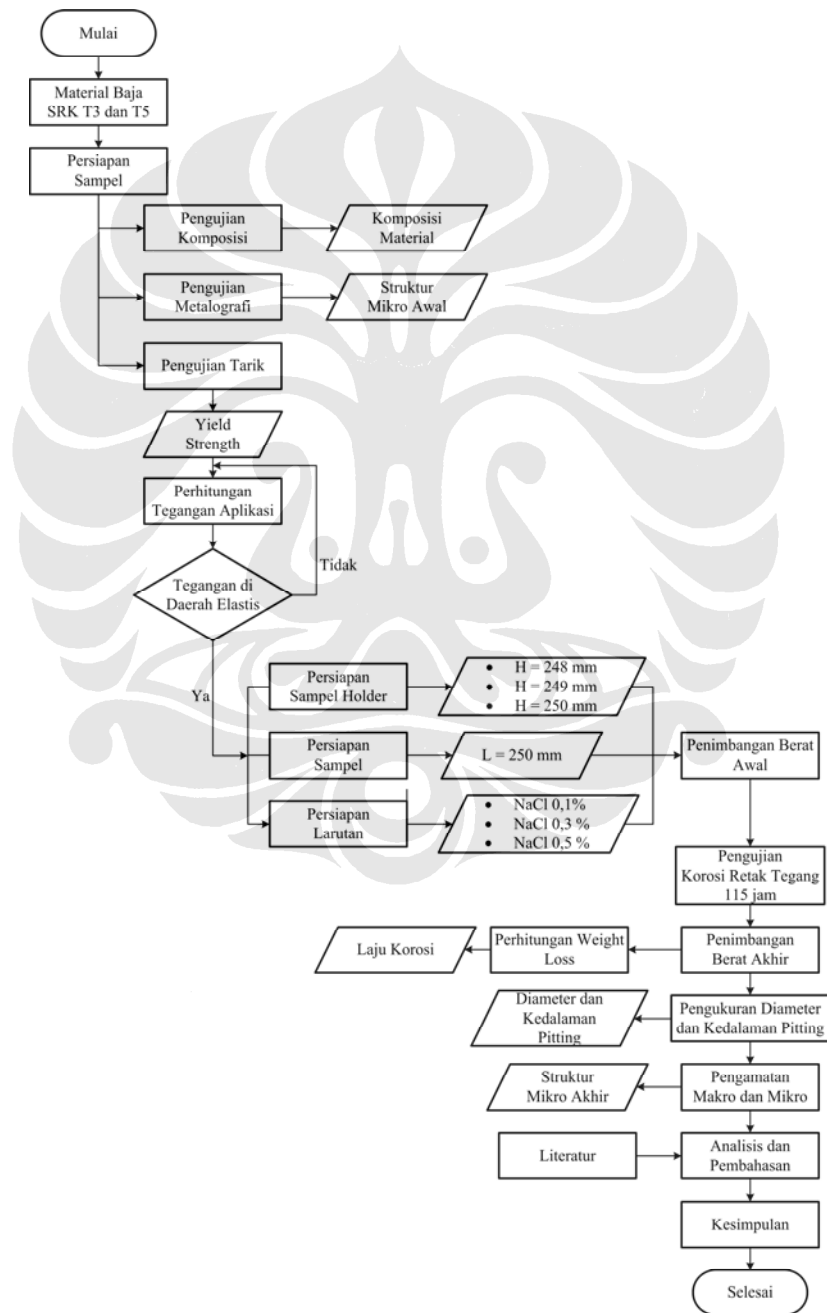


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. DIAGRAM ALIR PENELITIAN



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.2. MATERIAL YANG DIGUNAKAN

Material yang digunakan dalam pengujian korosi retak tegang ini adalah jenis baja dari spons bijih laterit X dan Y yang tergolong dalam jenis *low carbon steel* hasil produksi PT Krakatau Steel.

3.3. BAHAN PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah NaCl 0,1%, 0,3% dan 0,5% dalam air suling untuk menciptakan lingkungan yang korosif.

