

Kajian terhadap EIS dan Kaedah Kehilangan Berat: Novel Perencat Kakisan Hijau daripada Ekstrak *Etlingera elatior*

(Investigation of EIS and Weight Loss Method: A Novel of Green Corrosion Inhibitor from *Etlingera elatior* Extract)

SYAHIDAH NABILA ROSLI¹, NORINSAN KAMIL OTHMAN^{1,*} & AHMAD RIFQI MD ZAIN²

¹Jabatan Fizik Gunaan, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia, 43600 UKM Bangi, Selangor, Malaysia

²Institute of Microengineering and Nanoelectronics (IMEN), Universiti Kebangsaan Malaysia, 43600 UKM Bangi, Selangor, Malaysia

Diserahkan: 8 April 2023/Diterima: 3 Ogos 2023

ABSTRAK

Perencatan kakisan berasaskan bahan pengekstrakan tumbuhan telah mendapat perhatian penyelidik sejak beberapa tahun kebelakangan ini disebabkan tidak bertoksik dan biodegradasi. Hasil ekstrak *Etlingera elatior* telah digunakan dalam kajian ini sebagai perencat kakisan hijau dalam medium 0.5 M asid hidroklorik (HCl). Dalam kajian ini, bahan ekstrak yang diperolehi telah dicirikan menggunakan analisis spektroskopi inframerah Fourier-transformasi (FTIR) dan spektroskopi jisim-kromatografi gas (GC-MS) untuk mengenal pasti kumpulan berfungsi dan sebatian kimia yang wujud. Keberkesanan bahan ekstrak dalam perencatan kakisan keluli berkarbon rendah telah dikaji melalui ujian kehilangan berat dan ujian impedans (EIS) dalam medium berasid mengikut parameter suhu (25 °C, 45 °C dan 65 °C) dan kepekatan ekstrak (250 ppm, 450 ppm, 650 ppm, 950 ppm dan 1050 ppm) yang berbeza. Spesimen keluli berkarbon rendah dicirikan melalui mikroskop elektron imbasan (SEM) dan serakan x penyebaran tenaga (EDX). Spektroskopi inframerah Fourier-transformasi (FTIR) telah menunjukkan kehadiran kumpulan berfungsi seperti hidroksil dan alkena. Sebatian organik yang mempunyai ikatan π dengan kepadatan elektron tinggi akan memudahkan proses penjerapan. Analisis GC-MS pula mendedahkan empat sebatian utama yang terdapat dalam ekstrak *Etlingera elatior* iaitu N-asid hexadekanoik, siklododekan, 9,12-asid oktadekadienoik dan asid dodekanoik. Kecekapan perencatan yang diperolehi dari ujian kehilangan berat mendapati bahawa peratusan kecekapan perencatan tertinggi adalah 93.6%, manakala bagi ujian impedans (EIS) adalah 90.5% pada kepekatan 950 ppm. Suhu yang tinggi juga mempercepatkan kadar kakisan dan kecekapan perencatan (IE%) menurun. Morfologi pembentukan lapisan pelindung dilihat pada permukaan berkarbon rendah apabila dengan kehadiran perencat kakisan ekstrak *Etlingera elatior*. Secara keseluruhannya, perencat kakisan daripada ekstrak *Etlingera elatior* berupaya menghalang kakisan berlaku disokong pula dengan sifat yang mesra alam.

Kata kunci: Ekstrak *Etlingera elatior*; kecekapan perencatan; keluli berkarbon rendah; Spektroskopi Impedans Elektrokimia (EIS); 0.5 M asid hidroklorik (HCl)

ABSTRACT

Corrosion inhibition based on plant extracts has attracted the attention of researchers in recent years due to its non-toxicity and biodegradability. *Etlingera elatior* extract was used in this study as a green corrosion inhibitor in 0.5 M hydrochloric acid (HCl) medium. In this study, the extract obtained was characterized using fourier-transform infrared spectroscopic analysis (FTIR) and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) to identify the functional groups and chemical compounds present. The effectiveness of *Etlingera elatior* extract in the corrosion inhibition of mild steel was studied through weight loss test and impedance test (EIS) in acidic medium according to different temperature parameters (25 °C, 45 °C and 65 °C) and extract concentration (250 ppm, 450 ppm, 650 ppm, 950 ppm and 1050 ppm). Mild steel specimens were characterized by means of scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive x-dispersive (EDX). Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) has shown the presence of functional groups such as hydroxyl and alkenes. Organic compounds that have π bonds with high electron density will facilitate

the adsorption process. GC-MS analysis showed four main compounds found in *Etlingera elatior* extract which are N-hexadecanoic acid, cyclododecane, 9,12-octadecadienoic acid and dodecanoic acid. The inhibition efficiency obtained from the weight loss test found that the highest inhibition efficiency percentage was 93.6%, while for the impedance test (EIS) it was 90.5% at a concentration of 950 ppm. High temperature also accelerates the corrosion rate and the inhibition efficiency (IE%) decreases. The morphology of the protective layer formation is seen on the mild steel surface when in the presence of the corrosion inhibitor *Etlingera elatior* extract. Overall, the corrosion inhibitor from *Etlingera elatior* extract is able to prevent corrosion from occurring supported by its eco-friendly properties.

Keywords: Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS); *Etlingera elatior* extract; inhibition efficiency; mild steel; 0.5 M hydrochloric acid

PENGENALAN

Beberapa tahun kebelakangan ini, kegagalan peralatan dalam pelbagai industri untuk beroperasi berpunca akibat daripada masalah kakisan adalah isu yang acapkali terjadi. Antara kegagalan mekanik biasa yang terjejas iaitu pada peralatan dan sistem perpaipan (Shaik, Pedapati & Abd Dzubir 2022). Kegagalan paip dan utiliti yang ditanggung oleh pelbagai industri mengakibatkan kerugian, pencemaran alam sekitar, kos pembaikan tinggi, penggantungan perkhidmatan kritikal seperti bekalan air dan bahaya keselamatan yang serius termasuk risiko kesihatan awam akibat pencemaran air yang boleh berlaku semasa kejadian kegagalan tersebut (Usher et al. 2014). Saluran paip juga banyak digunakan dalam industri minyak dan gas untuk mengangkut cecair atau gas bagi membolehkan proses kimia atau penyimpanan berjalan dengan baik (Sotoodeh 2018). Walau bagaimanapun, paip yang diperbuat daripada keluli terdiri daripada besi mengandungi 0.1% hingga 0.3% karbon bertujuan meningkatkan kekuatan dan rintangan patah berbanding besi lain. Keluli lembut juga mudah terdedah kepada ancaman kakisan apabila adanya tekanan dan perubahan suhu.

Secara amnya, kakisan dapat didefinisikan sebagai satu fenomena kemerosotan logam yang berlaku oleh tindak balas kimia atau elektrokimia dengan persekitarannya. Salah satu kaedah kawalan kakisan adalah menggunakan perencat kakisan (Hossain, Asaduzzaman Chowdhury & Kchaou 2021). Mekanisme perencat kakisan berlaku dengan pembentukan lapisan pelindung yang bertindak menghalang akses bahan menghakis termasuk pembebasan ion logam bagi menghalang pengurangan berlaku dalam tempoh yang singkat (Arwati et al. 2019). Perencat kakisan jenis organik dan tak organik yang sintetik seperti kromat dan fosfat lebih mahal dan mendatangkan toksik kepada alam sekitar (Chigondo & Chigondo 2016).

Justeru, terdapat kajian tentang pembangunan perencat kakisan hijau dengan artikel yang diterbitkan diekstrak daripada Web of Science (WoS) sekitar tahun

2019 hingga 2022 (Siti Zuliana et al. 2021). Artikel yang telah memperkenalkan perencat berasaskan ekstrak tumbuhan seperti ekstrak daun pokok nenas (*Ananas sativum*) pada tahun 2019, ekstrak rumput miang Mexico (*Parthenium hysterophorus*) pada tahun 2021 dan ekstrak daun herba arjuna (*Terminalia arjuna*) pada tahun 2022 (Devikala et al. 2019; Hossain et al. 2022; Kaur et al. 2021). Kesimpulan hasil daripada ketiga-tiga artikel ini mendapati bahawa bahan ekstrak tidak mengandungi logam berat atau sebatian toksik lain selain sumber bahan yang boleh terbiodegradasi dan boleh diperbaharui. Pengenalan kepada perencat kakisan hijau merupakan lambang kepada pembangunan teknologi yang lebih mesra alam (Zakeri, Bahmani & Aghdam 2022).

Bunga kantan (*Etlingera elatior*) tergolong dalam keluarga jenis Zingiberaceae dan tumbuh dengan banyak di Malaysia. Pengekstrakan tumbuhan *Etlingera elatior* berpotensi digunakan sebagai sumber alternatif dalam perubatan dengan bahan ekstrak menjadi agen antioksidan, antimikrob, antihiperlipidemia, antihiperurisemia dan anti-radang (Saudah et al. 2021). Ekstrak *Etlingera elatior* juga mengandungi kandungan metabolit sekunder yang tinggi seperti polifenol, tanin, saponin, flavonoid, glikosida, steroid dan terpenoid berdasarkan dalam kajian sebelum ini (Juwita, Puspitasari & Levita 2018).

Kajian ini adalah untuk mengenal pasti potensi perencat kakisan hijau yang diekstrak daripada *Etlingera elatior* menggunakan etanol dan seterusnya digunakan sebagai bahan perencat bagi keluli berkarbon rendah dalam larutan HCl (0.5 M).

BAHAN

Bunga kantan yang digunakan dalam kajian ini diperoleh daripada pembekal tempatan di Jenaris, Kajang, Selangor. Logam SAE/AISI keluli lembut bergred 1015 (0.15 wt. % C, 0.40 wt. % Mn, 0.02 wt. % P, 0.03 wt. % S dan 99.4 wt. % Fe) telah digunakan sebagai sampel logam.

KAEDAH

Kelopak bunga kantan telah dibersihkan dan dicuci di bawah air paip, seterusnya dipotong dan dikeringkan pada suhu persekitaran selama 14 hari. Kemudian, bunga yang kering telah dikisar menggunakan pengisar untuk membentuk serbuk halus. Serbuk seratan halus disimpan dalam botol kaca kedap udara dan diletakkan di dalam peti.

25 g serbuk telah diekstrak menggunakan 200 mL pelarut etanol 50% selama 2 jam pada suhu 65 °C. Larutan tersebut telah disejat menggunakan penyejat berputar selama 45 minit pada suhu 90 °C. Hasil ekstrak telah disimpan dalam botol kedap udara dan disimpan di dalam peti sejuk.

Penyediaan larutan perencat kakisan dimulakan dengan melarutkan 2 g ekstrak *Etilingera elatior* dengan air suling bagi menyediakan larutan stok sebanyak 2000 ppm. Seterusnya, penyediaan larutan berasid (0.5 M) telah disediakan dengan mencairkan asid hidroklorik daripada botol (Chemiz). Larutan ujian asid hidroklorik (0.5 M) telah dicampurkan bersama bagi menyediakan satu siri larutan stok perencat dengan kepekatan 250 ppm, 450 ppm, 650 ppm, 950 ppm dan 1050 ppm.

Keluli berkarbon rendah telah dipotong mengikut saiz kupon berukuran $2.0 \times 2.0 \times 0.2 \text{ cm}^3$. Kemudian, permukaan yang telah dicanai dan digilap dengan menggunakan kertas silikon-karbida pada 120-1200-grit. Akhir sekali, permukaan logam telah dibasuh menggunakan air suling dan dibilas dengan aseton sebelum digunakan. 1 cm^2 luas permukaan sampel telah didedahkan bagi ujian impedans.

PENCIRIAN BAHAN

Kehadiran kumpulan berfungsi dalam ekstrak *Etilingera elatior* dianalisis menggunakan spektroskopi inframerah Fourier-transformasi (FTIR) model Perkin Elmer Spectrum 400, FT-IR/NIR dengan sistem pengimejan. Spektrum yang terhasil direkodkan antara $4000\text{-}650 \text{ cm}^{-1}$. Sebatian kimia yang wujud pula dianalisis menggunakan alat kromatografi gas/spektrometri jisim (GC-MS). Hasil ekstrak dicairkan menggunakan etanol pada nisbah 1:100 (Deni Susanti et al. 2013). Kemudian, telah dianalisis menggunakan alatan model Agilent 7890A Kromatografi Gas (GC) digabungkan terus ke sistem spektrometer jisim (MS) MSD lengai Agilent 5975C. Terdapat pengesan paksi tiga kali GC-MS dalam hentaman elektron (EI) mod pengionan (70eV) dalam julat m/z 4- 250 °C. GC kapilari Zebron menggabungkan silika lajur (ZB-5ms, panjang 30 m, dalaman 0.25 mm diameter, ketebalan filem 0.25 μL , DB-5MS UI) secara langsung digandingkan dengan jisim spektrometri. Gas helium digunakan sebagai gas pembawa dengan kadar alir 5 mL seminit. Suhu telah ditetapkan pada 50 °C

dengan kenaikan sebanyak 4 °C seminit sehingga suhu akhir 250 °C telah dicapai. Masa yang telah diambil untuk analisis GC-MS adalah 60 minit. MSD *Chemstation* telah digunakan sebagai rujukan pencarian puncak dalam kromatogram GC asal. Carian perpustakaan telah dijalankan untuk semua puncak menggunakan NIST/EPA/NIH versi 2.0 dan hasilnya digabungkan dalam satu jadual puncak tunggal.

Morfologi permukaan dan komposisi unsur keluli berkarbon rendah dalam larutan HCl (0.5M) telah dianalisis menggunakan mikroskop elektron pengimbasan model MERLIN (SEM; ZEISS, Oberkochen, Jerman), pada pembesaran 1.0k dan voltan 10kV. Imej yang ditangkap daripada SEM dan komposisi unsur daripada EDX telah dirakam. Lokasinya sampel keluli berkarbon rendah dianalisis di makmal CRIM, Universiti Kebangsaan Malaysia (UKM). Saiz setiap imej ialah 100 μm . Sampel berkarbon rendah bersaiz kupon $2.0 \times 2.0 \times 0.2 \text{ cm}^3$ telah direndamkan ke dalam larutan HCl 0.5 M dengan kehadiran dan tanpa kehadiran perencat kakisan *Etilingera elatior* berkepekatan 950 ppm selama 168 jam pada 25 °C. Pengesan EDX telah digunakan bersama dengan SEM untuk mengkaji komposisi kimia pada permukaan keluli berkarbon rendah.

KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

PENENTUAN KEHADIRAN KUMPULAN BERFUNGSI

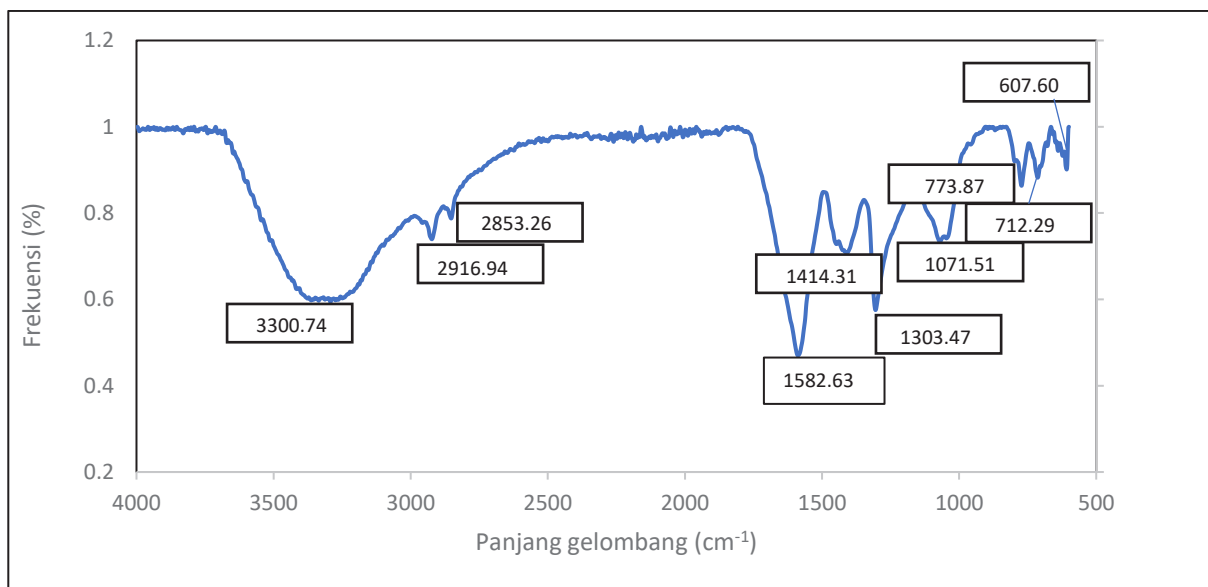
Bagi mengenal pasti kumpulan berfungsi yang hadir dalam perencat kakisan hijau ekstrak *Etilingera elatior*, analisis telah dijalankan menggunakan spektroskopi inframerah Fourier (FTIR). Spektroskopi FTIR bagi ekstrak *Etilingera elatior* ditunjukkan dalam Rajah 1. Puncak yang lebar pada 3300.74 cm^{-1} dikaitkan dengan identiti kumpulan regangan hidroksil, O-H (asid) kerana puncak yang sangat luas. Puncak yang terletak pada 2916.94 cm^{-1} dan 2853.26 cm^{-1} dikaitkan dengan regangan getaran bagi alifatik C-H dalam kumpulan CH_2 dan terminal CH_3 . Identiti regangan C=C adalah pada puncak 1582.63 cm^{-1} . Terdapat puncak serapan tajam pada 1414.31 cm^{-1} dan 1303.47 cm^{-1} yang boleh dikaitkan dengan getaran regangan C-N atau C-O. Puncak yang terhasil pada 773.87 cm^{-1} dan 712.29 cm^{-1} adalah CH_2 bergetar. Jalur puncak pada 607.60 cm^{-1} adalah kumpulan hidroksil, O-H. Berdasarkan pemerhatian daripada analisis spektrum FTIR yang diperolehi mendapati bahawa kumpulan berfungsi seperti hidroksil, karbonil, ikatan berganda karbon terkandung dalam ekstrak bunga kantan dianggap sebagai pusat penjerapan utama yang berkesan (Zhang et al. 2020). Selain itu, proses penjerapan kimia yang berlaku disebabkan adanya interaksi antara ion logam dengan kumpulan berfungsi seperti kehadiran heteroatom O dan N sebagai perencat kakisan hijau yang membentuk lapisan

pelindung kompleks tidak larut dalam melindungi permukaan logam daripada kakisan (Verma et al. 2021). Penemuan ini menggambarkan bahawa *Etilingera elatior* mengandungi kumpulan berfungsi hidroksil dan alkena (O-H dan C=C), yang sepadan dengan ciri umum proses penyerapan yang baik dalam perencatan kakisan. Justeru, dengan adanya kehadiran dengan ikatan π akan memudahkan proses penyerapan berlaku pada permukaan logam dan seterusnya membentuk lapisan pelindung (Shah & Agarwal 2014).

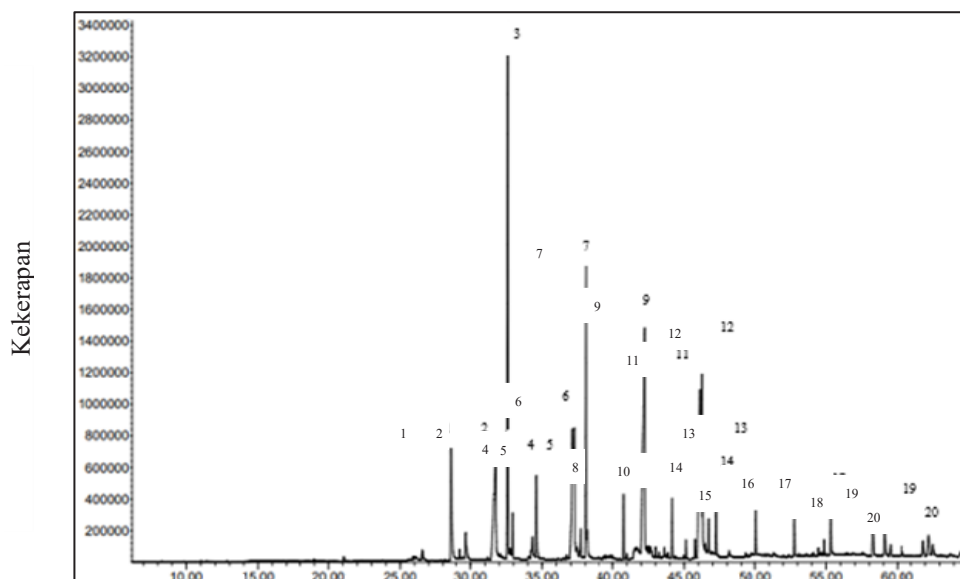
PENENTUAN KOMPOSISI SEBATIAN EKSTRAK

Analisis GC-MS telah dilakukan untuk mengenal pasti anggaran komposisi, jenis sebatian organik yang wujud

dan struktur molekul sebatian yang hadir dalam ekstrak bunga kantan. Sebatian dikenal pasti melalui analisis GC-MS menunjukkan bahawa terdapat banyak puncak apabila masa tahanan dipanjangkan. Struktur kimia bagi kebanyakan sebatian disimpulkan daripada spektrum dibentangkan dalam Rajah 2. Terdapat 20 puncak telah didapati daripada analisis GC manakala Jadual 1 membentangkan data yang berkaitan dengan setiap garis dalam spektrum. Antara puncak yang terbentuk iaitu pada minit ke 28.65 hingga minit ke 62.54 seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 2. Setiap masa tahanan yang berbeza mewakili keupayaan sebatian organik membentuk ikatan yang kompleks (Barbosa et al. 2017).



RAJAH 1. Spektrum FTIR bagi ekstrak Bunga Kantan (*Etilingera elatior*)



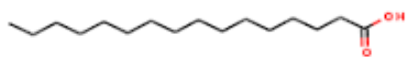
RAJAH 2. Kromatogram GC-MS bagi perencat kakisan hijau *Etilingera elatior*

JADUAL 1. Masa tahanan dan anggaran komposisi dan sebatian organik yang hadir dalam sebatian perencat kakisan hijau ekstrak *Etlingera elatior*

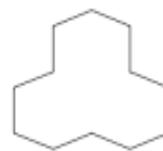
Puncak penentu	Masa tahanan (min)	Nama sebatian	Anggaran komposisi (%)	Formula molekul
1	28.6464	Siklopropan, nonil-	4.31	$C_{12}H_{24}$
2	31.7629	Asid Dodekanoik	7.71	$C_{12}H_{24}O_2$
3	32.602	Siklododekan	11.81	$C_{12}H_{24}$
4	32.9363	Sikloktasiloxan, hexadekametil-	1.02	$C_{16}H_{48}O_8Si_8$
5	34.5829	2-tetradeken, (E)-	2.49	$C_{14}H_{28}$
6	37.2514	Z-7-Asid Tetradekenoik	5.45	$C_{16}H_{30}O_2$
7	38.0589	2-Tetradeken, (E)-	6.32	$C_{14}H_{28}$
8	41.6611	Asid Isobutirik, hexadekil ester	1.17	$C_{20}H_{40}O_2$
9	42.2352	n-Asid Hexadekanoik	12.49	$C_{16}H_{32}O_2$
10	44.1594	Siklooktasiloxan, hexadekametil-	1.30	$C_{16}H_{48}O_8Si_8$
11	46.1024	9,12-Asid Oktadekadienoik (Z,Z)-	8.77	$C_{18}H_{32}O_2$
12	46.2475	cis-13-Asid Oktadekenoik	7.03	$C_{18}H_{34}O_2$
13	46.7017	Asid Oktadekanoik	1.07	$C_{18}H_{36}O_2$
14	47.238	Siklooktasiloxan, hexadekametil-	1.27	$C_{16}H_{38}O_8Si_8$
15	50.0832	Siklononasiloxan, oktadekametil-	1.54	$C_{18}H_{54}O_9Si_9$
16	52.777	Siklononasiloxan, oktadekametil-	1.47	$C_{18}H_{54}O_9Si_9$
17	55.3257	1,1,1,5,7,7,7-Heptametil-3,3-bis(trimetilsiloxi)tetrasiloxan	1.53	$C_{18}H_{39}O_5Si_6$
18	58.2718	Siklononasiloxan, oktadekametil-	1.24	$C_{18}H_{54}O_9Si_9$
19	59.4894	Siklotetradekan	0.43	$C_{14}H_{28}$
20	62.5427	4-Hidrazono-5-hidroxyimino-4,5,6,7-tetrahidro-2H-pyridin-2-oxan	0.58	$C_6H_7H_5O_2$

Rajah 3 merupakan empat struktur molekul utama yang terbentuk dalam sebatian perencat kakisan hijau ekstrak *Etlingera elatior*. N-Asid Heksadekanoik (12.49%), Siklododekan (11.81%) dan 9,12-Asid Oktadekadienoik (Z,Z)- (8.77%) dan Asid Dodekanoik (7.71%) merupakan sebatian utama dalam bahan ekstrak *Etlingera elatior* (Jaafar et al. 2007). Struktur sebatian

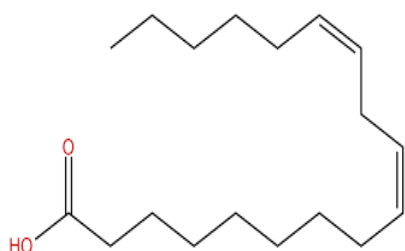
asid lemak yang terkandung dalam ekstrak *Etlingera elatior* dapat dibuktikan kehadiran jumlah heteroatom yang tinggi dan bertindak sebagai perencat kakisan yang berkesan. Kumpulan berfungsi seperti hidroksil (-OH), metil (-CH₃) dan alkena (C=C) juga telah menyokong penemuan analisis FTIR.



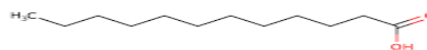
n-Asid Hexadekanoik



Siklododekan



9,12-Asid Oktadekadienoik (Z,Z)-



Asid Dodekanoik

RAJAH 3. Struktur utama bagi molekul sebatian organik yang hadir dalam sebatian perencat kakisan hijau ekstrak *Etilingera elatior*

UJIAN KEHILANGAN BERAT

Ujian kehilangan berat dijalankan bagi mengkaji prestasi perencatan daripada ekstrak *Etilingera elatior* dan kadar kakisan dalam tempoh rendaman 168 jam pada suhu 25 °C. Hasil pengiraan menggunakan teknik penurunan berat keluli berkarbon rendah, nilai kecekapan perencatan (IE%) dan kadar kakisan dalam kehadiran dan ketiadaan kepekatan perencat *Etilingera elatior* dinyatakan dalam Jadual 2. Data dalam Jadual 2 menunjukkan nilai IE% meningkat sejajar dengan pertambahan kepekatan perencat dalam larutan 0.5 M HCl. Namun begitu, kadar kakisan berkurangan. Hal ini disebabkan oleh pembentukan lapisan pelindung yang boleh menghalang serangan kakisan seterusnya

meminimumkan kadar kakisan yang berlaku. Nilai kecekapan perencatan paling optimum pada kepekatan 950 ppm ialah 93.62%. Hal ini menunjukkan molekul ekstrak *Etilingera elatior* tinggi terjerap pada permukaan keluli berkarbon rendah seterusnya menyekat tapak aktif daripada kakisan (Goyal et al. 2020). Nilai kecekapan perencatan berkurangan kepada 91.02% pada kepekatan 1050 ppm kerana kemerosotan logam berlaku apabila perencat kakisan digunakan secara berlebihan. Lebihan molekul perencat mengalami proses penyahjerapan (Mohammed & Othman 2020). Permukaan keluli berkarbon rendah tanpa molekul perencat mudah terdedah kepada kemerosotan logam menyebabkan peratusan kecekapan perencatan berkurangan.

JADUAL 2. Nilai kecekapan perencatan (IE%) dan kadar kakisan daripada ekstrak *Etilingera elatior* dalam tempoh rendaman 168 jam pada suhu 25 °C

Kepekatan (ppm)	Cr (mmy ⁻¹)	θ	Kecekapan perencatan (IE%)
0	1.1176	-	-
250	0.3789	0.6610	66.10
450	0.3437	0.6925	69.25
650	0.3297	0.7050	70.50
950	0.0713	0.9362	93.62
1050	0.1004	0.9102	91.02

UJIAN IMPEDANS

Ujian impedans dijalankan untuk mengenal pasti proses elektrokimia yang berlaku antara permukaan keluli berkarbon rendah dengan asid hidroklorik dengan kehadiran perencat *Etilingera elatior*. Rajah 4 menunjukkan plot Nyquist bagi keluli berkarbon rendah dalam larutan HCl (0.5 M) yang mengandungi perencat kakisan *Etilingera elatior*. Kehadiran ekstrak *Etilingera elatior* dalam kepekatan yang berbeza menyebabkan saiz diameter semibulat dalam plot Nyquist boleh dipengaruhi. Nyquist mempunyai 2 kawasan berfrekuensi iaitu kawasan frekuensi rendah yang menjelaskan proses penjerapan antara molekul dan permukaan logam manakala kawasan frekuensi tinggi pula memberitahu akan kerintangan perpindahan cas. Daripada pemerhatian berdasarkan Rajah 4, semibulat yang terhasil pada frekuensi rendah bagi kepekatan 0 ppm sehingga 1050 ppm membuktikan penjerapan antara molekul dan permukaan logam telah berlaku dan pembentukan lapisan pelindung yang lebih baik dicapai apabila kepekatan perencat kakisan meningkat. Saiz diameter semibulat yang meningkat membuktikan bahawa apabila kepekatan perencat kakisan semakin meningkat, kadar kecekapan kerencatan kakisan juga meningkat (IE%). Pengenalpastian peratusan kecekapan kerencatan kakisan (IE%), persamaan bersesuaian telah digunakan seperti berikut:

$$IE\% = \frac{R_{ct} - R_{ct'}}{R_{ct}} \times 100$$

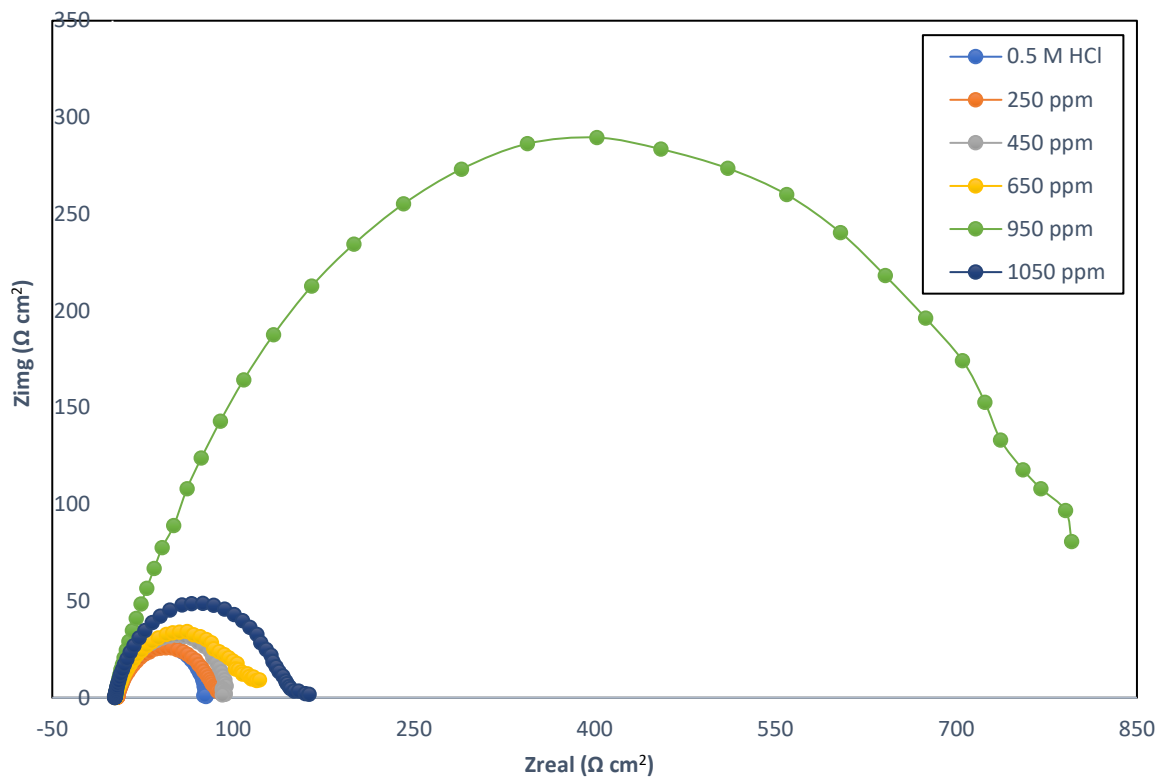
dengan R_{ct} dan $R_{ct'}$ merupakan nilai kerintangan perpindahan cas dengan perencat kakisan ($R_{ct'}$) dan nilai kerintangan perpindahan cas tanpa perencat kakisan (R_{ct}) (Al Otaibi & Hammud 2021). Jadual 3 menunjukkan parameter elektrokimia bagi perencatan kakisan keluli berkarbon rendah menerusi nilai pengukuran impedans. Parameter yang digunakan sepadan dengan litar setara. Nilai kerintangan larutan (R_s), nilai kerintangan perpindahan cas (R_{ct}) dengan peratus kecekapan kerencatan kakisan (IE%) disertakan bersama dalam Jadual 3. Hasil daripada plot Nyquist menunjukkan bahawa kepekatan sehingga 950 ppm dengan nilai tertinggi R_{ct} ialah 812.4 $\Omega \text{ cm}^2$ dipamerkan dikaitkan dengan pembentukan filem lapisan pelindung (Fayeka, Haseeb & Fazal 2017). Walau bagaimanapun, nilai (IE%) mula menurun pada 1050 ppm iaitu 30.96%. Hal ini disebabkan oleh resapan ion berlaku dengan proses desorpsi berlaku apabila bahan terjerap terlepas antara permukaan keluli lembut kerana ikatan yang terbentuk ialah daya *Van Der Waals* yang lemah dan ikatan yang terbentuk adalah jenis hidrostatik (Helen et al. 2014). Oleh sebab itu, nilai kecekapan perencatan menurun untuk kepekatan 1050 ppm. Justeru, ini menunjukkan taburan nilai minimum penyimpanan cas dan sentuhan ohmik molekul dengan substrat (Jokar, Farahani & Ramezanzadeh 2016).

KESAN TERHADAP SUHU

Kesan suhu terhadap tahap perencatan kakisan hijau pada permukaan keluli berkarbon rendah dinilai menggunakan kaedah pengukuran pengurangan berat

JADUAL 3. Nilai yang diperoleh daripada pengukuran impedans bagi lengkung EIS terhadap kakisan keluli berkarbon rendah apabila dengan kehadiran dan tanpa kehadiran ekstrak *Etilingera elatior* dalam larutan HCl (0.5 M)

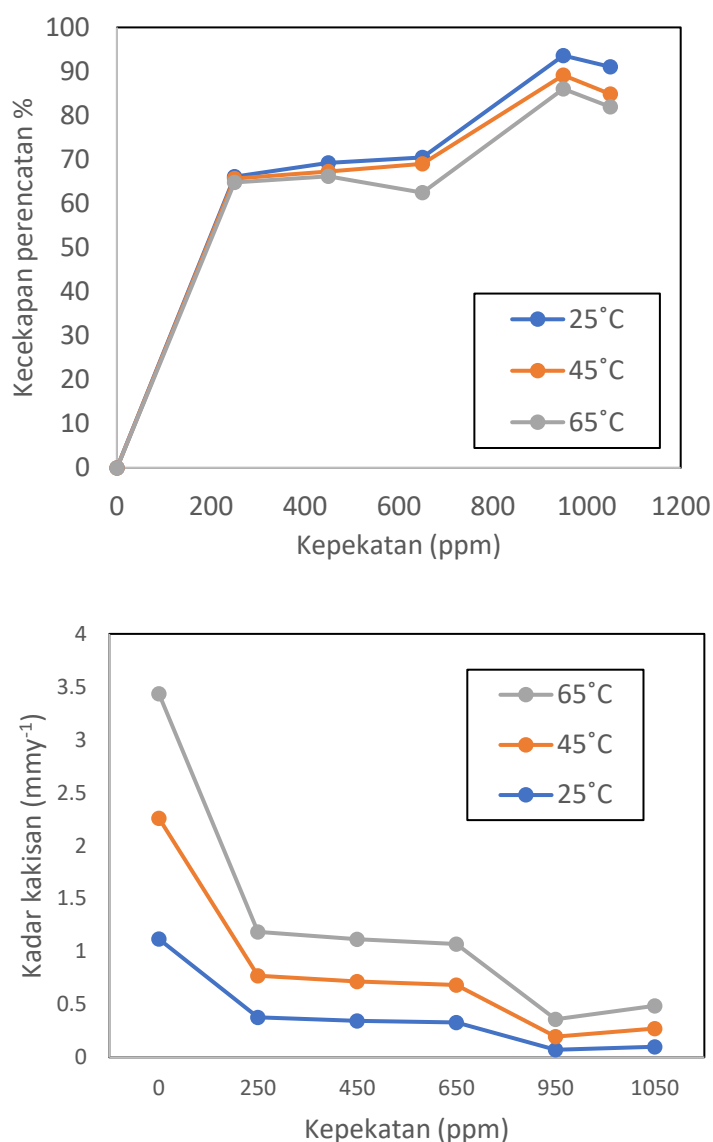
Kepekatan (ppm)	R_{ct} ($\Omega \text{ cm}^2$)	R_s ($\Omega \text{ cm}^2$)	θ	Kecekapan perencatan (IE%)
0	77.19	2.04	0	0.00
250	95.20	1.58	0.1892	18.92
450	82.68	4.88	0.3368	33.68
650	136.9	2.50	0.4362	43.62
950	812.4	2.03	0.9050	90.50
1050	111.8	2.12	0.3096	30.96



RAJAH 4. Plot Nyquist bagi keluli berkarbon rendah dalam larutan HCl (0.5 M) apabila dengan kehadiran dan tanpa kehadiran ekstrak *Etilingera elatior*

sampel. Uji kaji tersebut telah dijalankan dan keputusannya ditunjukkan dalam Rajah 5. Keputusan bagi keluli berkarbon rendah menunjukkan nilai kecekapan perencatan semakin menurun dan kadar kakisan meningkat apabila meningkatnya suhu iaitu antara 25 °C hingga 65 °C (Arwati et al. 2019). Nilai kecekapan perencatan dan kadar kakisan ditunjukkan seperti dalam Jadual 4. Sebagai contoh, pada kepekatan perencat kakisan 950 ppm, kecekapan perencatan (IE%) ialah 93.62%, berkurang kepada 89.15% dan semakin berkurang pada suhu 65 °C iaitu 86.05%. Manakala, kadar kakisan pula meningkat dari 0.071 mmy⁻¹ pada suhu 25 °C kepada 0.16 mmy⁻¹ pada suhu

65 °C. Fenomena ini berlaku disebabkan oleh proses penyahjerapan oleh molekul perencat kakisan yang terjerap pada permukaan keluli lembut. Apabila suhu yang tinggi dikenakan, tenaga kinetik bertambah menyebabkan kedudukan molekul terjerap tidak stabil dalam membentuk ikatan yang bertindak sebagai lapisan pelindung logam (Akinbulumo, Odejobi & Odekanle 2020). Maka, tapak aktif mudah terdedah kepada persekitaran mengkakis seperti ion Cl⁻ dan seterusnya menyebabkan pengaratan berlaku. Jelaslah di sini, faktor suhu juga memainkan peranan penting dalam memastikan lapisan pelindung bertindak baik menyelaputi keluli berkarbon rendah.



RAJAH 5. Graf kepekatan *Etilingera elatior* melawan kecekapan perencatan (IE%) dan kadar kakisan (mmy⁻¹) pada suhu yang berbeza

JADUAL 4. Keputusan nilai kecekapan perencatan dan kadar kakisan pada suhu yang berbeza dalam larutan 0.5 M HCl dengan kehadiran dan tanpa kehadiran ekstrak *Etilingera elatior*

Suhu (°C)	Kepekatan (ppm)	Kadar kakisan (mm ^y ⁻¹)	Kecekapan perencatan, IE%
298.15	0.5 M HCl	1.1176	-
	250	0.3789	66.098
	450	0.3437	69.247
	650	0.3297	70.499
	950	0.0713	93.620
	1050	0.1004	91.017
318.15	0.5 M HCl	1.142	-
	250	0.3922	65.657
	450	0.3734	67.303
	650	0.3536	69.037
	950	0.1239	89.151
	1050	0.1727	84.877
338.15	0.5 M HCl	1.1769	-
	250	0.4139	64.831
	450	0.3982	66.165
	650	0.3862	62.490
	950	0.1642	86.048
	1050	0.2121	81.978

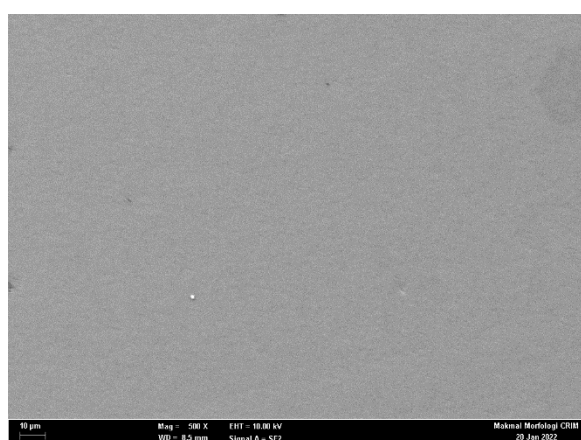
MORFOLOGI PERMUKAAN SAMPEL

Bagi mengkaji perbandingan antara kakisan keluli berkarbon rendah yang berlaku dalam larutan berperencat kakisan dan tanpa perencat kakisan, analisis morfologi dijalankan. Rajah 6(b) menunjukkan analisis SEM dengan pembesaran 500× bagi keluli berkarbon rendah dalam larutan tanpa perencat kakisan hijau *Etilingera elatior*. Hasil kajian menunjukkan adanya kawasan yang telah teroksida kesan daripada kakisan yang berlaku. Hal ini adalah sifat semula jadi bagi bahan keluli lembut tersebut. Namun, apabila analisis SEM dijalankan

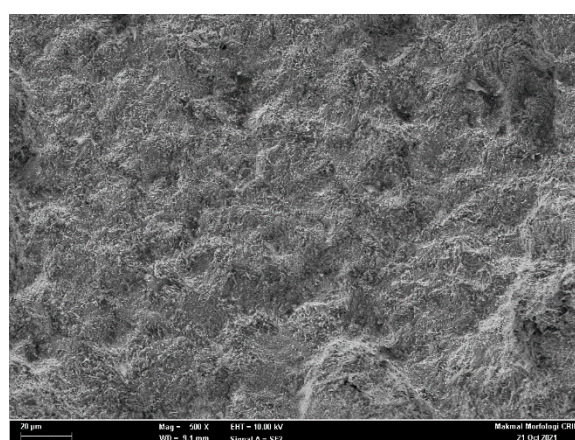
dalam larutan yang mengandungi perencat kakisan *Etilingera elatior* pada kepekatan 950 ppm, seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 6(c), mendapati tiada pengoksidaan terbentuk pada permukaan keluli lembut. Hasil kajian ini jelas menunjukkan lapisan pelindung terbentuk dengan baik bagi menghindar permukaan keluli lembut daripada teroksida. Pembentukan lapisan pelindung bertindak sebagai perisai bagi melindungi keluli lembut dalam media menghakis seperti dalam larutan asid hidroklorik (HCl) dan secara langsung dapat meningkatkan nilai kecekapan perencatan (Fares, Maayta & Al-Qudah 2012).

