0,05; 0,25; 0,45 dan 0,65 gram. Masing-masing ekstrak dicampur dengan medium HCl 1 N pada labu 50 mL, lalu diencerkan dengan akuabides. Maka didapatkan ekstrak dengan konsentrasi 0,1%, 0,5%, 0,9% dan 1,3% secara berturut-turut. Sebanyak 4 buah baja yang berukuran $\pm 2,5$ cm di masukan ke dalam medium korosif yang divariasikan tersebut sebagai pengujian. Larutan ini digunakan sebagai pengujian pengaruh ekstrak ampas tebu sebagai inhibitor.

2.2.6 Metode Kehilangan Berat

Baja direndam dalam 50 mL larutan medium HCl berbagai konsentrasi tanpa dan dengan adanya inhibitor dengan variasi hari yaitu 3, 6 dan 9 hari. Kemudian dicuci dengan aseton, dibersihkan dan dikeringkan dengan oven pada suhu 60°C. Setelah kering, baja ditimbang dan hasil penimbangan dinyatakan sebagai berat akhir. Berat baja sebelum (m_1) dan setelah direndam (m_2) ditimbang dengan neraca analitik.

2.2.7 Penentuan Energi Aktivasi

Baja direndam pada kondisi optimum dari variasi konsentrasi medium dengan adanya

penambahan ekstrak ampas tebu dan tanpa adanya penambahan ekstrak ampas tebu. Perendaman dilakukan dengan variasi suhu, yaitu 30°C, 40°C, 50°C dan 60°C selama 6 jam. Setelah kering, baja ditimbang dan hasil penimbangan dinyatakan sebagai berat akhir (m_2).

2.2.8 Pengukuran Polarisasi Potensiodinamik

Elektroda yang digunakan adalah Pt sebagai elektroda pembantu, Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding dan baja sebagai elektroda kerja. Pengukuran polarisasi potensiodinamik dilakukan dalam medium HCl 1 N dan inhibitor dengan konsentrasi berbeda yaitu 0,1%; 0,5%; 0,9%; dan 1,3%. Ketiga elektroda dicelupkan kedalam bejana berisi medium HCl tanpa dan dengan adanya perbedaan konsentrasi inhibitor. Kemudian dihubungkan dengan potensiostat dan diatur potensial sehingga diperoleh kurva hubungan antara potensial (E) vs arus (I).

2.2.9 Analisis Fotooptik

Baja direndam dalam larutan HCl 1 N tanpa dan dengan penambahan ekstrak ampas tebu 0,1% selama 3 hari. Kemudian baja dikeringkan dan difoto dengan *Carton Stereo Trinocular Fotoptic*.

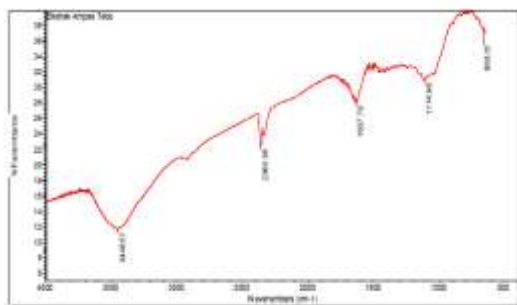
2.2.10 Karakterisasi Ekstrak Lignin

Karakterisasi ekstrak lignin dilakukan dengan menggunakan FT-IR. Pengukuran dengan FT-IR dilakukan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat pada ekstrak lignin yang berperan dalam sifat inhibitifnya.

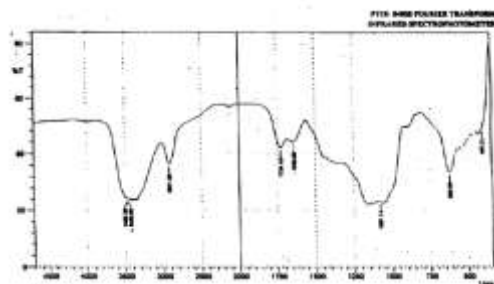
III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Karakterisasi Ekstrak Lignin dari Ampas Tebu

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus-gugus yang terdapat dalam ekstrak ampas tebu dan mengetahui gugus aktif yang berfungsi dalam proses adsorpsi.



