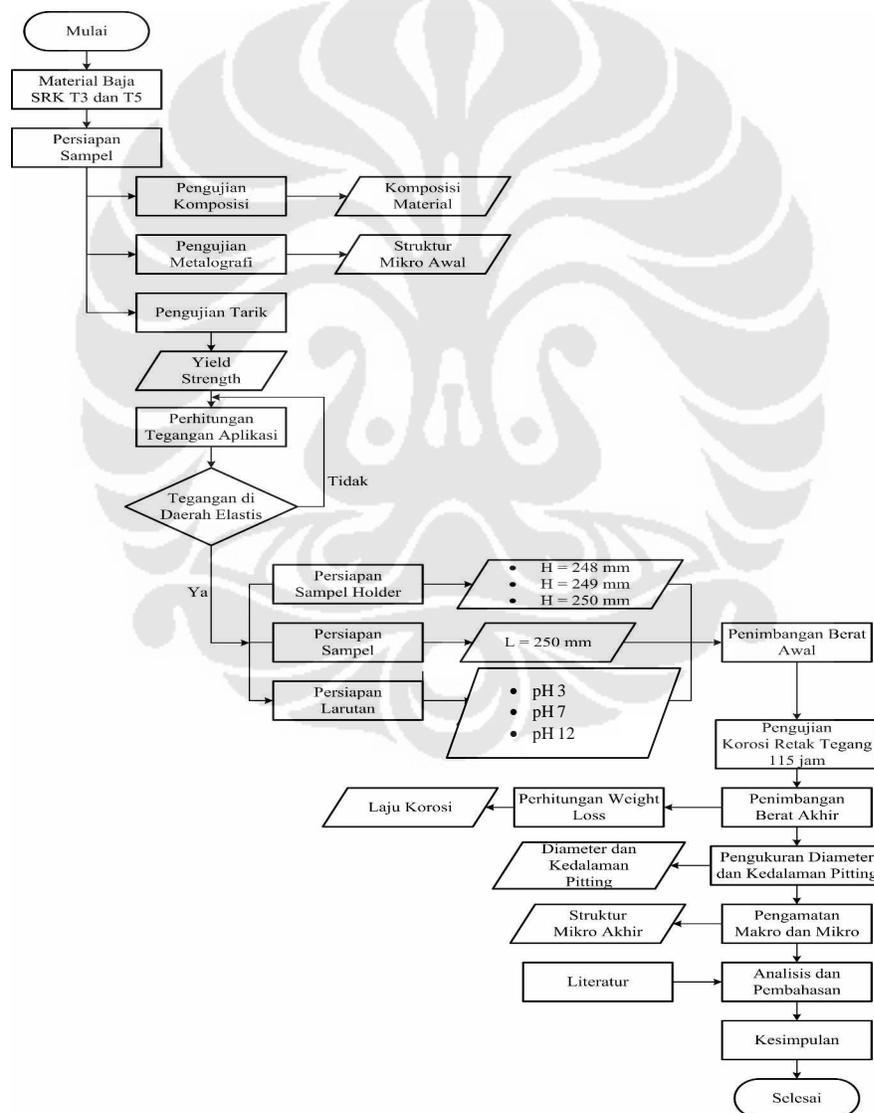


BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian.

3.2 MATERIAL YANG DIGUNAKAN

Material yang digunakan dalam pengujian korosi ini adalah jenis baja SRK T3 dan T5 yang tergolong dalam jenis *low carbon steel* hasil produksi PT Krakatau Steel.

3.3 BAHAN PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan NaCl 0,1%, H₂SO₄ dan NaOH dalam air suling untuk menciptakan lingkungan yang korosif.

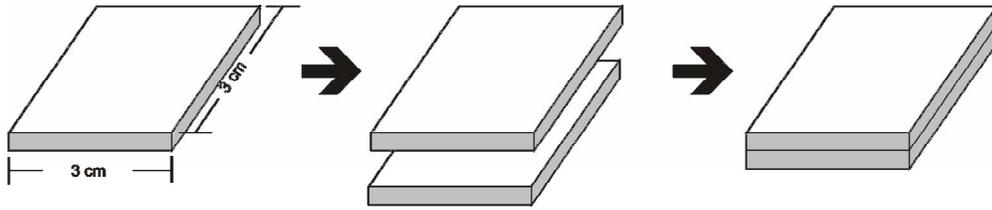
3.4 ALAT YANG DIGUNAKAN

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

3.6 PROSEDUR KERJA

3.5.1 Preparasi Sampel Uji Komposisi

Pelat material dipotong sehingga mendapatkan ukuran 3x3 cm². 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 3.2. 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.

3.5.2 Preparasi Sampel Uji Tarik

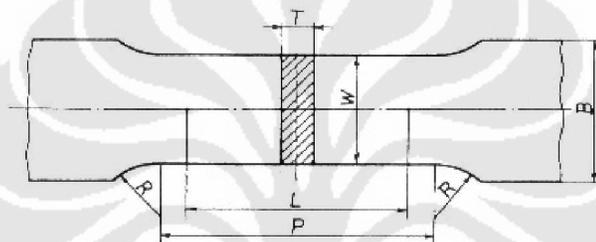
Langkah pertama yang dilakukan adalah menentukan ukuran sampel uji tarik yang akan dibuat berdasarkan ketebalan dan bentuk material yang digunakan. Penentuan ukuran sampel ini juga harus mengacu pada standar yang telah ditetapkan untuk pengujian tarik dimana pada pengujian tarik kali ini menggunakan 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. Standar Uji Tarik JIS

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
		No. 14B	No. 1A	For flat form test piece
	Over 6 mm up to and incl. 20 mm in thickness	No. 14B	No. 1A, No. 5	
	Over 3 mm up to and incl. 6 mm in thickness		No. 5, No. 13A,	
	3 mm or less in thickness	-	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	Gauge length	Parallel length	Radius of fillet	Thickness
W	L	P	R	T
25	50	60 approx.	15 min.	Thickness of material

Gambar 3.3. Spesimen uji tarik no. 5.

