

## BAB III

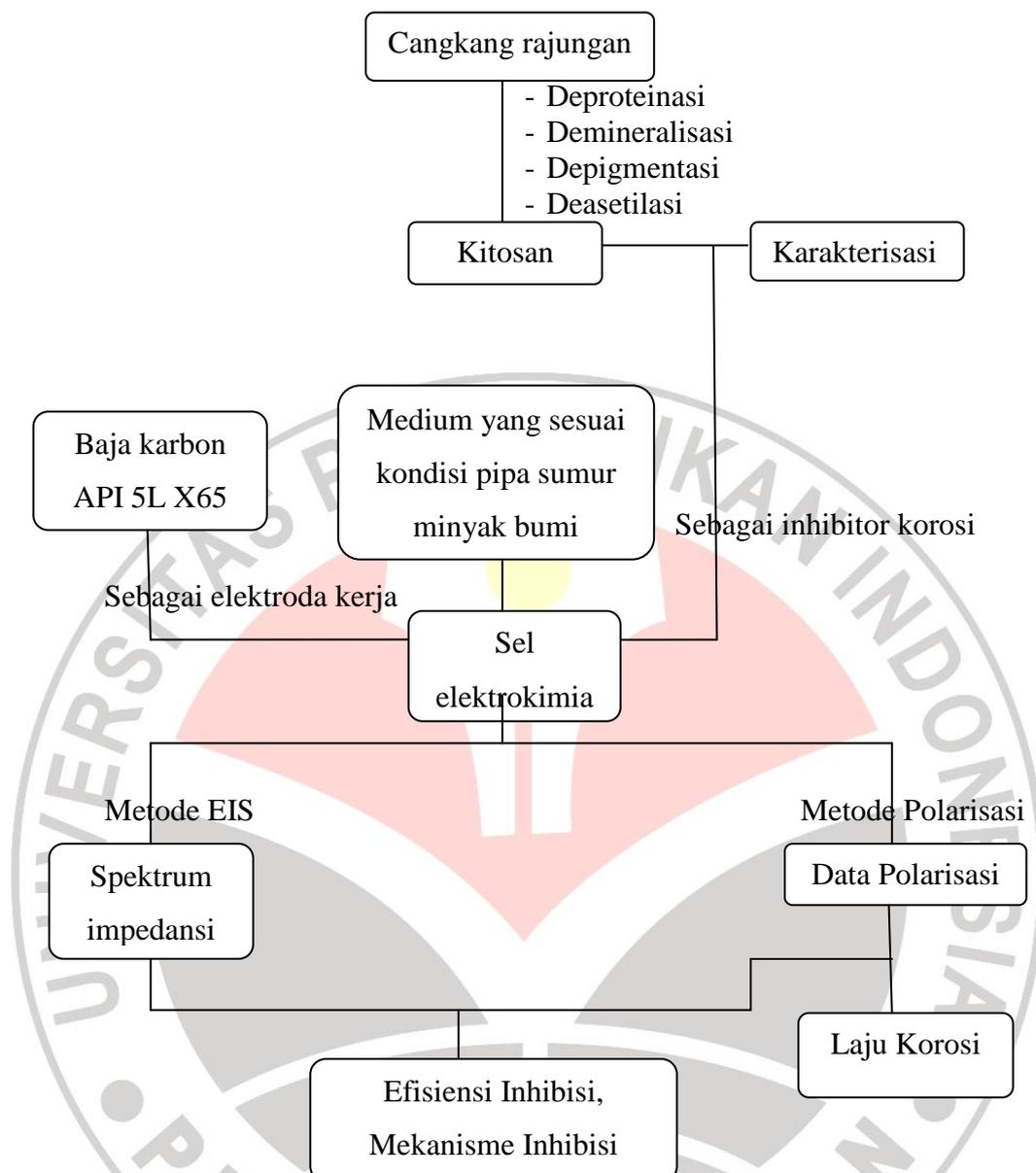
### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk menguji potensi inhibisi produk dari kitosan yang berasal dari cangkang rajungan sebagai inhibitor korosi baja karbon dalam medium larutan NaCl 1% pH 4 jenuh CO<sub>2</sub>. Tahapan penelitian secara berurutan yaitu memperoleh kitosan dari cangkang rajungan yang kemudian dilakukan karakterisasi senyawa kitosan yang diperoleh menggunakan FTIR dan menganalisis dengan TG-DTA. Tahapan selanjutnya adalah pengukuran laju korosi serta efisiensi inhibisi produk modifikasi kitosan pada baja karbon dalam medium NaCl 1% pH 4 jenuh CO<sub>2</sub> menggunakan metode EIS dan Tafel. Prosedur yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi alat dan bahan.
2. Pembentukan kitosan dari cangkang rajungan.
3. Karakterisasi kitosan menggunakan FTIR.
4. Analisis menggunakan TG-DTA.
5. Pengukuran potensi kitosan sebagai inhibitor korosi dalam medium sesuai dengan kondisi pipa sumur minyak bumi menggunakan metode EIS dan Tafel.

Tahapan-tahapan yang dilakukan dengan beberapa tahapan yang berurutan seperti terlihat pada diagram di bawah ini:



**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

## 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk memperoleh kitosan dari cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*) adalah *grinder*, *magnetic stirrer*, *stirrer*, set alat refluks, gelas kimia 1 L, gelas kimia 250 mL, gelas kimia 30 mL, gelas ukur 100 mL, gelas ukur 10 mL, corong *Buchner*, labu ukur 50 mL, spatula, neraca analitik,

labu erlenmeyer 250mL, erlenmeyer berpenghisap, kertas saring, dan batang pengaduk.

Peralatan yang digunakan untuk karakterisasi gugus fungsi yang ada pada kitosan adalah set alat spektrofotometer FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400). Alat yang digunakan untuk mengetahui ketahanan kitosan terhadap panas adalah set alat TG-DTA yang terdapat di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI. Adapun peralatan yang digunakan untuk pengukuran laju korosi adalah Potensiostat produksi Radiometer® (*Tacussel-Radiometer, Voltalab PGZ 301*) yang terdapat di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FPMIPA ITB.

### **3.2.2. Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah cangkang rajungan dari limbah pengolahan rajungan desa Mundu, Cirebon, NaOH teknis produksi Bratachem, NaOH p.a produksi Merck, pH indikator universal, HCl p.a produksi Merck, CH<sub>3</sub>COOH teknis produksi Bratachem, Natrium asetat p.a produksi Merck dan NaCl p.a produksi Merck.

### **3.3 Proses Pembentukan kitosan**

Ekstraksi kithin dari limbah cangkang rajungan dan konversi kithin menjadi kitosan dilakukan menurut metode (Saputro, *et al.*, 2009) berikut :

#### **3.3.1. Preparasi Sampel Cangkang Rajungan.**

Cangkang rajungan dicuci bersih dengan menggunakan air. Lalu cangkang dikeringkan di udara terbuka dengan bantuan sinar matahari selama satu hari. Cangkang rajungan yang sudah kering kemudian dihaluskan sampai dengan ukuran lolos pada saringan dengan ukuran -32 - 100 mesh. Serbuk rajungan yang diperoleh kemudian dikeringkan pada suhu 60°C di dalam oven selama dua hari.

### 3.3.2. Preparasi Kitosan

#### 3.3.2.1 Tahap Deproteinasi.

Masing – masing lima puluh gram serbuk rajungan dimasukkan ke dalam dua labu leher tiga 500 ml kemudian ditambahkan NaOH 4% dengan perbandingan konsentrasi sampel berbanding NaOH sebesar 1:10 b/v. Campuran tersebut kemudian dipanaskan dan diaduk pada suhu 80°C selama 1 jam pada kondisi refluks. Kemudian campuran di saring dengan menggunakan corong Buchner dan kertas saring kemudian residu yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquades hingga netral. Setelah kondisi netral tercapai, residu yang diperoleh kemudian dikeringkan pada suhu 60°C selama dua hari.

#### 3.3.2.2 Tahap Demineralisasi

Limapuluh gram residu hasil deproteinasi dimasukkan ke dalam gelas kimia 600 ml kemudian ditambahkan HCl 1M dengan perbandingan konsentrasi sampel berbanding HCl sebesar 1:15 b/v. Campuran tersebut kemudian diaduk pada suhu 60°C selama 3 jam. Kemudian campuran di saring dengan menggunakan corong Buchner dan kertas saring kemudian residu yang berupa kithin yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquades sampai netral. Setelah kondisi netral tercapai, kithin yang diperoleh kemudian dikeringkan pada suhu 60°C.

#### 3.3.2.3 Tahap Depigmentasi

Tahap ketiga dalam proses preparasi kitosan adalah tahap depigmentasi. Kithin yang direndam di dalam aseton selama 8 jam. Tahapan ini bertujuan untuk penghilangan warna (pigmen) yang terkandung dalam *crude* kithin, yaitu *red-orange astaxanthin*, suatu jenis karotenoid. Menurut Broussignac (1996), larutan

yang digunakan untuk proses depigmentasi harus merupakan larutan yang tidak akan mempengaruhi sifat fisikokimia dan karakteristik fungsional kithin dan kitosan produk.

#### **3.3.2.4 Tahap Deasetilasi.**

Sepuluh gram kithin dimasukkan ke dalam labu leher tiga 250 ml kemudian ditambahkan NaOH dengan konsentrasi 50% dengan perbandingan konsentrasi sampel berbanding NaOH sebesar 1:15 b/v. Campuran tersebut kemudian dipanaskan dan diaduk pada suhu 100°C selama 8 jam pada kondisi refluks. Kemudian campuran di saring dengan corong Buchner menggunakan kertas saring dan residu yang merupakan kitosan dicuci dengan menggunakan aquades sampai netral. Setelah kondisi netral tercapai, kitosan yang diperoleh kemudian dikeringkan pada suhu 60°C.