Gambar 1. Spektrum FTIR ekstrak lignin dari ampas tebu



Gambar 2. Spektrum FTIR lignin murni

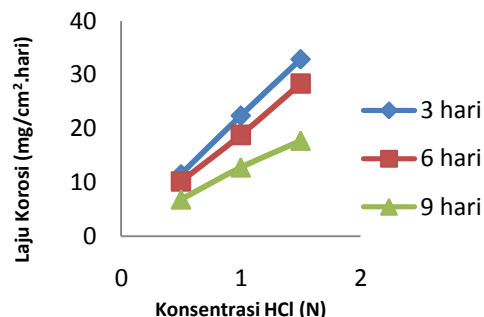
Gugus-gugus yang muncul pada spektrum FTIR ini merupakan gugus-gugus yang biasa terdapat pada senyawa lignin dan jika dibandingkan dengan spektrum FTIR yang terdapat pada Gambar 2, dapat dilihat bahwa kedua spektrum tersebut memiliki daerah serapan yang mirip walaupun berada di rentang daerah yang berbeda-beda. Maka dapat diasumsikan bahwa ampas tebu mengandung senyawa lignin.

3.2. Analisis Metode Pengurangan Berat

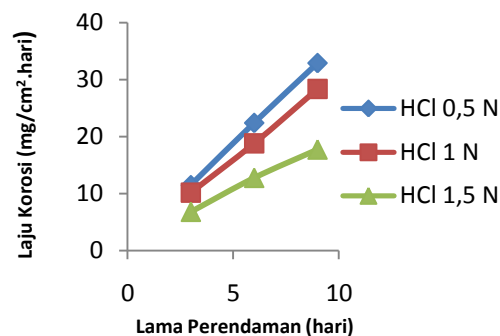
3.2.1 Pengaruh Konsentrasi HCl terhadap Laju Korosi dengan Variasi Perendaman

Penentuan laju korosi pada baja St. 37 dalam medium HCl telah dilakukan dengan menggunakan metode kehilangan berat. Dimana variasi konsentrasi HCl yang digunakan adalah 0,5 N; 1 N dan 1,5 N dengan variasi waktu perendaman yaitu 3, 6 dan 9 hari. Peningkatan laju korosi baja seiring dengan tingginya konsentrasi disebabkan oleh peningkatan ion Cl⁻ yang mengakibatkan baja diserang lebih intensif pada konsentrasi HCl yang paling

tinggi. Laju korosi tertinggi terlihat pada konsentrasi HCl 1,5 N dengan perendaman selama 3 hari.



Gambar 3. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap laju korosi baja dengan variasi waktu perendaman 3, 6 dan 9 hari.

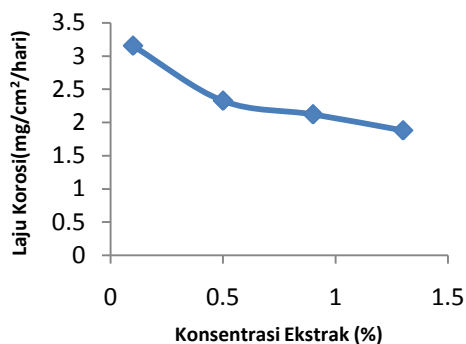


Gambar 4. Pengaruh lama perendaman terhadap laju korosi baja dalam medium HCl dengan variasi konsentrasi ekstrak 0,5 N; 1 N dan 1,5 N

Dari gambar terlihat bahwa semakin lama waktu perendaman maka laju korosi semakin menurun dan laju korosi justru meningkat pada waktu perendaman paling sebentar yaitu 3 hari. Meningkatnya laju korosi ini disebabkan karena pembentukan lapisan pasif yang belum terlalu banyak pada waktu perendaman 3 hari sehingga lapisan pasif yang belum banyak terbentuk ini tidak menghalangi ion-ion agresif untuk masuk ke permukaan baja sehingga akan meningkatkan laju korosi baja. Maka untuk analisis metode kehilangan berat dengan penambahan

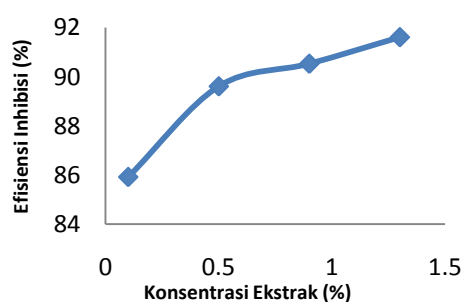
inhibitor dilakukan pada waktu perendaman selama 3 hari.

3.2.2 Pengaruh Penambahan Ekstrak Terhadap Laju Korosi



Gambar 5. Hubungan konsentrasi ekstrak dengan laju korosi Baja St. 37 dalam medium HCl 1 N

Dari Gambar 5. dapat dilihat bahwa laju korosi cenderung mengalami penurunan dengan bertambahnya konsentrasi ekstrak ampas tebu yang digunakan. Hal ini disebabkan karena ekstrak ampas tebu memiliki kandungan lignin yang cukup tinggi dan senyawa lignin memiliki gugus OH^- yang berperan dalam proses inhibisi korosi baja dan ekstrak teradsorpsi di permukaan baja sehingga menghalangi serangan ion H^+ dan Cl^- .

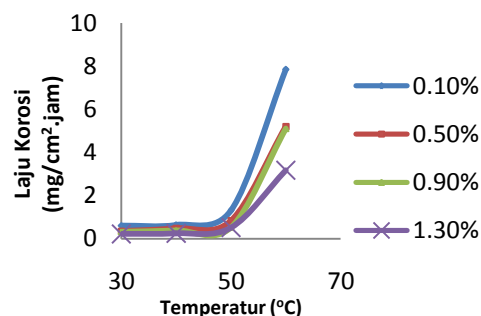


Gambar 6. Hubungan konsentrasi ekstrak dengan efisiensi inhibisi baja St.37

Hal yang sama juga ditunjukkan pada Gambar 6. yang memperlihatkan hubungan antara konsentrasi ekstrak dengan efisiensi inhibisi. Hal ini menunjukkan bahwa

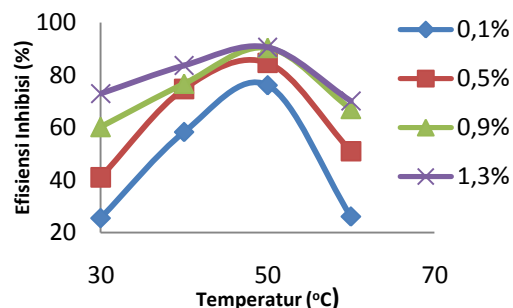
ekstrak ampas tebu mampu menghambat proses korosi yang terjadi pada baja St. 37 dalam medium asam klorida (HCl). Efisiensi yang didapatkan berkisar antara 85,92% - 91,61%. Efisiensi yang didapatkan berada dalam skala yang bagus sehingga menandakan bahwa lignin dalam ampas tebu mampu berperan sebagai inhibitor korosi.

3.2.3 Analisis Pengaruh Temperatur Terhadap Laju Korosi



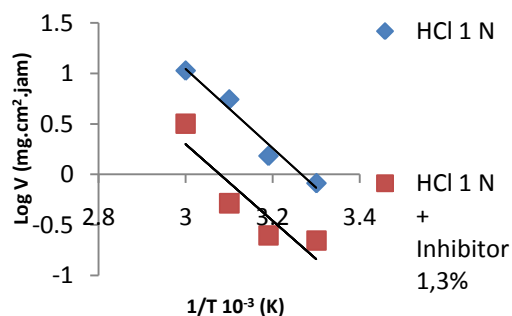
Gambar 7. Hubungan temperatur dengan laju korosi baja St. 37 dalam medium HCl 1 N

Dari grafik tersebut dapat dilihat bahwa dengan 4 variasi temperatur yang digunakan yaitu 30, 40, 50 dan 60°C, dan 4 variasi konsentrasi ekstrak ampas tebu, laju korosi mengalami kenaikan. Laju korosi tertinggi terjadi pada penggunaan konsentrasi ekstrak terendah yaitu 0,1% pada temperatur 60°C dan laju korosi mengalami kenaikan yang tidak terlalu signifikan seiring dengan bertambahnya konsentrasi ekstrak ampas tebu.



Gambar 8. Hubungan temperatur dengan efisiensi inhibisi baja St. 37 dalam medium HCl 1 N

Dari Gambar 8. menunjukkan bahwa efisiensi mengalami peningkatan hingga temperatur 50°C namun mengalami penurunan kembali pada temperatur 60°C. Hal ini mengindikasikan bahwa efisiensi pada temperatur 50°C merupakan efisiensi optimum dari ekstrak ampas tebu. Dapat diasumsikan juga bahwa ekstrak ampas tebu merupakan tipe inhibitor yang tidak stabil terhadap kenaikan temperatur. Efek temperatur memfasilitasi adsorpsi molekul inhibitor dengan kenaikan efisiensi optimum pada suhu 50°C, pada suhu 60°C terjadi desorpsi dari inhibitor yang ditandai dengan penurunan efisiensi dan meningkatnya laju korosi. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Inzunza dkk.²⁵.



Gambar 9. Kurva Arrhenius $1/T$ terhadap $\log V$ pada inhibisi baja St. 37

Gambar 9. menunjukkan nilai $\log$ laju korosi baja sebagai fungsi suhu. Hubungan antara $\log V$ ($\log$ laju korosi) dengan $1/T$ dimana T adalah temperatur yang digunakan, menghasilkan garis lurus. Nilai slope dari grafik tersebut merupakan nilai $E_a/2,303R$.

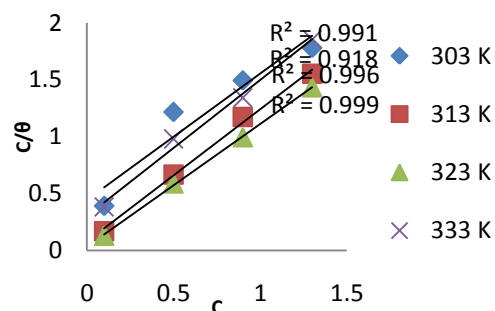
Tabel 2. Nilai energi aktivasi tanpa dan dengan adanya penambahan ekstrak ampas tebu

No	Medium	Energi Aktivasi (kJ/mol)
1.	HCl 1 N	74,9324
2.	HCl 1 N + 0,9% ekstrak	62,6728

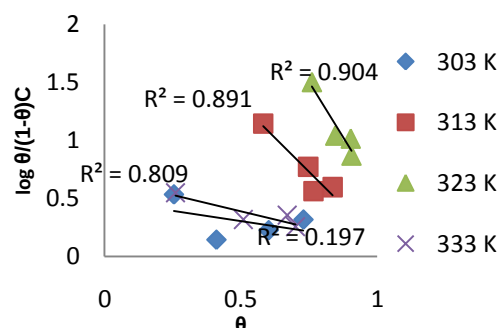
Tabel 2. memperlihatkan bahwa energi aktivasi dengan penambahan inhibitor yang didapatkan yaitu 62,7 kJ/mol. Ebenso melaporkan bahwa nilai $E_a < 80$ kJ/mol mengindikasikan terjadinya adsorpsi fisika sedangkan $E_a > 80$ kJ/mol mengindikasikan terjadinya adsorpsi kimia²². Maka dapat disimpulkan bahwa pada ekstrak ampas tebu terjadi adsorpsi fisika.

3.2.4 Isoterm Adsorpsi

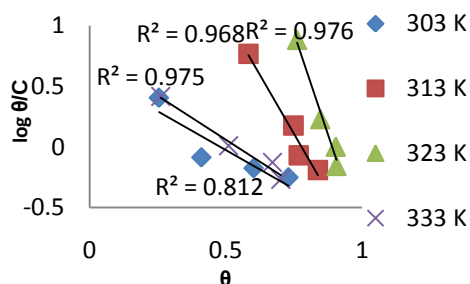
Proses adsorpsi korosi dapat diketahui dengan menggunakan isotherm adsorpsi. Untuk menjelaskan proses adsorpsi korosi adalah dengan melakukan usaha untuk menyesuaikan nilai θ (derajat penutupan) dengan jenis-jenis isotherm adsorpsi yang umum digunakan antara lain Langmuir, Temkin dan Frumkin²⁶.