3.4. ALAT YANG DIGUNAKAN

1. Alat yang digunakan pada pengujian ini antara lain:
2. Mesin uji tarik Shimadzu
3. Mikroskop optik
4. *Measurement microscope*
5. Kamera digital
6. *Spectrometry*
7. Timbangan digital
8. Beaker glass
9. Alat pemotong pelat
10. Wadah atau ember
11. pH meter

3.5. PREPARASI SAMPEL

Pemilihan benda uji harus dilakukan secara selektif dan ditentukan terlebih dahulu arah pengambilan sampel sebelum dipotong supaya diperoleh data yang representatif dan mewakili karakteristik material yang akan diuji.

Kondisi pengujian diatur sehingga tegangan aplikasi yang diberikan terhadap material uji dapat mewakili arah pembebanan yaitu berdasarkan arah roll material. Pada pengujian kali ini, arah roll dibuat sama untuk seluruh material, sehingga faktor yang menjadi perhatian berikutnya adalah komposisi dari material yang akan menentukan kekuatan material tersebut.

Langkah pertama yang dilakukan adalah melakukan pengujian komposisi untuk memperoleh data spesifik dari komposisi material yang digunakan. Setelah itu dilakukan pengujian tarik untuk memperoleh grafik tegangan-regangan material. Dari grafik tegangan-regangan tersebut dapat kita tentukan tegangan luluh serta modulus elastisitas material (*Modulus Young*). Nilai-nilai tersebut yang kemudian menjadia acuan dalam menentukan besarnya tegangan yang diberikan pada saat pengujian korosi retak tegang dimana tegangan yang diberikan harus dalam batas elastis material atau dibawah titik luluh material. Nilai-nilai tersebut dimasukkan ke dalam rumus yang terdapat pada standar ASTM G39 sehingga didapatkan tegangan aplikasi pada pengujian korosi retak tegang.

Langkah selanjutnya adalah mengukur berat awal dan akhir sampel yang diuji untuk membandingkan perubahan berat yang dialami oleh sampel sebelum dan setelah pengujian. Melalui perbandingan ini akan didapatkan nilai kecepatan korosi material dengan perhitungan rumus kecepatan korosi yang ada dimana analisis dilakukan dengan membandingkan bahwa semakin besar tegangan aplikasi dan konsentrasi larutan elektrolit korosif yang digunakan akan meningkatkan kecepatan korosi material. Langkah terakhir yang dilakukan yaitu pengujian metalografi untuk melihat dan membuktikan terjadinya korosi batas butir pada material dan terjadi *pitting*.

Pengujian korosi retak tegang kali ini menggunakan metode celup dimana material uji diberikan tegangan yang berbeda-beda dengan menggunakan metode *bent-beam specimen* kemudian direndam dalam larutan NaCl yang memiliki konsentrasi yang berbeda. Pada saat preparasi pengujian korosi retak tegang, ditentukan terlebih dahulu panjang dan tebal sampel uji yang akan digunakan, kemudian ditentukan pula panjang *specimen holder* serta besar sudut yang dihasilkan pada saat sampel diletakkan pada *specimen holder*. Dari perhitungan variabel-variabel tersebut maka akan diperoleh regangan yang dihasilkan dari pengujian korosi retak tegang dan selanjutnya dikonversi ke dalam grafik tegangan-regangan yang diperoleh dari pengujian tarik.

Sebelum dilakukan beberapa pengujian, dilakukan pemotongan sampel menggunakan alat pemotong pelat berdasarkan ukuran-ukuran tertentu yang

dibutuhkan dari masing-masing pengujian. Pemotongan spesimen dilakukan untuk preparasi beberapa pengujian, antara lain:

1. Uji tarik
2. Uji komposisi
3. Uji metalografi
4. Uji korosi retak tegang

3.5.1. Preparasi Sampel Uji Tarik

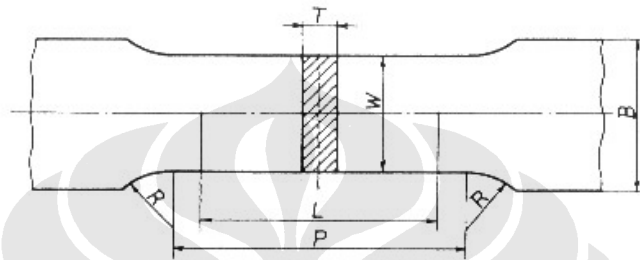
Langkah pertama yang dilakukan adalah menentukan ukuran sampel uji tarik yang akan dibuat berdasarkan ketebalan dan bentuk material yang digunakan. Penentuan ukuran sampel ini juga harus mengacu pada standar yang telah ditetapkan untuk pengujian tarik dimana pada pengujian tarik kali ini menggunakan standar JIS untuk uji tarik. Berdasarkan analisis ketebalan yang ada, yaitu sekitar 0,4-0,5 mm dan bentuk sampel yang berupa pelat atau lembaran, maka dapat ditentukan jenis ukuran sampel yang akan digunakan dari tabel standar JIS yang telah ada sebagai berikut:

Tabel 3.1. Pembagian penggunaan sampel uji

Material		Test piece		Remarks
Form	Dimensions	Proportional	Non-proportional	
Sheet, plate, shape, strip	Over 40 mm in thickness	No. 14A	No. 4, No. 10	For bar form test piece
		No. 14B	-	For flat form test piece
	Over 20 mm up to and incl. 40 mm in thickness	No. 14A	No. 4, No. 10	For bar form test piece
	Over 6 mm up to and incl. 20 mm in thickness	No. 14B	No. 1A	For flat form test piece
	Over 3 mm up to and incl. 6 mm in thickness		No. 1A, No. 5	
	3 mm or less in thickness	-	No. 5, No. 13A, No. 13B	
Bar	-	No. 2 No. 14A	No. 4, No. 10	-
Wire	-	-	No. 9A, No. 9B	-
Pipe	Pipe of small outside dia.	No. 14C	No. 11	For tubular form test piece
	50 mm or less in outside dia.	No. 14B	No. 12A	For arc section test piece
	Over 50 mm up to and incl. 170 mm in outside dia.		No. 12B	
	Over 170 mm in outside dia.		No. 12C	
	200 mm or over in outside dia.	No. 14B	No. 5	For flat form test piece or arc section test piece

	Thick wall pipe	No. 14A	No. 4	For bar form test piece
Casting	-	-	No. 4, No. 10	-
	-		No. 8A, No. 8B No. 8C, No. 8D	To be used when elongation value is not require. To be taken from test coupon casted for test piece
Forging	-	No. 14A	No. 4, No. 10	-

Sumber: JIS Standard



Unit : mm

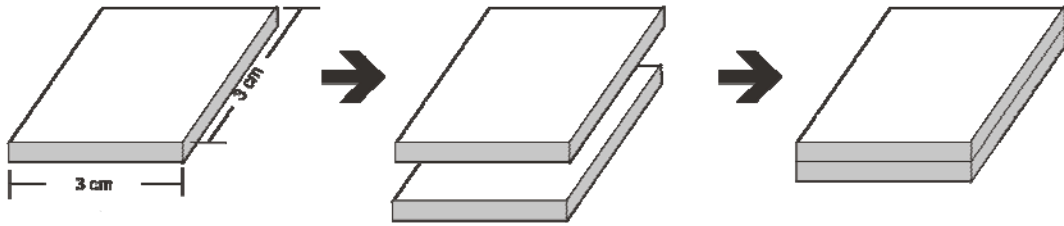
Width W	Gauge length L	Parallel length P	Radius of fillet R	Thickness T
25	50	60 approx.	15 min.	Thickness of material

Gambar 3.2 Skematis sampel uji tarik.

Setelah material dipotong menjadi bentuk yang sesuai dengan standar pengujian tarik, bagian pinggir sampel dikikir atau diampelas, khususnya pada bagian *gauge length* supaya material menjadi rata dan menghindari adanya konsentrasi tegangan yang dapat menimbulkan *initial crack*. Adanya konsentrasi tegangan dapat menyebabkan data hasil pengujian menjadi tidak representatif.

3.5.2. Preparasi Sampel Uji Komposisi

Pelat material dipotong sehingga mendapatkan ukuran $3 \times 3 \text{ cm}^2$. Karena material yang digunakan memiliki ketebalan yang sangat tipis (0,4-0,5 mm), maka supaya dapat dianalisis komposisinya, penguji menggunakan dua buah pelat dengan ukuran dan jenis yang sama dan kemudian disatukan sehingga diperoleh sampel uji komposisi dengan ketebalan dua kali lipat material.



Gambar 3.3 Sampel uji komposisi

Setelah sampel uji komposisi dibuat, sampel kemudian dilihat komposisinya dengan menggunakan *spectrometry* dengan mengambil beberapa titik pengujian sehingga diperoleh data rata-rata komposisi material.

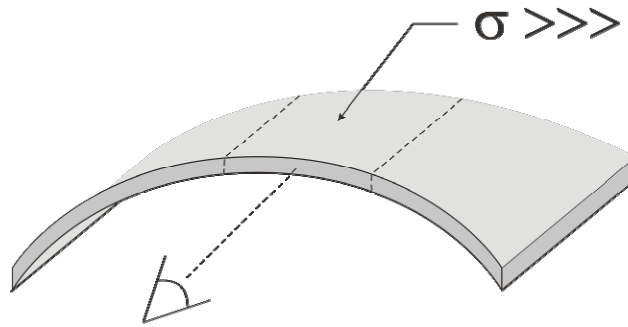
3.5.3. Preparasi Sampel Uji Metalografi

Setelah itu dilakukan pengujian metalografi terhadap material yang akan diuji korosi retak tegang untuk mendapatkan perbandingan awal antara mikrostruktur material sebelum pengujian korosi retak tegang dengan sesudah pengujian.



Gambar 3.4 Sampel uji metalografi

Bagian yang diuji metalografi dan diamati mikrostrukturnya adalah pada bagian ketebalan material. Hal ini diambil dengan asumsi bahwa setelah pengujian korosi retak tegang akan terdapat *pitting* pada material serta terjadi korosi jenis *intergranular* maupun *transgranular* yang retakannya menembus ketebalan material. Hal ini dikarenakan pada puncak defleksi saat pengujian korosi retak tegang, tegangan aplikasi mencapai puncaknya sehingga diprediksi di daerah tersebut akan terjadi *pitting* dan *cracking*.



Gambar 3.5 Lokasi pengambilan sampel dan pengamatan mikrostruktur

Beberapa tahapan preparasi yang dilakukan sebelum pengujian metalografi antara lain:

1. Sampel dipotong dengan ukuran $2 \times 1 \text{ cm}^2$ menggunakan gunting pelat dengan arah pemotongan sebesar 90° dari arah roll material.
2. Material di-*mounting* dengan *castable mounting* melalui penambahan *resin* dan *hardener* supaya material yang akan diuji dapat dipegang dengan mudah sebab material yang diuji bentuknya cukup kecil
3. Melakukan pengamplasan untuk menghaluskan dan meratakan beberapa bagian dengan SiC berukuran grit 60, 80, 240, 400, 600, 800, 1000, dan 1500.
4. Pemolesan material dengan menggunakan alumina untuk mendapatkan permukaan uji sekilau kaca
5. Pengetsaan dengan menggunakan nital 2% agar batas butir terlihat

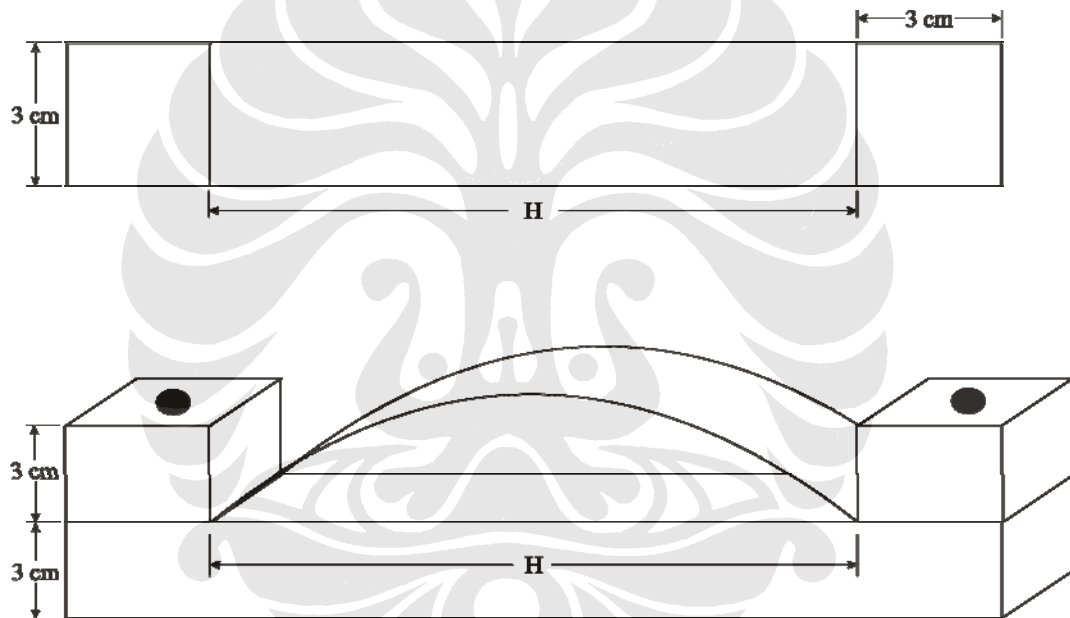
3.5.4. Preparasi Sampel Uji Korosi Retak Tegang

Dalam pengujian korosi retak tegang, korosi yang terjadi karena pengaruh tegangan yang diberikan dan lingkungan yang korosif akan diamati. Oleh karena itu sebelum dilakukan pengujian, permukaan material harus bebas goresan agar tidak terjadi konsentrasi tegangan dan diperlukan penghalusan permukaan sampel dengan menggunakan amplas (silikon karbida) agar permukaan material tidak dipengaruhi oleh faktor lain seperti permukaan yang terkena oksidasi sebelum pengujian maupun adanya daerah yang dapat menjadi konsentrasi tegangan.

3.5.4.1. Pembuatan Specimen Holder

Holder yang dibuat disesuaikan dengan standar pengujian *Bent-Beam Stress-Corrosion Test* dari ASTM G39-99. *Specimen holder* dibuat dari material yang dapat bertahan dari pengaruh lingkungan tanpa berubah bentuk. Oleh karena itu dipilih material dari kayu karena tidak bereaksi dengan larutan dan logam yang akan digunakan serta mampu menahan tegangan yang ditimbulkan dari pengujian korosi retak tegang.

Dimensi *specimen holder* dimodifikasi sedemikian rupa sesuai dengan besar tegangan aplikasi yang dikehendaki dengan merubah panjang dari *specimen holder* tersebut. Pada *two point loaded specimen*, tegangan maksimum terjadi pada bagian tengah spesimen dan minimum pada bagian ujung spesimen.



Gambar 3.6 Sketsa dan ukuran *specimen holder*

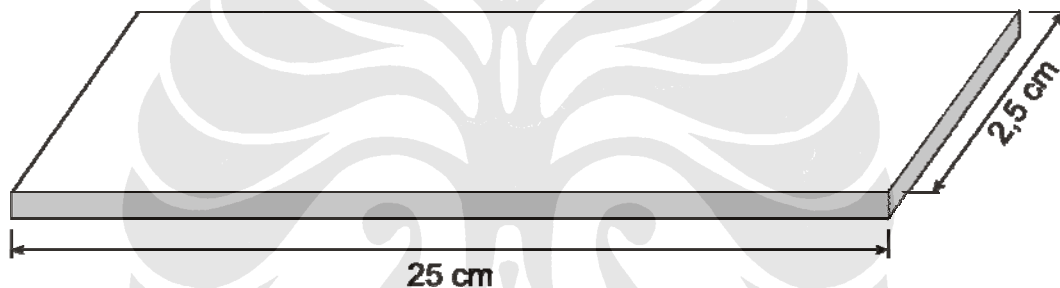
3.5.4.2. Penghitungan Tegangan Aplikasi

Sebelumnya kita harus menentukan terlebih dahulu besarnya tegangan aplikasi yang akan diberikan terhadap sampel pada saat pengujian berlangsung. Tegangan aplikasi ditentukan berdasarkan dimensi sampel yang digunakan (ketebalan dan panjang sampel) serta ukuran *specimen holder* yang dipakai. Dari perbandingan faktor-faktor tersebut, kita dapat mengetahui berapa besarnya regangan yang dihasilkan dengan memasukkan nilai-nilai seperti besarnya sudut

yang terbentuk, panjang specimen holder, panjang sampel dan lain-lain ke dalam persamaan uji *two point bent-beam specimen*.

