

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan dari bulan Juli sampai Oktober 2012 di Laboratorium Biomassa FMIPA Unila.

B. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas yang digunakan dalam laboratorium; timbangan analitik, autoklaf, *orbital shaker*, *rotary evaporator*, alat pengukuran potensiostat, *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *Spectrophotometri Fourier Transform Infrared* (FT-IR)(varian 2000 scimitar series).

Bahan yang digunakan adalah buah asam keranji yang telah dikeringkan dan dihaluskan, yang diperoleh dari Banten. *Mild steel* (2x1) cm² tebal 0,1 cm, kertas abrasif dengan grit 240,400, 600, dan 800. Bahan kimia yang dipakai meliputi etilasetat, metanol, aseton, akuades, kloroform, dan silika gel Merck kiesegal 60 F₂₅₄ 0,25 mm, NaCl, gas CO₂, HCl, dan NaHCO₃.

C. Prosedur Penelitian

1. Pengumpulan dan persiapan sampel

Sampel berupa buah asam keranji diambil dari daerah Banten, kemudian buah asam keranji tersebut dipisahkan antara kulit, daging buah dan bijinya. lalu dikeringkan dan dihaluskan hingga menjadi serbuk halus.

1.1. Persiapan spesimen baja lunak (*mild steel*)

Spesimen baja lunak dipotong-potong dengan lebar 1 cm dan panjang 2 cm kemudian diampelas dengan kertas abrasif mulai dari grit 240, 400, 600 dan terakhir dengan grit 800. Setelah permukaan *mild steel* rata atau homogen selanjutnya dibersihkan dengan akuades, dan larutan aseton kemudian disimpan dalam desikator. Permukaan logam tersebut diukur dimensinya lalu ditimbang massanya.

1.2. Pembuatan larutan inhibitor

Ekstrak kasar buah asam keranji yang diperoleh kemudian dibuat larutan induk sebesar 10.000 ppm dengan melarutkan 0,5 kg ekstrak kasar buah asam kranji dalam 50 mL akuades.

1.3. Larutan medium korosif

Air laut buatan (*brine solution*) dibuat dengan melarutkan NaCl 3% (w/v) dan NaHCO₃ 100 mg/L dengan akuades dalam labu ukur. Larutan ini dijenuhkan dengan gas CO₂.

2. Ekstraksi buah asam keranji

Sebanyak 0,5 kg buah asam keranji yang telah dihaluskan, dimaserasi dengan menggunakan 1,5 L metanol selama 3 hari. Ekstrak metanol yang diperoleh disaring kemudian dipekatkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 45-50°C dengan laju putaran 120-150 rpm. Sehingga diperoleh filtrat pekat, kemudian filtrat pekat tersebut diekstraksi dengan kloroform dan etilasetat.

3. Pengujian sampel

3.1. Uji korosi dengan metode kehilangan berat (*weight loss*)

Larutan korosi yang digunakan telah disiapkan ke dalam botol gelas sebanyak masing-masing 100 mL dengan suhu 25⁰C. Larutan induk inhibitor yang telah dibuat ditambahkan ke dalam medium korosif sebanyak 0,5 mL agar konsentrasi larutan menjadi 50 ppm, sedangkan untuk konsentrasi 100, 150, 200, dan 250 ppm dibuat dengan cara yang sama. Kemudian gas karbondioksida dialirkan ke dalam masing-masing botol selama 45 menit. Sampel *mild steel* yang telah ditimbang massanya, dimasukkan ke dalam larutan medium korosif tanpa atau dengan adanya inhibitor yang telah jenuh dengan gas karbondioksida. Selanjutnya dikocok (*shaker*) selama 24 jam. Sampel kemudian dikeluarkan dan dibersihkan dengan HCl encer dan akuades serta dibilas dengan aseton, setelah kering sampel tersebut ditimbang kembali dan dilakukan analisis data dengan menggunakan Persamaan (4) dan (5).

3.2. Potensiodinamik polarisasi

Pertama-tama elektroda pembanding, elektroda bantu platina dan elektroda kerja baja dicuci dengan menggunakan larutan medium korosif dan dibilas dengan akuades.

Setelah itu elektroda kerja, elektroda pembanding dan elektroda bantu dirangkai pada suatu sel korosi yang disebut sebagai sel tiga elektroda dengan larutan medium korosif sebagai elektrolitnya, kemudian dialiri gas CO₂ dan selama pengukuran, dipastikan tidak ada kontaminasi oleh oksigen. Lalu dihubungkan dengan alat potensiostat dan komputer.

Elektroda kerja dibiarkan selama 10 menit di dalam elektrolit. Setelah itu dilakukan polarisasi dengan menggunakan metode potensiodinamik. Potensial diatur dengan rentang pengukuran -2 V sampai 1,5 V terhadap potensial pembanding dengan kecepatan scan 20 mV/s. Perubahan arus yang terjadi, diukur dengan potensiostat. Kemudian data yang didapatkan diolah untuk menentukan grafik potensiodinamik (E terhadap log I). Sehingga dapat dihitung persen proteksi dengan Persamaan (3).

4. Analisis sampel

4.1. Analisis permukaan sampel

Morfologi sampel *mild steel* diamati menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menggunakan larutan medium korosif dengan dan tanpa inhibitor setelah terkorosi, dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung.

4.2. Analisis gugus fungsi

Untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada sampel kulit buah asam keranji diamati menggunakan *Spektrofotometer Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung.