

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama bulan february sampai Agustus 2015 di Laboratorium Kimia Material dan Hayati FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, serta dilakukan di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk mengekstrak hemin dan mengubah hemin menjadi protoporfirin antara lain kaca arloji, spatula, gelas kimia, gelas ukur, termometer, erlenmeyer berpenghisap, corong *buchner*, set alat refluks, *hotplate*, *magnetic stirrer*, penangas minyak, kertas saring, neraca analitik, tabung reaksi, botol vial, set alat vakum, set alat spektrofotometer FTIR, sel elektrokimia, *Gamry Instrument* dan set alat SEM.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu limbah darah hasil pemotongan sapi, asam asetat glasial (98%), aquades, aseton, natrium sitrat, asam sulfat 0,5 M, serbuk Fe, asam format, natrium klorida, ammonium asetat, natrium hidroksida, tembaga sulfat, dan baja karbon API 5L X56.

3.3 Tahapan Penelitian

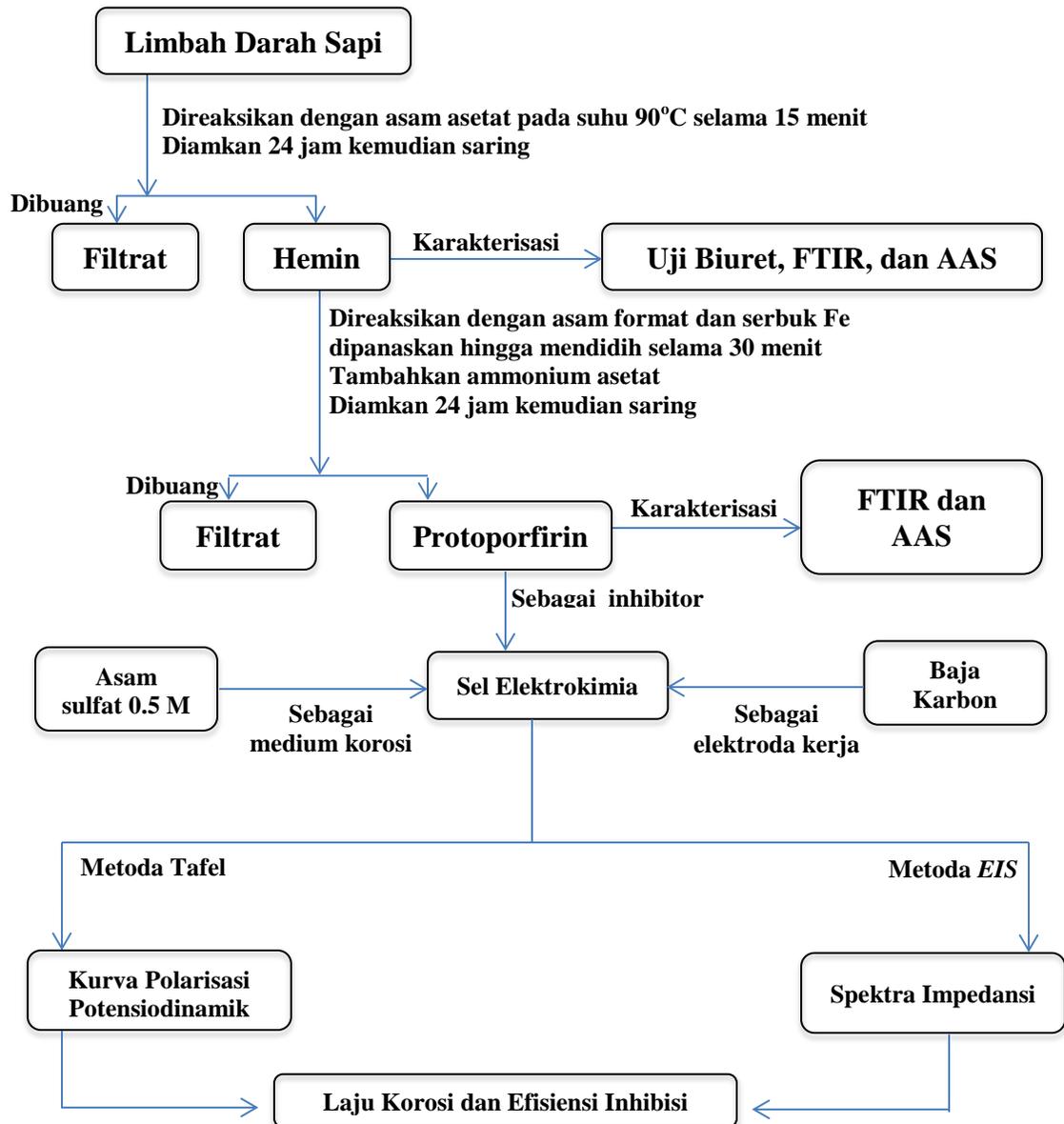
Penelitian yang dilakukan dimaksudkan untuk mengetahui efisiensi dan mekanisme inhibisi dari protoporfirin dalam media asam sulfat 0,5 M. Secara keseluruhan, prosedur penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Persiapan alat dan bahan.
2. Ekstraksi limbah darah hasil pemotongan sapi dengan asam asetat glasial 98%.
3. Karakterisasi hemin dan protoporfirin menggunakan uji biuret, FTIR, dan AAS.
4. Pengukuran efisiensi dan mekanisme inhibisi protoporfirin menggunakan metode EIS dan Tafel.

Enjang Priatna, 2015

POTENSI PROTOPORFIRIN DARI LIMBAH DARAH HASIL PEMOTONGAN SAPI SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA KARBON DALAM LARUTAN H_2SO_4 0,5 M

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Protoforfirin

Sumber protoforfirin ini berasal dari limbah darah hasil pemotongan sapi yang sudah tidak digunakan lagi, limbah darah sapi tersebut langsung diambil ketika proses pemotongan sedang berlangsung, limbah darah sapi tersebut ditampung dalam suatu wadah sampai volume 400 ml, lalu dimasukkan dalam wadah berikutnya yang sudah berisi natrium sitrat 3,8 g yang dilarutkan sampai volume 100 ml, sehingga total volume darah dan natrium sitrat sebanyak 500 ml.

Limbah darah yang sudah bercampur dengan natrium sitrat, diambil sebanyak 100 ml, di tempat yang lain disiapkan asam asetat glasial 98% sebanyak 300 ml, tambahkan 0,25 mg natrium klorida lalu dipanaskan hingga 90°C. Ketika setelah mendidih maka masukkanlah 100 ml darah sapi yang sudah bercampur dengan natrium sitrat, tunggu sampai suhu 90°C tetap stabil, lalu tunggu waktu 15 menit untuk memastikan proses pembentukan hemin sempurna. Tambahkan aquades secukupnya lalu dinginkan selama satu malam sampai Hemin mengendap dengan sempurna. Keesokan harinya maka hemin disaring, lalu dikeringkan. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan uji biuret, FTIR, dan AAS.

Setelah preparasi hemin selesai, maka selanjutnya adalah preparasi protoforfirin, hal pertama yang dilakukan adalah menimbang hemin sebanyak 1 g, lalu serbuk Fe sebanyak 2,3 g, lalu menyiapkan asam format 70 mL, selanjutnya campurkan hemin dengan asam format ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang menjadi bagian set alat refluks. Tunggu sampai mendidih, ketika mendidih masukkanlah serbuk Fe sedikit demi sedikit dengan interval waktu 10 menit setiap kali akan menambahkan serbuk Fe. Saring larutan protoforfirin dalam keadaan panas untuk menghilangkan pengotor, tambahkan aquades secukupnya lalu dinginkanlah, setelah dingin tambahkan larutan ammonium asetat secukupnya, lalu diamkan selama satu malam sampai terbentuknya endapan protoforfirin, saring protoforfirin lalu keringkanlah. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan FTIR dan AAS.

Enjang Priatna, 2015

POTENSI PROTOPORFIRIN DARI LIMBAH DARAH HASIL PEMOTONGAN SAPI SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA KARBON DALAM LARUTAN H₂SO₄ 0,5 M

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Ekstraksi

3.5.1 Analisa Keberadaan Protein

Analisa keberadaan protein dilakukan untuk membuktikan bahwa hemin sudah terpisah dari darah. Analisa ini dilakukan dengan menggunakan metode uji kualitatif biuret.

3.5.2 Analisa Gugus Fungsi Dengan FTIR

Analisa FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam hemin dan protoforfirin. Pengujian dilakukan menggunakan set alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400) di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia FMIPA ITB.

3.5.3 Analisa Kadar Fe Dengan AAS

Analisa AAS dilakukan untuk mengetahui perbedaan kadar Fe yang terdapat pada hemin dan protporfirin.

3.6 Prosedur Pengukuran Laju Korosi dan Efisiensi Inhibisi

3.6.1 Persiapan Material

Spesimen uji atau elektroda kerja yang digunakan dalam penelitian ini dibuat dari baja karbon jenis API 5L X65, yang diperoleh dari Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FMIPA ITB. Elektroda ini dibuat dengan memotong baja karbon, dibubut dengan luas permukaan $1,038 \text{ cm}^2$ yang kemudian direkatkan menggunakan resin epoksi. Seperti pada gambar 3.2 di bawah ini :



Gambar 3.2 Baja Karbon (Elektroda Kerja)

Sebelum digunakan sebagai elektroda kerja, permukaan baja karbon dihaluskan dahulu menggunakan amplas silikon karbida (*grade* 600 - 1200) selanjutnya dibilas dengan aquades dan aseton yang dimaksudkan untuk memastikan bahwa elektroda

kerja telah terbebas dari kotoran dan lemak. Selain elektroda kerja juga digunakan elektroda platina dan kalomel jenuh yang telah disediakan di Laboratorium Korosi Program Studi Kimia FMIPA ITB.

3.6.2 Pembuatan Larutan Uji dan Larutan Induk

a. Pembuatan Larutan Uji

Larutan uji untuk media korosif yang digunakan yaitu H_2SO_4 0,5 M. Larutan uji dibuat dengan melarutkan 2,81 mL H_2SO_4 97% dalam 100 mL aquades.



Gambar 3.3 Larutan Uji H_2SO_4 0,5 M

b. Pembuatan Larutan Induk

Larutan induk pengujian dibuat dalam konsentrasi 20.000 ppm, yang dibuat dengan melarutkan 0,2 gram protoporfirin ke dalam 10 mL asam format yang ditempatkan dalam labu ukur 10 mL.



Gambar 3.4 Larutan Induk 20.000 ppm

3.6.3 Pengukuran Laju Korosi dan Efisiensi Inhibisi

a. Persiapan Sel Elektrokimia

Kedalam sel elektrokimia dituangkan 100 mL larutan uji dengan dan tanpa penambahan inhibitor. Elektroda kerja (baja karbon), elektroda acuan (elektroda kalomel jenuh, SCE), dan elektroda bantu (platina) direndam dalam media uji dengan jarak antarmuka elektroda ± 1 cm. Ketiga elektroda tersebut kemudian dihubungkan dengan *Gamry Ref 3000*.

Sebelum dilakukan pengukuran secara elektrokimia, sel elektrokimia dibiarkan beberapa saat ± 20 menit yang dimaksudkan agar antaraksi antarmuka baja karbon dengan larutan mencapai keadaan mantap (*steady state*). Tercapainya keadaan mantap ini ditunjukkan dengan nilai *open circuit potential* (OCP), yang menyatakan hubungan potensial sel sebagai fungsi waktu.



(a)



(b)

Gambar 3.5 (a) Gamry Ref 3000 (b) Sel Elektrokimia

b. Uji Impedansi Dengan Metode EIS

Penerapan metode EIS pada pengukuran impedansi dan kapasitansi baja karbon dalam media uji, nilai potensial DC yang diterapkan adalah ‘*free*’, yang artinya nilai potensial yang dioperasikan dalam sel besarnya sama dengan potensial sel yang terukur berdasarkan hasil OCP versus SCE. Sinyal potensial AC yang diterapkan yaitu 10 mV dan rentang frekuensi yang diterapkan mulai dari 50000 Hz – 0,05 Hz.

Enjang Priatna, 2015

POTENSI PROTOPORFIRIN DARI LIMBAH DARAH HASIL PEMOTONGAN SAPI SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA KARBON DALAM LARUTAN H_2SO_4 0,5 M

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Pengujian impedansi dengan metode EIS dilakukan pada berbagai rentang suhu dan konsentrasi yang berbeda. Pengukuran dilakukan secara *discontinue* pada suhu 298 K, 308 K dan 318 K dengan rentang konsentrasi 40, 80, 120, 160 dan 200 ppm. Pengukuran blanko juga dilakukan pada berbagai rentang suhu dan konsentrasi yang berbeda. Spektra impedansi yang dihasilkan dari pengukuran EIS ini disajikan dalam aluran Nyquist.

c. Uji Polarisasi Dengan Metode Tafel

Penerapan metode polarisasi potensiodinamik dengan menggunakan Tafel pada pengukuran laju korosi baja karbon dalam media uji tidak berbeda dengan metode uji impedansi. Pada uji polarisasi potensiodinamik, potensial DC yang diterapkan adalah -0,075 sampai 0,075 V relatif terhadap nilai potensial korosi. Kurva polarisasi dipindai dengan laju sapuan konstan (*scanning rate*) $0,5 \text{ mVs}^{-1}$ dan sampel area $1,038 \text{ cm}^2$.

Pengujian polarisasi dengan metode Tafel juga dilakukan dengan berbagai rentang suhu dan konsentrasi yang berbeda, yaitu pada suhu 298 K, 308 K dan 318 K, dengan konsentrasi 40, 80, 120, 160 dan 200 ppm. Sama seperti pada metode EIS pengukuran blanko juga dilakukan pada berbagai rentang suhu dan konsentrasi yang berbeda. Adapun besaran-besaran listrik yang berkaitan dengan proses korosi dan inhibisi baja karbon ditentukan melalui ekstrapolasi kurva dengan metode Tafel.