Persamaan yang digunakan dalam menghitung tegangan aplikasi hanya valid untuk tegangan yang berada di bawah batas elastis dari material yang digunakan. Pada tegangan yang berada di atas batas elastis, namun masih di bawah kekuatan luluh (0,2 % offset) hanya menghasilkan kesalahan yang kecil dari penggunaan persamaan tersebut.. Persamaan tersebut tidak boleh dipakai untuk tegangan yang berada di atas kekuatan luluh material.

Pada pengujian kali ini, spesimen yang memiliki ketebalan antara lain 0,55 mm untuk material jenis X dan 0,4 mm untuk jenis Y, dipotong menjadi beberapa bagian sehingga mendapatkan sampel uji dengan ukuran panjang 25 cm dan lebar 2,5 cm.



Gambar 3.7 Sampel uji korosi retak tegang

Spesimen ini dapat digunakan untuk material yang tidak berdeformasi secara plastis ketika dibending dengan $(L-H)/H = 0.01$. Spesimen harus sekitar 25 – 254 mm flat strip dipotong untuk panjang yang tepat untuk mendapatkan tegangan yang diinginkan setelah bending.

Sebelumnya dilakukan *trial and error* dimana sampel yang telah dipotong dengan ukuran 25 cm x 2,5 cm dipasang pada *specimen holder* yang memiliki jarak antara 23 hingga 24,9 cm. Dari hasil *trial and error* tersebut, maka dihitung besarnya sudut defleksi yang dihasilkan dari pemasangan material uji pada masing-masing *specimen holder*.

Perhitungan tegangan elastis pada *spesimen two point loaded* diperoleh dari analisa besarnya sudut defleksi ke dalam persamaan 7. Setelah itu nilai regangan yang dihasilkan kemudian dimasukkan ke dalam persamaan 9 untuk mendapatkan besarnya tegangan aplikasi.

Melalui hasil analisa matematika pada persamaan 9 maka hubungan antar ϵ (regangan) yang dihasilkan dari pengujian korosi retak tegang dan *modulus young* material yang dihasilkan dari pengujian tarik kemudian akan menunjukkan nilai tegangan aplikasi pada masing-masing material.

3.5.4.3. Preparasi Kondisi Permukaan

Sebelum dilakukan pengujian korosi retak tegang, kondisi permukaan material harus dipersiapkan sebaik mungkin supaya nantinya tidak mempengaruhi hasil pengujian dari beberapa material.

Bagian permukaan dan tepi material dihaluskan dengan menggunakan amplas berukuran 240, 400 dan 600 grit untuk membersihkan dan menghilangkan lapisan oksida material yang telah terbentuk sebelumnya. Selain itu juga bertujuan untuk meratakan bagian-bagian yang melengkung atau tidak rata yang dihasilkan dari proses pemotongan. Hal ini dilakukan untuk meminimalkan tegangan sisa yang disebabkan proses machining. Bagian tepi atau ujung harus dimachining untuk menghilangkan *cold work* dari hasil pemotongan sebelumnya.

Setelah preparasi permukaan, sampel disimpan dalam wadah khusus yang tertutup rapat dimana sebelumnya telah diletakkan *silica gel* di dalamnya untuk mengurangi kandungan uap air yang ada di dalam wadah, karena dengan adanya kandungan uap air meskipun sedikit akan mempengaruhi permukaan material nantinya, dimana akan terbentuk kembali lapisan oksida yang merupakan hasil reaksi antara uap air dengan material.

3.6. PEMBUATAN LARUTAN

3.6.1. Pembuatan Larutan NaCl 0,1%, 0,3% dan 0,5%

Tujuan dari pengujian korosi retak tegang adalah untuk melihat peristiwa korosi pada material uji dengan jenis berbeda pada lingkungan yang korosif dan tegangan yang berbeda pula. Pengujian ini menggunakan lingkungan NaCl 0,1% yaitu dengan cara memasukkan 1 gram NaCl dalam 1 liter air. Karena 1 liter air dapat dikonversikan memiliki berat 1000 gram, sehingga didapatkan masa jenis air 1000 g/l. Volume air yang diperlukan untuk merendam keseluruhan bagian

sampel pada pengujian kali ini sebanyak 1,5 liter, sehingga banyaknya NaCl yang dibutuhkan:

- Perhitungan NaCl = $\frac{1 \text{ gram NaCl}}{1000 \text{ gram air}} = 0,1\% \text{ NaCl}$
- Banyaknya NaCl yang dibutuhkan,
 $\frac{1 \text{ gram NaCl}}{1000 \text{ gram air}} = \frac{x \text{ gram NaCl}}{1500 \text{ gram air}}$

$$x = 1,5 \text{ gram NaCl}$$

Begitu pula seterusnya, untuk mendapatkan kadar NaCl 0,3% dan 0,5% diperoleh dengan memasukkan masing-masing 4,5 gram dan 7,5 gram NaCl ke dalam 1,5 liter air.

3.6.2. Pembuatan Zat Etsa Nital 2%

Untuk melihat batas butir dari material uji, maka digunakan nital 2% karena material yang digunakan termasuk ke dalam golongan baja karbon. Nital merupakan hasil pencampuran dari asam nitrat pekat, HNO_3 , dengan alkohol.

HNO_3 pekat diambil sebanyak 2 ml dari kadar yang tersedia, misal pada persiapan kali ini digunakan HNO_3 yang memiliki kadar 60%, sehingga volume HNO_3 yang diperlukan: $\frac{100}{60} \times 2 \text{ ml} = 3,33 \text{ ml } \text{HNO}_3$ atau sebanyak 17 tetes dengan asumsi bahwa satu tetes setara dengan 0,2 ml larutan.

Kemudian alkohol yang memiliki kadar 96% diambil sebanyak 98 ml lalu dicampurkan bersama larutan HNO_3 pekat yang telah dipersiapkan tadi ke dalam satu cawan.

Jika ternyata pada saat pengetsaan batas butir yang terlihat kurang jelas, maka ada beberapa alternatif yang dapat dilakukan, antara lain menambah waktu pencelupan sampel ke dalam zat etsa atau menambah larutan HNO_3 kurang lebih 0,6-1 ml atau setara dengan 3-5 tetes.

3.7. PENGUJIAN KOROSI RETAK TEGANG

3.7.1. Pencelupan Sampel dalam Lingkungan korosif

Pertama siapkan wadah yang akan digunakan sebagai tempat merendam sampel uji korosi retak tegang. Kemudian masukkan larutan NaCl yang telah dipersiapkan sebelumnya. Atur posisi material seperti Gambar 3.8.



Gambar 3.8 Susunan sampel pengujian korosi retak tegang

Pastikan seluruh bagian sampel terendam serta tutup wadah rapat-rapat dan rekatkan selotip di sekeliling wadah untuk mencegah pengaruh udara dari luar. Perendaman dilakukan selama 115 jam dimana setiap 24 jam dilakukan pemotretan pada permukaan sampel untuk melihat perkembangan peristiwa korosi yang terjadi.

3.7.2. Preparasi, Pembersihan dan Evaluasi Spesimen Uji Korosi

Setelah waktu pencelupan selesai, sampel hasil pengujian korosi retak tegang harus dipersiapkan terlebih dahulu untuk menghilangkan produk korosi yang terbentuk selama pengujian berlangsung. Hal ini dilakukan sebelum dilakukan penimbangan berat akhir sehingga diperoleh data yang akurat.

Preparasi dan pembersihan sampel dilakukan dengan mengacu pada standar ASTM G1-03 *Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens*. Larutan yang digunakan merupakan campuran dari

HCl, Sb_2O_3 dan $SnCl_2$ dengan kadar sesuai dengan standar yang telah ditentukan dari tabel berikut.

Tabel 3.2. Prosedur Pembersihan Kimia untuk Menghilangkan Produk Korosi[15]

Designation	Material	Solution	Time	Temperature	Remarks
C.1.1	Aluminum and Aluminum Alloys	50 mL phosphoric acid (H_3PO_4 , sp gr 1.69) 20 g chromium trioxide (CrO_3) Reagent water to make 1000 mL	5 to 10 min	90°C to Boiling	If corrosion product films remain, rinse, then follow with nitric acid procedure (C.1.2).
C.1.2		Nitric acid (HNO_3 , sp gr 1.42)	1 to 5 min	20 to 25°C	Remove extraneous deposits and bulky corrosion products to avoid reactions that may result in excessive removal of base metal.
C.2.1	Copper and Copper Alloys	500 mL hydrochloric acid (HCl, sp gr 1.19) Reagent water to make 1000 mL	1 to 3 min	20 to 25°C	Deaeration of solution with purified nitrogen will minimize base metal removal.
C.2.2		4.9 g sodium cyanide (NaCN) Reagent water to make 1000 mL	1 to 3 min	20 to 25°C	Removes copper sulfide corrosion products that may not be removed by hydrochloric acid treatment (C.2.1).
C.2.3		100 mL sulfuric acid (H_2SO_4 , sp gr 1.84) Reagent water to make 1000 mL	1 to 3 min	20 to 25°C	Remove bulky corrosion products before treatment to minimize copper redeposition on specimen surface.
C.2.4		120 mL sulfuric acid (H_2SO_4 , sp gr 1.84) 30 g sodium dichromate ($Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$) Reagent water to make 1000 mL	5 to 10 s	20 to 25°C	Removes redeposited copper resulting from sulfuric acid treatment.
C.2.5		54 mL sulfuric acid (H_2SO_4 , sp gr 1.84) Reagent water to make 1000 mL	30 to 60 min	40 to 50°C	Deaerate solution with nitrogen. Brushing of test specimens to remove corrosion products followed by re-immersion for 3 to 4 s is recommended.
C.3.1	Iron and Steel	1000 mL hydrochloric acid (HCl, sp gr 1.19) 20 g antimony trioxide (Sb_2O_3) 50 g stannous chloride ($SnCl_2$)	1 to 25 min	20 to 25°C	Solution should be vigorously stirred or specimen should be brushed. Longer times may be required in certain instances.
C.3.2		50 g sodium hydroxide (NaOH) 200 g granulated zinc or zinc chips Reagent water to make 1000 mL	30 to 40 min	80 to 90°C	Caution should be exercised in the use of any zinc dust since spontaneous ignition upon exposure to air can occur.
C.3.3		200 g sodium hydroxide (NaOH) 20 g granulated zinc or zinc chips Reagent water to make 1000 mL	30 to 40 min	80 to 90°C	Caution should be exercised in the use of any zinc dust since spontaneous ignition upon exposure to air can occur.
C.3.4		200 g diammonium citrate ($(NH_4)_2HC_6H_7O_7$) Reagent water to make 1000 mL	20 min	75 to 90°C	Depending upon the composition of the corrosion product, attack of base metal may occur.
C.3.5		500 mL hydrochloric acid (HCl, sp gr 1.19) 3.5 g hexamethylene tetramine Reagent water to make 1000 mL	10 min	20 to 25°C	Longer times may be required in certain instances.
C.3.6		Molten caustic soda (NaOH) with 1.5–2.0 % sodium hydride (NaH)	1 to 20 min	370°C	For details refer to Technical Information Bulletin SP29-370, "DuPont Sodium Hydride Descaling Process Operating Instructions."

Sumber : ASTM G1-03 Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimen

Setelah proses pembersihan sampel selesai, sampel kemudian dikeringkan dengan menggunakan *hairdryer* lalu ditimbang dengan menggunakan timbangan digital untuk mengetahui berat akhir sampel. Dari data berat yang hilang dapat ditentukan laju korosi material dalam satuan *milimetres per year* (mm/y).