Jadual 5 menunjukkan analisis EDX dilakukan untuk mengkaji komposisi unsur sampel keluli lembut sebelum dan selepas penambahan kepekatan 950 ppm perencat kakisan *Etilingera elatior* pada suhu bilik 25 °C dalam tempoh 168 jam. Merujuk kepada Rajah 6(c), permukaan keluli kurang kasar dan tidak mengalami kakisan selepas direndam dalam media asid hidroklorik dengan kehadiran perencat kakisan hijau *Etilingera elatior* berbanding rendaman tanpa kehadiran perencat kakisan hijau *Etilingera elatior* seperti dalam Rajah 6(b). Hal ini dapat dibuktikan dengan kehadiran perencat kakisan hijau *Etilingera elatior* yang terbentuk pada permukaan keluli lembut yang dapat dibuktikan dengan analisis SEM. Perbandingan peratusan atom Ferum (Fe)

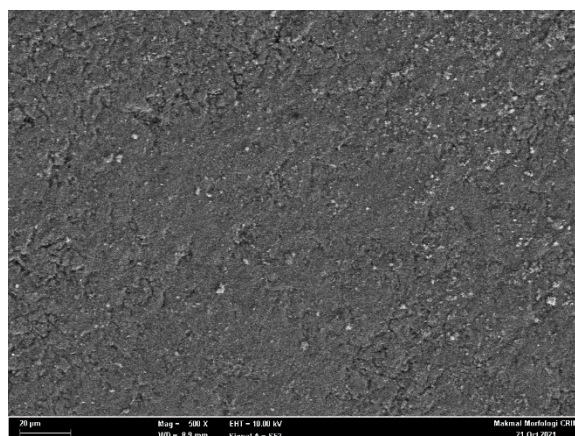
menunjukkan peningkatan dalam larutan berasid yang dicampur perencat kakisan manakala peratusan atom oksigen (O) mencatatkan penurunan apabila perencat kakisan hijau *Etilingera elatior* hadir. Daripada penilaian EDX, jelas bahawa kenaikan peratusan Fe disebabkan oleh keluli lembut dilindungi dengan kehadiran perencat kakisan sebagai pelindung lapisan permukaan. Hal ini akan menghalang kakisan melalui penjerapannya yang kuat pada permukaan keluli lembut (Bouoidina et al. 2017). Nilai O meningkat dalam rendaman tanpa perencat kakisan disebabkan oleh pembentukan ferus hidroksida berlaku pada permukaan keluli lembut yang merupakan produk kakisan (Jain Kassim et al. 2010).



(a)



(b)



(c)

RAJAH 6. Imej SEM bagi (a) Keluli lembut asal selepas digilap, (b) Keluli lembut selepas direndam dalam 0.5 M asid hidroklorik tanpa perencat kakisan hijau *Etilingera elatior* dan (c) Keluli lembut selepas direndam dalam 0.5 M asid hidroklorik dengan kehadiran perencat kakisan hijau *Etilingera elatior*

JADUAL 5. Analisis komposisi unsur EDX (%) keluli berkarbon rendah asal selepas digilap, keluli berkarbon rendah tanpa perencat kakisan hijau *Etilingera elatior* dan keluli berkarbon rendah dengan kehadiran perencat kakisan hijau kepekatan 950 ppm *Etilingera elatior* pada suhu 25 °C

Media	Komposisi unsur					
	Fe	O	C	Ni	Cl	Mn
(a) Keluli berkarbon rendah asal selepas digilap	99.4	0.0	0.2	0.0	0.0	0.4
(b) Keluli berkarbon rendah selepas direndam dalam larutan tanpa perencat kakisan hijau <i>Etilingera elatior</i>	60.3	28.8	4.5	3.4	2.3	0.3
(c) Keluli berkarbon rendah selepas direndam dalam larutan dengan kehadiran perencat kakisan hijau kepekatan 950 ppm <i>Etilingera elatior</i>	73.0	18.1	4.5	1.8	1.4	0.7

KESIMPULAN

Kecekapan perencatan (IE%) dan kadar kakisan bagi ekstrak bunga kantan, *Etilingera elatior* dipengaruhi oleh faktor suhu dan kepekatan perencat kakisan dalam larutan berasid 0.5 M HCl. Perincian bahan ekstrak telah dianalisis menggunakan FTIR dan GC-MS. Hasil analisis mendapati bahawa terdapat kehadiran heteroatom seperti O dan N serta ikatan π yang berfungsi sebagai ciri umum proses penyerapan yang baik dalam perencatan kakisan dengan membentuk lapisan pelindung pada permukaan keluli berkarbon rendah. Ujian kakisan telah dijalankan iaitu ujian kehilangan berat dan ujian pengutuban elektrokimia impedans (EIS) telah membuktikan *Etilingera elatior* berpotensi dijadikan sebagai perencat kakisan hijau yang cekap daripada serangan ion mengkakis (Cl⁻) dengan peratusan kecekapan dicatatkan sebanyak 93.6% bagi ujian kehilangan berat dan 90.5% bagi ujian impedans pada kepekatan 950 ppm. Faktor suhu juga mempengaruhi keputusan yang mendapati semakin meningkat suhu, (IE%) berkurang manakala kadar kakisan bertambah sejajar dengan pertambahan kepekatan perencat kakisan *Etilingera elatior*. Keputusan yang dicapai daripada analisis SEM menunjukkan permukaan yang licin apabila direndam dalam larutan dengan kehadiran perencat kakisan *Etilingera elatior*. Hal ini kerana, pembentukan

lapisan pelindung terbentuk pada permukaan logam apabila adanya kehadiran perencat kakisan menyebabkan ion klorida tidak dapat mengkakis permukaan keluli berkarbon rendah. Tambahan pula, keputusan EDX menyokong hasil kajian bahawa kandungan peratusan Fe lebih tinggi dan oksigen lebih rendah dalam larutan dengan kehadiran perencat kakisan berbanding dalam larutan tanpa perencat kakisan.

PENGHARGAAN

Sekalung penghargaan ditujukan kepada penyelia projek, Prof. Ts. Dr. Norinsan Kamil Othman atas bimbingan beliau dalam menyiapkan penulisan ini. Penghargaan seterusnya diberikan kepada Universiti Kebangsaan Malaysia atas pembiayaan kajian melalui geran penyelidikan GUP-2019-040. Instrumen yang digunakan dalam kajian ini telah disokong oleh Makmal Perincian Struktur Molekul (MPSM), Pusat Pengurusan Penyelidikan dan Instrumentasi (CRIM), Universiti Kebangsaan Malaysia (UKM).

RUJUKAN

- Akinbulumo, O.A., Odejebi, O.J. & Odekanle, E.L. 2020. Thermodynamics and adsorption study of the corrosion inhibition of mild steel by *Euphorbia heterophylla* L. extract in 1.5 M HCl. *Results in Materials* 5: 100074.

- Al Otaibi, N. & Hammud, H.H. 2021. Corrosion inhibition using harmal leaf extract as an eco-friendly corrosion inhibitor. *Molecules* 26(22): 7024.
- Arwati, I.G.A., Majlan, E.H., Daud, W.R.W., Shyuan, L.K., Arifin, K.B., Husaini, T., Alva, S. & Radzuan, N.A.M. 2019. Electrophoresis deposition Arabic gum effect on aluminium 5052 reduce corrosion. *Sains Malaysiana* 48(2): 401-406.
- Barbosa, G.B., Jayasinghe, N.S., Natera, S.H.A., Inutan, E.D., Peteros, N.P. & Roessner, U. 2017. From common to rare Zingiberaceae plants - A metabolomics study using GC-MS. *Phytochemistry* 140: 141-150.
- Bouoidina, A., El-Hajjaji, F., Abdellaoui, A., Rais, Z., Filali Baba, M., Chaouch, M., Karzazi, O., Lahkimi, A. & Taleb, M. 2017. Theoretical and experimental study of the corrosion inhibition of mild steel in acid medium using some surfactants of the essential oil of *Foeniculum vulgare* bulb. *Journal of Materials and Environmental Science* 8(4): 1328-1339.
- Chigondo, M. & Chigondo, F. 2016. Recent natural corrosion inhibitors for mild steel: An overview. *Journal of Chemistry* 2016: Article ID. 6208937.
- Deni Susanti, Nurul Aina Awang, Haitham Qaralleh, Hassan Ibrahim Sheikh Mohamed & Nissad Attoumani. 2013. Antimicrobial activity and chemical composition of essential oil of Malaysian *Etilingera elatior* (Jack) R.M. Smith flowers. *Journal of Essential Oil-Bearing Plants* 16(2): 294-299.
- Devikala, S., Kamaraj, P., Arthanareeswari, M. & Pavithra, S. 2019. Green corrosion inhibition of mild steel by Asafoetida extract in 3.5% NaCl. *Materials Today: Proceedings* 14(2): 590-601.
- Fares, M.M., Maayta, A.K. & Al-Qudah, M.M. 2012. Pectin as promising green corrosion inhibitor of aluminum in hydrochloric acid solution. *Corrosion Science* 60: 112-117.
- Fayeka, M., Haseeb, A.S.M.A. & Fazal, M.A. 2017. Electrochemical corrosion behaviour of Pb-free SAC 105 and SAC 305 solder alloys: A comparative study. *Sains Malaysiana* 46(2): 295-302.
- Goyal, M., Vashisht, H., Kumar, A., Kumar, S., Bahadur, I., Benhiba, F. & Zarrouk, A. 2020. Isopentyltriphenylphosphonium bromide ionic liquid as a newly effective corrosion inhibitor on metal-electrolyte interface in acidic medium: Experimental, surface morphological (SEM-EDX & AFM) and computational analysis. *Journal of Molecular Liquids* 316: 113838.
- Helen, L.Y.S., Rahim, A.A., Saad, B., Saleh, M.I. & Raja, P.B. 2014. *Aquilaria crassna* leaves extracts - A green corrosion inhibitor for mild steel in 1 M HCL medium. *International Journal of Electrochemical Science* 9(2): 830-846.
- Hossain, N., Chowdhury, M.A., Rana, M., Hassan, M. & Islam, S. 2022. *Terminalia arjuna* leaves extract as green corrosion inhibitor for mild steel in HCl solution. *Results in Engineering* 14(April): 100438.
- Hossain, N., Asaduzzaman Chowdhury, M. & Kchaou, M. 2021. An overview of green corrosion inhibitors for sustainable and environment friendly industrial development. *Journal of Adhesion Science and Technology* 35(7): 673-690.
- Jaafar, F.M., Osman, C.P., Ismail, N.H. & Awang, K. 2007. Analysis of essential oils of leaves, stems, flowers and rhizomes of *Etilingera elatior* (Jack) R.M. Smith. *The Malaysian Journal of Analytical Sciences* 11(1): 267-273.
- Jain Kassim, M., Jian Ming, W., Hazwan Hussin, M. & Kang Wei, T. 2010. Corrosion inhibition of mild steel in acidic solution by ethanol extract of *Uncaria gambir*. *Journal of Corrosion Science and Engineering* 13(1): 1-13.
- Jokar, M., Farahani, T.S. & Ramezanzadeh, B. 2016. Electrochemical and surface characterizations of morus alba pendula leaves extract (MAPLE) as a green corrosion inhibitor for steel in 1M HCl. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 63: 436-452.
- Juwita, T., Puspitasari, I.M. & Levita, J. 2018. Torch ginger (*Etilingera elatior*): A review on its botanical aspects, phytoconstituents and pharmacological activities. *Pakistan Journal of Biological Sciences* 21(4): 151-165.
- Kaur, L., Singh, D., Cooper, R., Kaur, M., Singh, H., Mutreja, V. & Sharma, A. 2021. Comprehensive review on ethnobotanical uses, phytochemistry, biological potential and toxicology of *Parthenium hysterophorus* L.: A journey from noxious weed to a therapeutic medicinal plant. *Journal of Ethnopharmacology* 281(April): 114525.
- Mohammed, N.J. & Othman, N.K. 2020. Date palm seed extract as a green corrosion inhibitor in 0.5 M HCl medium for carbon steel: Electrochemical measurement and weight loss studies. *International Journal of Electrochemical Science* 15: 9597-9610.
- Saudah, Ernilasari, Fitmawati, Dewi Indriyani Roslim, Zumaidar, Darusman, Monalisa & Arif Habibul Umam 2021. A phytochemical screening of Bakkala (*Etilingera elatior*) originated from suakbugis, Aceh, Indonesia and its potential in ethnobotany. *International Journal of Herbal Medicine* 9(4): 37-42.
- Shaik, N.B., Pedapati, S.R. & Abd Dzubir, F.A. 2022. Remaining useful life prediction of a piping system using artificial neural networks: A case study. *Ain Shams Engineering Journal* 13(2): 101535.
- Siti Zuliana Salleh, Abdul Hafidz Yusoff, Siti Koriah Zakaria, Mustaffa Ali Azhar Taib, Anasyida Abu Seman, Mohamad Najmi Masri, Mardawani Mohamad, Sarizam Mamat, Sharizal Ahmad Sobri, Arlina Ali & Pao Ter Teo. 2021. Plant extracts as green corrosion inhibitor for ferrous metal alloys : A review. *Journal of Cleaner Production* 304: 127030.
- Sotoodeh, K. 2018. Analysis and improvement of material selection for process piping system in offshore industry. *American Journal of Mechanical Engineering* 6(1): 17-26.
- Usher, K.M., Kaksonen, A.H., Cole, I. & Marney, D. 2014. Critical review: Microbially influenced corrosion of buried carbon steel pipes. *International Biodeterioration and Biodegradation* 93: 84-106.

- Verma, D.K., Dewangan, Y., Dewangan, A.K. & Asatker, A. 2021. Heteroatom-based compounds as sustainable corrosion inhibitors: An overview. *Journal of Bio- and Tribo-Corrosion* 7: 15.
- Zakeri, A., Bahmani, E. & Aghdam, A.S.R. 2022. Plant extracts as sustainable and green corrosion inhibitors for protection of ferrous metals in corrosive media: A mini review. *Corrosion Communications* 5: 25-38.
- Zhang, X., Li, W., Yu, G., Zuo, X., Luo, W., Zhang, J., Tan, B., Fu, A. & Zhang, S. 2020. Evaluation of *Idesia polycarpa* Maxim fruits extract as a natural green corrosion inhibitor for copper in 0.5 M sulfuric acid solution. *Journal of Molecular Liquids* 318: 114080.

*Pengarang untuk surat-menyurat; email: insan@ukm.edu.my