

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

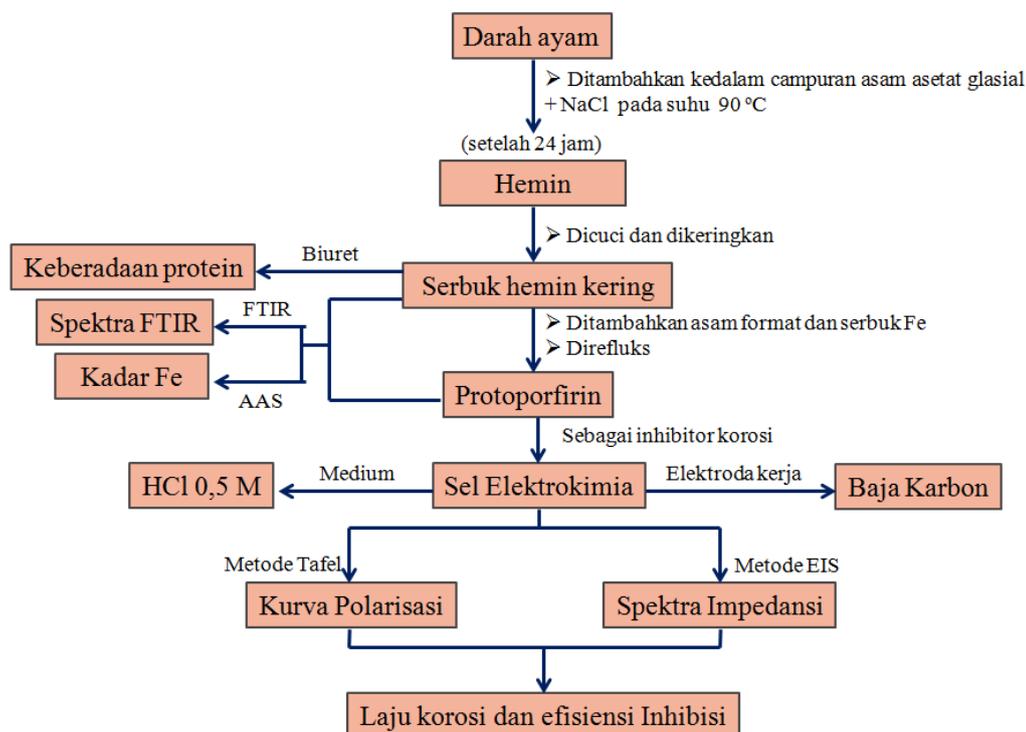
Penelitian dilaksanakan sejak bulan Februari hingga Agustus 2015. Ekstraksi hemin dan konversinya menjadi protoporfirin dilakukan di Laboratorium Kimia Material UPI. Analisis *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) dilakukan di Laboratorium Penelitian Kimia Analitik Program Studi Kimia ITB. Analisis kualitatif protein menggunakan metode biuret terhadap sampel darah ayam dan hemin hasil ekstraksi dilakukan di Laboratorium Kimia Material UPI. Pengujian potensi inhibisi protoporfirin menggunakan metode spektroskopi impedansi elektrokimia (EIS) dan polarisasi potensiodinamik (Tafel) dilakukan di Laboratorium Pengujian Inhibitor Korosi ITB.

3.2 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk menguji potensi protoporfirin pada proses inhibisi korosi baja karbon dalam larutan HCl 0,5 M. Secara umum, penelitian ini terdiri dari tiga tahapan. Tahap pertama yaitu ekstraksi hemin dari darah ayam dan konversinya menjadi protoporfirin mengacu pada metode baku yang dikembangkan oleh Hans Fischer. Tahap kedua yaitu karakterisasi senyawa produk ekstraksi dan konversi. Tahap ketiga yaitu pengujian potensi protoporfirin sebagai inhibitor korosi baja karbon dalam medium HCl 0,5 M menggunakan metode spektroskopi impedansi elektrokimia (EIS) dan polarisasi potensiodinamik (Tafel). Oleh karena itu, prosedur yang dilakukan dalam penelitian ini diantaranya;

1. Preparasi alat dan bahan,
2. Ekstraksi hemin dari limbah darah ayam,
3. Konversi hemin menjadi protoporfirin,
4. Karakterisasi senyawa hasil ekstraksi dan konversi,
5. Pembuatan larutan induk untuk pengujian inhibitor,
6. Pengujian potensi produk hasil modifikasi sebagai inhibitor korosi baja karbon dalam larutan HCl 0,5 M dengan metode Tafel dan EIS.