Gambar 10a. Alur adsorpsi isotherm Langmuir untuk adsorpsi ekstrak ampas tebu dalam medium HCl 1 N



Gambar 10b. Alur adsorpsi isotherm Frumkin untuk adsorpsi ekstrak ampas tebu dalam medium HCl 1 N



Gambar 10c. Alur adsorpsi isotherm Temkin untuk adsorpsi ekstrak ampas tebu dalam medium HCl 1 N

Dari Gambar 10. diketahui nilai R^2 untuk masing-masing isotherm adsorpsi dan dapat disimpulkan bahwa isotherm Langmuir memberikan korelasi paling sesuai dengan data penelitian. Dimana C adalah konsentrasi ekstrak dan θ adalah derajat penutupan. Hal ini juga menjelaskan bahwa ekstrak membentuk monolayer ke permukaan baja. Dalam isotherm Langmuir diasumsikan bahwa daerah adsorpsi pada permukaan baja terdistribusi secara merata^{26,27}.

Perhitungan K_{ads} juga dilakukan berdasarkan persamaan :

$$C/\theta = 1/K_{ads} + C$$

Dimana C/θ adalah rasio konsentrasi inhibitor dengan derajat penutupan. K_{ads} adalah konstanta keseimbangan adsorpsi. Nilai K_{ads} yang didapatkan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 3. Nilai K_{ads} dengan penambahan ekstrak ampas tebu 0,1%

Konsentrasi Ekstrak (%)	Temperatur (K)	K_{ads}
0,1	303	3,4176
	313	13,9665
	323	31,8471
	333	3,5323

Dari Tabel 3. dapat dilihat bahwa nilai K_{ads} meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur hingga 323 K (50°C) tetapi nilai K_{ads} mengalami penurunan ketika temperatur dinaikkan menjadi 333 K (60°C). Nilai K_{ads} yang menurun saat temperatur meningkat menjadi 333 K (60°C) menunjukkan bahwa molekul-molekul ekstrak secara fisik teradsorpsi pada permukaan logam²⁸.

Parameter termodinamika lainnya yang digunakan yaitu perubahan entalpi adsorpsi yang dihitung menggunakan persamaan Van't Hoff.

$$\ln K = \frac{-\Delta H_{ads}}{RT}$$

Tabel 4. Nilai ΔH_{ads} dari ekstrak ampas tebu

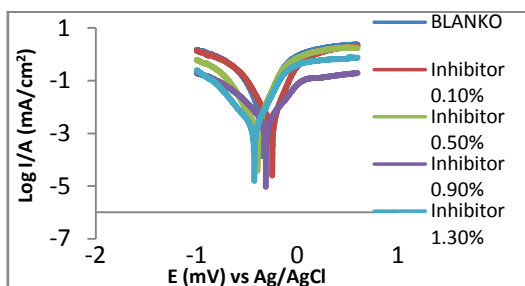
Konsentrasi Ekstrak (%)	Temperatur (K)	$-\Delta H_{ads}$ (kJ/mol)
0,1	303	3,0958
	313	6,8614
	323	9,2939
	333	3,4938

Berdasarkan nilai ΔH_{ads} yang didapatkan maka dapat diketahui bahwa nilai ΔH_{ads} lebih kecil dari 20 kJ/mol yang mengindikasikan bahwa proses adsorpsi yang terjadi adalah adsorpsi fisika yaitu interaksi fisik dipol-dipol yang relatif lemah sehingga dengan meningkatnya temperatur cenderung menginisiasi pemutusan interaksi tersebut dan menyebabkan permukaan logam uji kurang tertutupi dan efisiensi makin menurun²⁹.

3.3 Pengukuran Polarisasi Potensiodinamik

Kurva polarisasi potensiodinamik tanpa dan dengan adanya inhibitor dapat dilihat pada Gambar 11. Kurva ini menunjukkan adanya interaksi antar muka antara larutan dengan elektroda yang menimbulkan

polarisasi dan arus tertentu. Kurva polarisasi diekstrapolasikan dengan metode Tafel untuk menentukan arus korosi (I_{corr}), potensial korosi (E_{corr}) dan efisiensi inhibisi (EI%).



Gambar 11. Kurva polarisasi potensio-dinamik dengan dan tanpa penambahan ekstrak ampas tebu dalam medium HCl 1 N

Berdasarkan data pada Tabel 5, terlihat bahwa reaksi terjadi antara anodik dan katodik. Ketika ditambahkan ekstrak ampas tebu dengan konsentrasi sebesar 0,1%, potensial korosi mengalami perubahan ke arah daerah anodik dengan nilai -0,454 mV. Ketika ditambahkan ekstrak ampas tebu dengan konsentrasi sebesar 0,5%, potensial korosi mengalami perubahan ke arah katodik dengan nilai -0,608 mV.

Tabel 5. Nilai potensial dan arus korosi baja dari ekstrapolasi Tafel plot tanpa dan dengan adanya penambahan ekstrak ampas tebu

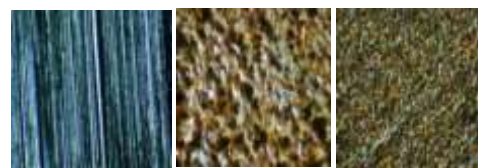
Kons. Ekstrak (%)	E korosi (mV)	I korosi (mA/cm ²)	EI (%)
0	-0,522	-0,00218	-
0,1	-0,454	-0,00105	51,83
0,5	-0,608	-0,00075	65,59
0,9	-0,444	-0,00017	92,20
1,3	-0,702	-0,00057	73,85

Hal yang sama juga terjadi untuk penambahan ekstrak sebesar 0,9% dan 1,3% secara berturut-turut. Perubahan nilai E_{corr} pada larutan dengan pemberian variasi konsentrasi ekstrak ampas tebu mengalami

peningkatan dan penurunan secara acak. Kecenderungan tersebut mengindikasikan bahwa ekstrak ampas tebu memiliki tipe inhibisi campuran⁸.

Nilai efisiensi inhibisi meningkat seiring dengan penambahan konsentrasi inhibitor dan mencapai nilai tertinggi pada konsentrasi 0,9% dengan nilai 92,20% dan setelah itu nilai efisiensinya kembali mengalami penurunan.

4.3 Analisis Fotooptik



(a) (b) (c)

Gambar 12. Hasil fotooptik permukaan baja dengan perbesaran 100x. (a). Tanpa perlakuan (b). Dalam larutan HCl 1 N (c). Dalam larutan HCl 1 N + 0,1% ekstrak

Dari Gambar 12(a), terlihat bahwa permukaan baja masih sangat halus karena belum berinteraksi dengan medium korosif HCl. Permukaan baja rata dan warnanya masih belum mengalami perubahan. Dari Gambar 4.11(b), terlihat bahwa permukaan baja telah mengalami perubahan karena baja mengalami interaksi dengan medium korosif HCl 1 N dan mengakibatkan korosi. Hal ini terlihat dari perubahan permukaan baja yang tidak halus dan warnanya yang telah kekuningan.

Dari Gambar 4.11(c), terlihat bahwa permukaan baja juga telah mengalami perubahan tetapi perubahan tersebut tidak sama dengan Gambar 4.11(b). Baja hanya sedikit mengalami korosi dikarenakan penambahan ekstrak ampas tebu 0,5% dalam medium HCl yang menyebabkan terbentuknya lapisan pelindung pada permukaan baja sehingga baja terlindung dari serangan ion H^+ dan Cl^- .

