

## BAB III. METODE PENELITIAN

### 3.1 Tempat dan Waktu Percobaan I

Percobaan ini dilaksanakan di Laboratorium Program Studi Pendidikan Kimia Universitas Riau selama 2 bulan (April s/d Juni 2009)

### 3.2 Bahan dan Alat Percobaan I

Bahan yang digunakan adalah Kitin dan kitosan (produksi laboratorium kimia analitik IPB), asam monokloroasetat (R&M), isopropanol (J.T.Baker), etanol, natrium polifosfat (Merck), NaOH, HCl, serbuk Fe.

Sedangkan alat-alat yang digunakan adalah oven, timbangan analitik, seperangkat alat refluks, *Fourier transform Infrared spectroscopy (FT-IR)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, pH meter, *Atomic Adsorption Spectroscopy (AAS)* dan peralatan gelas yang umum dipakai.

### 3.3 Prosedur kerja Percobaan I

#### 3.3.1 Sintesis dan karakterisasi karboksimetil kitosan

##### a. Metode Zhou, *et,al*, 2006

Kitosan 5 g tambahkan isopropanol 75 mL dan tambahkan 125 mL NaOH (40%) serta diaduk dan direfluks pada 60°C selama 1 jam sambil diaduk serta tambahkan 100 mL isopropanol yang mengandung 30 gr asam monokloroasetat tetes demi tetes selama 1 jam hingga reaksi bercampur. Setelah 4 jam tambahkan 250 mL etanol (70%) untuk menghentikan reaksi. Padatan disaring dan dicuci dengan etanol 90% dan dikeringkan pada 50°C. Karboksimetil kitosan siap diakarakterisasi gugus fungsinya dengan spektroskopi *FT-IR* dan siap dipelajari interaksinya dengan Fe.

##### b. Metode Pang, *et,al*, 2007

Kitosan 1 g tambahkan NaOH 1,35 g dan pelarut (aquadest 2 mL + Isopropanol 8 mL), lalu masukkan kedalam water bath 60°C. Kemudian tambahkan asam monokloroasetat 1,5 g yang telah dilarutkan kedalam isopropanol 2 mL dan direaksikan selama 4 jam. Reaksi dihentikan dengan

menambahkan etanol 70% 20 mL. Padatan disaring dan dicuci dengan etanol 90% serta dikeringkan pada temperatur ruang dan siap dikarakterisasi dengan FTIR

### 3.3.2 Sistesis dan karakterisasi nano-partikel kitosan (Tang, *et.al*, 2007)

Kitosan 20 mg dilarutkan dalam 40 mL asam asetat 2% (v/v) dan tambahkan 20 mL natrium polifosfat 0,75 mg/mL. Kemudian campuran diaduk sampai homogen dan endapkan menggunakan sentrifus. Nano-partikel kitosan siap dikarakterisasi bentuk morfologinya dengan SEM dan dipelajari interaksinya dengan Fe.

### 3.3.3 Studi interaksi kitin dan turunannya dengan Fe

Disiapkan larutan induk Fe 1000 ppm dan larutan standar Fe (konsentrasi 1, 3, 6, dan 9 ppm) serta disiapkan pH larutan Fe dengan variasi 2,3,4, 5, 6, 7, 8 dan 9 yang diatur menggunakan NH<sub>4</sub>OH 1 M atau asam asetat 10%. Kemudian disiapkan massa kitin dan turunannya dengan variasi 1; 3; 5; 7 dan 10 (mg). Masing-masing larutan dengan variasi pH dan berat dibiarkan dengan waktu interaksi (variasi: 7,5; 15; 30; 60; 120 dan 240 menit) dengan menggunakan Shaker 200 rpm pada temperatur ruang. Kemudian larutan disaring dan filtratnya siap untuk dianalisa konsentrasi Fe dengan menggunakan AAS. Afinitas pengikatan Fe pada kitosan dan turunannya digunakan persamaan:

$$q = \frac{C_i - C_f}{m} \dots\dots\dots(12)$$

Keterangan; q = Persentase afinitas pengikatan (ppm/mg)

C<sub>i</sub> = Konsentrasi awal Fe (ppm)

C<sub>f</sub> = Konsentrasi akhir Fe (ppm)

m = Massa kitin atau turunannya (mg)

Untuk menganalisa gugus fungsi yang terikat pada kitin dan turunannya digunakan *FT-IR* dan *SEM*.

### 3.4 Tempat dan Waktu Percobaan II

Percobaan ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisik jurusan Kimia FMIPA dan Laboratorium Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan Kimia FKIP Universitas Riau selama 6 bulan (Juli s/d Oktober 2009)

### **3.5 Bahan dan Alat Percobaan II**

Kitin dan turunannya, lempengan baja lunak 2 x1 cm<sup>2</sup> dengan kode BJTP 24 (0,16 %C, 0,19% Si, 4,8% Mn, 0,16% P, 0,22% S), kertas pasir karbit silikon 100, 200 dan 400-grit, asam asetat, NH<sub>4</sub>OH, CHCl<sub>4</sub>, aseton, deterjen, air gambut (Didesa Rimbo panjang km 30 Kampar ) dan aquadest.

Sedangkan peralatan yang digunakan timbangan analitik, oven, pH meter, shaker, SEM dan peralatan gelas umum yang dipakai.

### **3.6 Prosedur kerja Percobaan II**

#### **3.6.1 Penentuan Efisiensi inhibisi Korosi**

Disiapkan lempengan baja lunak 1 x 2 cm<sup>2</sup> dan digosok permukaannya dengan kertas pasir karbit silikon 400-grit dan dibilas dengan aseton. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 40 °C selama 15 menit. Lalu disiapkan pH air gambut dengan variasi pH 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 serta siapkan kitin dan turunannya sebanyak 3 mg. Lalu spesimen direndam atau dilapisi dalam media korosif dengan variasi waktu 1, 3, 5, 7, 8, dan 9 hari pada temperatur ruang. Kemudian spesimen dibilas dengan kloroform, aseton dan dibros serta dicuci dengan air dan dikeringkan dalam oven pada 60°C. Selanjutnya spesimen ditimbang kembali dan dihitung efisiensi inhibisinya dengan menggunakan persamaan (6) dan (7).

#### **3.6.2 Penentuan jenis adsorpsi**

Disiapkan air gambut dengan pH, teknik inhibisi, waktu pencelupan dan temperatur pencelupan optimum. Kemudian disiapkan lkitin dan turunannya dengan variasi berat 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10 (mg) lalu spesimen baja dicelupkan dalam air gambut. Jenis adsorpsi ditentukan menggunakan persamaan (8), (9) dan (10).

#### **3.6.3 Penentuan energi aktivasi korosi**

Disiapkan air gambut dengan pH, teknik inhibisi, waktu pencelupan dan berat kitin dan turunannya. Lalu spesimen direndam dalam media korosif dengan variasi temperatur ( 25, 30, 35, 40, 45, dan 50 °C). Ea ditentukan dengan menggunakan persamaan (11).

## BAB III. METODE PENELITIAN

### 3.1 Tempat dan Waktu Percobaan I

Percobaan ini dilaksanakan di Laboratorium Program Studi Pendidikan Kimia Universitas Riau selama 2 bulan (April s/d Juni 2009)

### 3.2 Bahan dan Alat Percobaan I

Bahan yang digunakan adalah Kitin dan kitosan (produksi laboratorium kimia analitik IPB), asam monokloroasetat (R&M), isopropanol (J.T.Baker), etanol, natrium polifosfat (Merck), NaOH, HCl, serbuk Fe.

Sedangkan alat-alat yang digunakan adalah oven, timbangan analitik, seperangkat alat refluks, *Fourier transform Infrared spectroscopy (FT-IR)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, pH meter, *Atomic Adsorption Spectroscopy (AAS)* dan peralatan gelas yang umum dipakai.

### 3.3 Prosedur kerja Percobaan I

#### 3.3.1 Sintesis dan karakterisasi karboksimetil kitosan

##### a. Metode Zhou, *et,al*, 2006

Kitosan 5 g tambahkan isopropanol 75 mL dan tambahkan 125 mL NaOH (40%) serta diaduk dan direfluks pada 60°C selama 1 jam sambil diaduk serta tambahkan 100 mL isopropanol yang mengandung 30 gr asam monokloroasetat tetes demi tetes selama 1 jam hingga reaksi bercampur. Setelah 4 jam tambahkan 250 mL etanol (70%) untuk menghentikan reaksi. Padatan disaring dan dicuci dengan etanol 90% dan dikeringkan pada 50°C. Karboksimetil kitosan siap diakarakterisasi gugus fungsinya dengan spektroskopi *FT-IR* dan siap dipelajari interaksinya dengan Fe.

##### b. Metode Pang, *et,al*, 2007

Kitosan 1 g tambahkan NaOH 1,35 g dan pelarut (aquadest 2 mL + Isopropanol 8 mL), lalu masukkan kedalam water bath 60°C. Kemudian

tambahkan asam monokloroasetat 1,5 g yang telah dilarutkan kedalam isopropanol 2 mL dan direaksikan selama 4 jam. Reaksi dihentikan dengan menambahkan etanol 70% 20 mL. Padatan disaring dan dicuci dengan etanol 90% serta dikeringkan pada temperatur ruang dan siap dikarakterisasi dengan FTIR

### 3.3.2 Sistesis dan karakterisasi nano-partikel kitosan (Tang, *et,al*, 2007)

Kitosan 20 mg dilarutkan dalam 40 mL asam asetat 2% (v/v) dan tambahkan 20 mL natrium polifosfat 0,75 mg/mL. Kemudian campuran diaduk sampai homogen dan endapkan menggunakan sentrifus. Nano-partikel kitosan siap dikarakterisasi bentuk morfologinya dengan SEM dan dipelajari interaksinya dengan Fe.

### 3.3.3 Studi interaksi kitin dan turunannya dengan Fe

Disiapkan larutan induk Fe 1000 ppm dan larutan standar Fe (konsentrasi 1, 3, 6, dan 9 ppm) serta disiapkan pH larutan Fe dengan variasi 2,3,4, 5, 6, 7, 8 dan 9 yang diatur menggunakan NH<sub>4</sub>OH 1 M atau asam asetat 10%. Kemudian disiapkan massa kitin dan turunannya dengan variasi 1; 3; 5; 7 dan 10 (mg). Masing-masing larutan dengan variasi pH dan berat dibiarkan dengan waktu interaksi (variasi: 7,5; 15; 30; 60; 120 dan 240 menit) dengan menggunakan Shaker 200 rpm pada temperatur ruang. Kemudian larutan disaring dan filtratnya siap untuk dianalisa konsentrasi Fe dengan menggunakan AAS. Afinitas pengikatan Fe pada kitosan dan turunannya digunakan persamaan:

$$q = \frac{C_i - C_f}{m} \dots\dots\dots(12)$$

Keterangan; q = Persentase afinitas pengikatan (ppm/mg)

C<sub>i</sub> = Konsentrasi awal Fe (ppm)

C<sub>f</sub> = Konsentrasi akhir Fe (ppm)

m = Massa kitin atau turunannya (mg)

Untuk menganalisa gugus fungsi yang terikat pada kitin dan turunannya digunakan *FT-IR* dan *SEM*.

### 3.4 Tempat dan Waktu Percobaan II

Percobaan ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisik jurusan Kimia FMIPA dan Laboratorium Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan Kimia FKIP Universitas Riau selama 6 bulan (Juli s/d Oktober 2009)

### **3.5 Bahan dan Alat Percobaan II**

Kitin dan turunannya, lempengan baja lunak 2 x 1 cm<sup>2</sup> dengan kode BJTP 24 (0,16 %C, 0,19% Si, 4,8% Mn, 0,16% P, 0,22% S), kertas pasir karbit silikon 100, 200 dan 400-grit, asam asetat, NH<sub>4</sub>OH, CHCl<sub>4</sub>, aseton, deterjen, air gambut (Didesa Rimbo panjang km 30 Kampar ) dan aquadest.

Sedangkan peralatan yang digunakan timbangan analitik, oven, pH meter, shaker, SEM dan peralatan gelas umum yang dipakai.

### **3.6 Prosedur kerja Percobaan II**

#### **3.6.1 Penentuan Efisiensi inhibisi Korosi**

Disiapkan lempengan baja lunak 1 x 2 cm<sup>2</sup> dan digosok permukaannya dengan kertas pasir karbit silikon 400-grit dan dibilas dengan aseton. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 40 °C selama 15 menit. Lalu disiapkan pH air gambut dengan variasi pH 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 serta siapkan kitin dan turunannya sebanyak 3 mg. Lalu spesimen direndam atau dilapisi dalam media korosif dengan variasi waktu 1, 3, 5, 7, 8, dan 9 hari pada temperatur ruang. Kemudian spesimen dibilas dengan kloroform, aseton dan dibros serta dicuci dengan air dan dikeringkan dalam oven pada 60°C. Selanjutnya spesimen ditimbang kembali dan dihitung efisiensi inhibisinya dengan menggunakan persamaan (6) dan (7).

#### **3.6.2 Penentuan jenis adsorpsi**

Disiapkan air gambut dengan pH, teknik inhibisi, waktu pencelupan dan temperatur pencelupan optimum. Kemudian disiapkan lkitin dan turunannya dengan variasi berat 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10 (mg) lalu spesimen baja dicelupkan dalam air gambut. Jenis adsorpsi ditentukan menggunakan persamaan (8), (9) dan (10).

#### **3.6.3 Penentuan energi aktivasi korosi**

Disiapkan air gambut dengan pH, teknik inhibisi, waktu pencelupan dan berat kitin dan turunannya. Lalu spesimen direndam dalam media korosif dengan variasi temperatur ( 25, 30, 35, 40, 45, dan 50 °C). Ea ditentukan dengan menggunakan persamaan (11).