Secara sederhana, tahapan prosedur yang dilakukan dalam penelitian ini disajikan dalam bentuk diagram alir sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada proses ekstraksi hemin dan proses konversinya menjadi protoporfirin antara lain: alat-alat gelas, spatula, termometer 100 °C, batang pengaduk magnet, *hotplate*, kertas saring dan 1 set alat refluks. Peralatan yang digunakan untuk karakterisasi produk yang dihasilkan dalam penelitian ini antara lain: instrumen *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Prestige 21 Shimadzu dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) yang masing masing digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dan kadar besi yang terkandung dalam hemin maupun protoporfirin. Beberapa peralatan gelas, seperti gelas kimia, tabung reaksi dan pipet tetes digunakan untuk uji kualitatif protein menggunakan metode biuret. *Gamry Instrument Reference 300* digunakan untuk pengujian efisiensi inhibisi inhibitor.

3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: darah ayam, asam asetat glasial 98 % produksi Bratachem, NaCl teknis produksi Bratachem, natrium sitrat, amonium asetat p.a., HCl p.a. produksi Merck, asam format 98% produksi Bratachem, serbuk Fe, pereaksi biuret. Bahan elektroda kerja dibuat dari baja karbon jenis *American Petroleum Institute (API) 5L grade X65* dengan komposisi sebagai berikut (dalam persen):

C	Mn	Si	P	S	Cr	Cu	Ni	Mo	Al	Fe
0,065	1,54	0,25	0,013	0,001	0,05	0,04	0,04	0,007	0,041	97,953

(Sumber: Farelas *et al.*, 2012)

3.4 Ekstraksi Hemin dari Limbah Darah Ayam

300 mL asam asetat dimasukkan ke dalam gelas kimia, kemudian ditambahkan 15 mL aquades dan 0,05 gram NaCl. Selanjutnya campuran dipanaskan hingga suhu mencapai 90 °C. Setelah suhu mencapai 90 °C, pemanasan dihentikan kemudian 100 mL darah ayam yang sebelumnya telah diberi zat antikoagulan ditambahkan sedikit demi sedikit melalui pipet tetes. Selama penambahan darah ayam, pengadukan terus dilakukan secara kontinu. Setelah semua darah ditambahkan, campuran dipanaskan kembali pada suhu 90 °C selama 15 menit. Serbuk hemin akan terbentuk dan mengendap setelah larutan produk dibiarkan semalaman. Keesokan harinya, endapan dipisahkan dari supernatan melalui proses dekantasi. Selanjutnya, endapan yang masih bercampur dengan asam asetat glasial dicuci dengan aquades dan dibiarkan kembali semalaman. Serbuk yang sudah dicuci disaring dan dikeringkan pada temperatur ruangan.

3.5 Konversi Hemin menjadi Protoporfirin

Ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang telah dipasangkan dengan kondensor refluks dan magnetik stirer, ditambahkan serbuk hemin sebanyak 1 gram dan 70 mL asam format 98 %. Campuran kemudian dipanaskan sambil dilakukan pengadukan hingga mendidih. Setelah mendidih, 2,3 gram serbuk besi dibagi menjadi beberapa bagian dan ditambahkan ke dalam campuran selama periode waktu 20 – 30 menit. Setelah semua serbuk besi ditambahkan, campuran

direfluks selama 15 menit. Setelah itu, larutan didinginkan dan disaring. Filtrat yang dihasilkan kemudian ditambahkan dengan amonium asetat encer. Endapan yang terbentuk kemudian disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan pada temperatur ruangan.

3.6 Karakterisasi Hemin dan Protoporfirin Hasil Percobaan

Analisis gugus fungsi hemin dan protoporfirin dilakukan menggunakan instrumen *Fourier Transform Infrared* (FTIR) (Prestige 21 Shimadzu). Penentuan kadar besi yang terkandung dalam hemin dan protoporfirin dilakukan dengan menggunakan instrumen *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Identifikasi keberadaan protein dalam hemin hasil ekstraksi dilakukan menggunakan analisis kualitatif protein dengan metode biuret.

3.7 Penentuan Laju Korosi dan Efisiensi Inhibisi

Penentuan laju korosi dan efisiensi inhibisi dilakukan untuk mengetahui potensi protoporfirin yang dihasilkan dari penelitian ini dalam menghambat korosi baja karbon dalam medium HCl 0,5 M. Sebelum pengujian dilakukan, beberapa tahapan preparasi yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

3.7.1 Preparasi Larutan Uji dan Larutan Induk

Larutan uji dibuat dengan mengencerkan HCl 12 M menjadi larutan HCl 0,5 M menggunakan pelarut aquades. Sementara itu, larutan induk inhibitor dibuat dalam konsentrasi 20.000 ppm dengan melarutkan 0,2 gram serbuk protoporfirin dalam 10 mL asam format 98 %.



(a)



(b)

Gambar 3.2 (a) Larutan induk dan (b) Medium uji (larutan HCl 0,5 M)

3.7.2 Preparasi Spesimen Uji dan Sel Elektrokimia

Pada pengujian dengan sistem sel elektrokimia, wadah yang digunakan terdiri dari dua buah gelas kimia yang saling terhubung satu sama lain. Bagian luar gelas kimia berukuran besar, sementara bagian dalam wadah terdapat gelas kimia berukuran kecil yang digunakan sebagai wadah larutan uji. Sedangkan diantara kedua buah gelas kimia tersebut terdapat ruang kosong yang digunakan untuk sirkulasi air sehingga berfungsi sebagai termostat. Selain itu, penutup wadah sel elektrokimia terbuat dari karet dengan empat buah lubang yang berfungsi untuk memasukkan elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE), elektroda bantu (platina) dan termometer ke dalam larutan uji. Elektroda kerja dibuat dengan memotong baja karbon, dibubut hingga diameter ± 1 cm kemudian direkatkan dengan resin epoksi. Sebelum pengukuran secara elektrokimia dilakukan, permukaan elektroda kerja dihaluskan menggunakan kertas ampelas SiC (grade 600, 800, 1000 dan 1200), dibilas dengan aquades dan aseton untuk menghilangkan lemak, produk korosi atau senyawa inhibitor yang menempel. Setelah proses pencucian, elektroda dikeringkan pada temperatur ruang.



(a)



(b)

Gambar 3.3 (a) Elektroda Kerja dan (b) Sel elektrokimia

3.7.3 Prosedur Pengujian

Ke dalam wadah sel elektrokimia yang sebelumnya sudah dilengkapi dengan batang pengaduk magnet, dimasukkan medium uji berupa larutan HCl 0,5 M. Elektroda yang digunakan terdiri dari elektroda kerja, elektroda acuan dan elektroda bantu. Semua elektroda dan termometer dicelupkan kedalam media uji disertai dengan pengadukan. Ketiga elektroda dihubungkan dengan *Gamry Instrument Reference 300*. Ketika proses pengujian berlangsung, pasangan elektroda kerja dan elektroda rujukan akan mengukur potensial sel, sementara itu pasangan elektroda kerja dan elektroda bantu mengukur arus korosi. Semua hasil

pengukuran akan diproses oleh komputer menggunakan program *Gamry Echem Analyst*.

3.7.3.1 *Open Circuit Potential (OCP)*

Sebelum dilakukan pengukuran, sel elektrokimia berisi media uji yang telah ditambahkan inhibitor dibiarkan selama 25 menit agar antaraksi antarmuka baja karbon dengan larutan mencapai keadaan mantap (*steady state*). Tercapainya keadaan ini ditunjukkan oleh nilai *Open Circuit Potentiaial (OCP)* yang relatif stabil. Jika nilai OCP sudah menunjukkan harga konstan $< 0,1$ mV/menit, pengukuran dengan metode EIS maupun dengan metode tafel dapat dilakukan.

3.7.3.2 Uji Impedansi dengan Metode EIS

Sebelum pengujian dilakukan, terlebih dahulu mengisi beberapa pengaturan pada alat potensiostat yang diperlukan selama proses pengujian, diantaranya rentang frekuensi yang diterapkan mulai dari 50 kHz hingga 50 mHz, waktu OCP selama 4 menit dan luas area elektroda kerja yang digunakan sebesar $1,038 \text{ cm}^2$. Pengukuran dilakukan setelah keadaan mantap (*steady state*) tercapai.

3.7.3.3 Uji Polarisasi dengan Metode Tafel

Sebelum pengujian dilakukan, terlebih dahulu mengisi beberapa pengaturan pada alat potensiostat yang diperlukan selama proses pengujian, diantaranya potensial DC yang diterapkan sebesar ± 75 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).

3.7.3.4 Pengujian Inhibisi Protoporfirin

Pengukuran dilakukan secara kontinu, yakni pengukuran blanko, kemudian dilanjutkan pengukuran dengan adanya penambahan variasi konsentrasi inhibitor mulai dari 40, 80, 120, 160 hingga 200 ppm pada satu suhu. Suhu yang digunakan dalam penelitian ini yaitu 298, 308 dan 318 K. Setiap akan memulai pengukuran pada temperatur yang berbeda diawali dengan pengukuran blanko. Setelah pengukuran semua variasi konsentrasi telah selesai pada satu suhu, sel dibersihkan dan diatur ulang untuk temperatur berikutnya sampai semua temperatur diuji.