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa ekstrak ampas tebu dapat digunakan sebagai inhibitor korosi yang efisien pada baja dalam medium korosif asam klorida (HCl) 1 N dilihat dari efisiensi yang didapatkan dari metode pengurangan berat berkisar antara 85,92% - 91,61% dan dari metode polarisasi potensiodinamik yaitu 51,83% - 92,20% dengan konsentrasi ekstrak optimum sebesar 0,9%. Laju korosi mengalami penurunan dengan meningkatnya konsentrasi ekstrak tetapi laju korosi mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya temperatur. Nilai energi aktivasi dengan penambahan ekstrak ampas tebu yaitu 62,7 kJ/mol. Berdasarkan analisis fotooptik dapat dilihat bahwa permukaan baja dengan penambahan ekstrak ampas tebu sangat berbeda dibandingkan tanpa penambahan ekstrak ampas tebu.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada analis Laboratorium Elektrokimia /Fotokimia Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas Padang dan para staf Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.

Referensi

1. Kermani, M.B., Harrop, D., **1996**, The Impact of Corrosion on Oil and Gas Industry, *Journal SPE Production and Facilities*, 11. (3), 186-190.
2. Roberge, P.R. *Corrosion Engineering Principles and Practice*, Mc Graw-Hill, p. 19.
3. Loto, C.A., Loto, R.T., Popoola, A.P., **2011**, Inhibition Effect of Extracts of Carica Papaya and Camellia Sinensis Leaves on The Corrosion of Duplex (α β) Brass in 1 M Nitric Acid, *International*

Journal Electrochemical Science, 6, pp. 4900-4914.

4. Omotoyinbo, J.A., Oloruntoba, D.T., Olusegun, S.J., **2013**, Corrosion Inhibition of Pulverized Jatropha Curcas Leaves on Medium Carbon Steel in 0,5 M H_2SO_4 and NaCl Environments, *International Journal of Science and Technology*, 2. (7), 1-8.
5. Liu, X., Chen, S., Ma, H., Liu, G., Shen, L., **2006**, Protection of Iron Corrosion by Stearic Acid and Stearic Imidazoline Self-Assembled Mono layers, *Applied Surface Science*, 253. (2), 814-820.
6. Orubitek, O., Oforka, N.C., **2004**, Inhibition of Corrosion of Mild Steel in Hydrochloric Acid Solutions by The Extracts of Leaves Nypa Frutican Wurmb, *Materials Letters*, 58, pp. 1768-1772.
7. El-etre, A.Y., Abdallah M., El tantawy Z.E., **2004**, Corrosion Inhibition of Some Metals Using Lawsonia Extract, *Journal of Corrosion Science*, 47, pp. 385-395.
8. Rajendran, S., Vaibhavi, N., Anthony, Trivedi, D.C., **2003**, Transport of Inhibition Efficiency, *Journal of Corrosion*, 59. (6), 529-534.
9. Anonim. **2009**. Roadmap Industri Gula, Departemen Perindustrian, Direktorat Jenderal Agro dan Kimia, Jakarta.
10. Sudaryanto, Y., Antaresti, Wibowo, H. **2002**, Biopulping Ampas Tebu Menggunakan Trichoderma viride dan Fusarium solani, *Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia*, pp. 163-171.
11. Nurdin, B.N., Stiadi, Y., Emriadi., **2013**, Inhibisi Korosi Baja oleh Ekstrak Kulit Buah Rambutan (*Nephelium lappaceum* Linn) Dalam Medium Asam Sulfat, *Jurnal Kimia Unand*, 2. (2), 133-143.
12. Russel, R.P., Whitman, W.G., **1926**, Factors Influencing the Corrosion, *Journal Industrial Engineering Chemistry*. 18. (9), 986.

13. Schweitzer, P.A., **2007**, *Corrosion of Linings and Coatings : Corrosion Monitoring*, Taylor and Francis Group, p. 55-59.
14. Lyublinski, E.Y., Kuznetsov, Y.I., Schultz, M., Vaks, Y., **2013**, Corrosion Protection of Tank Product Side Bottoms, *International Journal Corrosion Scale Inhibition*, 2. (2), 150-161.
15. Buchweishaija, J., **2003**, Corrosion Inhibitor of Carbon Steel by An Amine-Fatty Acid in Acidic Solution, *Tanzania Journal Science*, 29, pp. 1.
16. Ulmann's., **1985**, *Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 5th ed., A₂, p. 1-53.
17. Sjostrom, E., **1981**, *Wood Chemistry, Fundamentals and Applications*, 2nd ed., Laboratory of Wood Chemistry. 90, pp. 103-105.
18. Altwaiq, A.M., Khouri, S.J., Lehmann, R., Drucker, H., Vogt, C., **2011**, The Role of Extracted Alkali Lignin as Corrosion Inhibitor, *Journal Material Environment Science*, 2. (3), 259-270.
19. Akbarzadeh, E., Ibrahim, M.N.M., Rahim, A.A., **2012**, Monomers of Lignin as Corrosion Inhibitors for Mild Steel : Study of Their Behaviour by Factorial Experimental Design, *Journal of Corrosion Engineering, Science and Technology*, 47. (4), 302-311.
20. Alaneme, K.K., Olusegun, S.J., **2012**, Corrosion Inhibition Performance of Lignin Extract Sun Flower (*Tithonia Diversifolia*) on Medium Carbon Low Alloy Steel Immersed in H₂SO₄ Solution, *Leonardo Journal of Sciences*, 20, pp. 59-70.
21. Akbarzadeh, E., Ibrahim, M.N.M., Rahim, A.A., **2011**, Corrosion Inhibition of Mild Steel in Near Neutral Solution by Kraft and Soda Lignin Extracted from Oil Palm Empty Fruit Bunch, *International Journal of Electrochemical Science*, (6), 5396-5416.
22. Ebenso, E.E., Eddy, N.O., Odiongeyi, A.O., **2008**, Corrosion Inhibitive Properties and Adsorption Behaviour of Ethanol Extract of Piper Guinensis as Green Corrosion Inhibitor for Mild Steel in H₂SO₄, *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, 29. (11), 107-115.
23. Risandi, Y., Emriadi, Stiadi, Y., **2012**, Ekstrak Daun Pepaya (*Carica Papaya*) Sebagai Inhibitor Korosi Baja St. 37 Dalam Medium Asam Sulfat, *Jurnal Kimia Unand*, 1. (1), 27-33.
24. Rani, A.E., Basu, B.B.J., **2012**, Green Inhibitors for Corrosion Protection of Metals and Alloys : An Overview, *International Journal of Corrosion*, pp. 1-33.
25. Inzunza, R.G., Salas, B.V., Kharshan, R., Furman, A., Wiener, M.S., **2012**, Interesting Behavior of Pachycormus discolor Leaves Ethanol Extract as A Corrosion Inhibitor of Carbon Steel in 1 M HCl : A Preliminary Study, Hindawi Publishing Corporation, p. 8.
26. Singh, A., Singh, V.K., Quraishi, M.A., **2010**, Effect of Fruit Extract of Some Environmentally Benign Green Corrosion Inhibitors on Corrosion of Mild Steel in Hydrochloric Acid Solution, *Journal Material Environment Science*, 1, 162-174.
27. Gunavathy, N., Murugavel, S.C., **2012**, Corrosion Inhibition Studies of Mild Steel in Acidic Medium Using Musa Acuminata Fruit Peel Extract, *E-journal of Chemistry*. 9. (1), 487-495.
28. Obi-Egbedi, N.O., Obot, I.B., Umoren, S.A., **2010**, Spondias Mombin L. As Green Corrosion Inhibitor for Aluminium in Sulphuric Acid : Correlation Between Inhibitive Effect and Electronic Properties of Extracts Major Constituents Using Density Functional Theory, *Arabian Journal Chemistry*, 5. (3), 361-373.
29. Ketis, N.K., Wahyuningrum, D., Achmad, S., Bundjali, B., **2010**, Efektivitas Asam Glutamat Sebagai Inhibitor Korosi pada Baja Karbon

dalam Larutan NaCl 1%, *Jurnal
Matematika dan Sains*, 15. (1), 1-8.