#### **3.3.2.5 Karakterisasi Kitosan**

Pada tahap ini kitosan produk akan dikarakterisasi menggunakan metode spektroskopi Inframerah (FTIR) dan analisis TG-DTA. Penggunaan metode FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang menyusun senyawa kitosan produk dengan alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) di Laboratorium Kimia ITB. Sedangkan untuk analisis TG-DTA dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen UPI.

### **3.4. Persiapan Sampel Uji Korosi**

#### **3.4.1 Persiapan Material**

Elektroda kerja yang akan diuji dibuat dari baja karbon API 5L X65. Elektroda ini dibuat dengan memotong baja karbon, dibubut dengan diameter 1,5cm yang kemudian direkatkan dengan resin epoksi. Sebelum digunakan untuk

pengujian, permukaan baja dihaluskan dengan kertas ampelas silikon karbida (*grade* 600-1200) dan dibilas dengan air bidestilat agar dipastikan tidak ada lemak yang masih menempel, selanjutnya dikeringkan pada suhu kamar.

### 3.4.2 Pembuatan Larutan Uji dan Larutan Induk

Larutan uji yang digunakan untuk pengujian laju korosi yaitu buffer pH 4 dengan penambahan NaCl 1%. Larutan uji dibuat dengan melarutkan 6,5 mL asam asetat pekat, 1,460 g natrium asetat dan 10 g NaCl dalam 1 L larutan.

Sedangkan larutan induk dibuat dalam konsentrasi 20.000 ppm dengan melarutkan serbuk kitosan produk sebanyak 1 gram ke dalam 50 mL NaCl 1% pH4.



**Gambar 3.2** Larutan Induk 20.000 ppm

## 3.5 Pengukuran Laju Korosi

### 3.5.1 *Open Circuit Potential* (OCP)

Sebelum dilakukan pengukuran, sel elektrokimia dibiarkan beberapa lama agar antaraksi antarmuka baja karbon dengan larutan mencapai keadaan *steady state*. Tercapainya keadaan ini ditunjukkan oleh nilai *Open Circuit Potential* (OCP) yang menyatakan hubungan potensial sel sebagai fungsi waktu.

### 3.5.2 Uji Impedansi dengan Metode EIS

Pengukuran laju korosi dengan metode EIS dilakukan pada suhu 35°C, 50°C, dan 65°C dengan variasi konsentrasi dari 20 ppm sampai 100 ppm dengan rentang 20 satuan dan dilakukan secara kontinu. Sebelumnya, alat Potensiostat *disetting* terlebih dahulu diantaranya nilai potensial DC yang diterapkan 'free', nilai frekuensi yang diterapkan mulai dari 10kHz hingga 158,3mHz, waktu OCP 4 menit, elektroda kerja 1,1304 cm dan elektroda pembanding 1,1304 cm. Setelah tercapai keadaan mantap (*steady state*) dilakukan pengukuran dengan EIS dan diolah dengan program Voltmaster4.

Setelah dilakukan *setting* dan keadaan mantap telah tercapai maka pengukuran dengan metode EIS dapat dilakukan. Pengukuran larutan blanko pada masing-masing suhu dilakukan terlebih dahulu, kemudian dilanjutkan penambahan inhibitor secara kontinu mulai dari konsentrasi 20 ppm hingga konsentrasi inhibitor dalam larutan uji sebanyak 100 ppm. Variasi konsentrasi pada metode EIS digunakan untuk mengetahui konsentrasi maksimum inhibitor dalam larutan uji dalam setiap suhu.

### 3.5.3. Uji Polarisasi dengan Metode Tafel

Penentuan laju korosi dengan menggunakan metode Tafel dilakukan dengan variasi temperatur. Pada pengukuran ini potensial DC yang diterapkan sebesar  $\pm 50$  mV relatif terhadap nilai potensial korosi. Kurva polarisasi potensiodinamik dipindai dengan laju sapuan konstan pada  $0,5 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$  (ASTM G5, dalam Sunarya, 2008).

Variasi temperatur yang digunakan yaitu 35°C, 50°C, dan 65°C. Berbeda dengan metode EIS, pengukuran dengan metode Tafel dilakukan secara

*discontinue*. Sel diset untuk tiap satu pengukuran. Setelah selesai pengukuran, sel harus dibersihkan terlebih dahulu kemudian diset ulang untuk pengujian selanjutnya.

Dengan metode ini, larutan inhibitor dibuat pada berbagai variasi konsentrasi, kemudian ditambahkan ke dalam larutan uji dan satu larutan uji sebagai blanko. Setelah itu, dialirkan udara secara *bubbling*.