Setelah material dipotong menjadi bentuk yang sesuai dengan standar pengujian tarik, bagian pinggir sampel dikikir atau diamplas, 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.

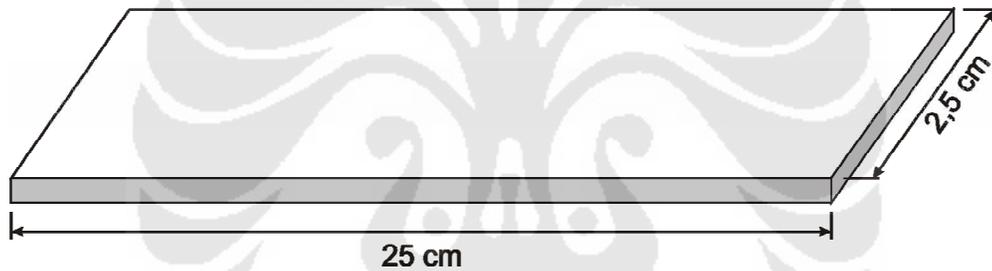
3.5.3 Penghitungan Tegangan Aplikasi

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 T3 dan 0,4 mm untuk jenis T5, dipotong menjadi beberapa bagian sehingga mendapatkan sampel uji dengan ukuran panjang 25 cm dan lebar 2,5 cm.



Gambar 3.4. 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*.

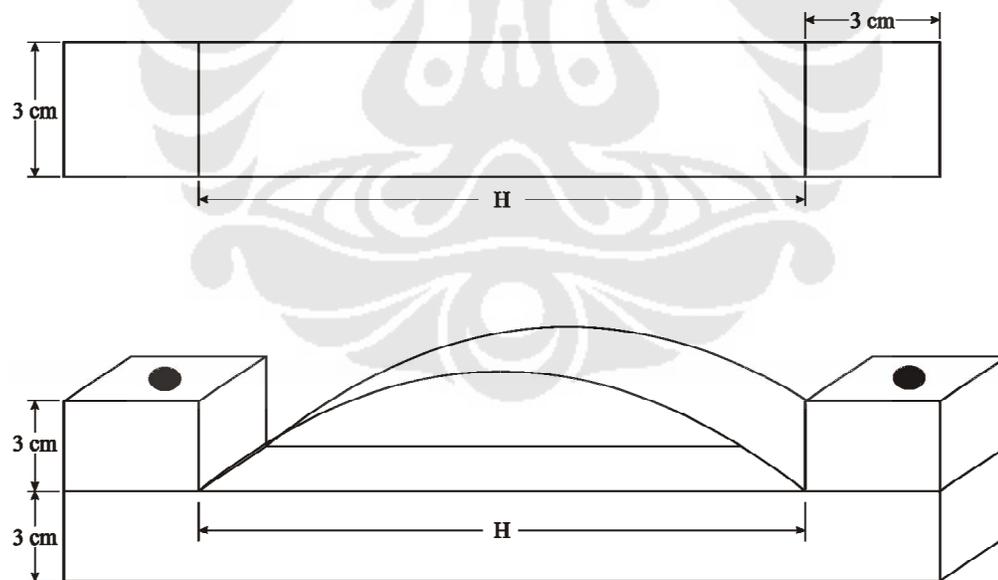
Perhitungan tegangan elastis pada *specimen two point loaded* diperoleh dari analisa besarnya sudut defleksi ke dalam persamaan 2.4. Setelah itu nilai regangan dihasilkan dari persamaan 2.1. Melalui hasil analisa matematika pada

persamaan 2.3 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 Pembuatan Sampel 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 mengubah panjang dari *specimen holder* tersebut. Pada *two point loaded specimen*, tegangan maksimum terjadi pada bagian tengah spesimen dan minimum pada bagian ujung spesimen.



Gambar 3.5. Sketsa dan ukuran sampel *holder*.

3.5.5 Preparasi Permukaan Sampel

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.

3.5.6 Pembuatan Larutan

3.5.6.1 Larutan NaCl 0,1%

Larutan NaCl 0,1% digunakan sebagai larutan dasar. Larutan NaCl 0,1 % dibuat dalam volume 1,5 liter. Pembuatan larutan ini adalah dengan cara memasukkan 1,5 gram garam NaCl ke dalam 1,5 liter air suling. Karena massa jenis air adalah 1g/ml, maka perhitungan pembuatan larutan ini adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{Perhitungan NaCl} &= \frac{1,5 \text{ gram}}{1500 \text{ ml}} \times 100\% && (\text{massa jenis air} = 1 \text{ g/ml}) \\ &= \frac{1,5 \text{ gram}}{1500 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 0,1\% \text{ NaCl} \end{aligned}$$

3.5.6.2 Larutan pH Asam (pH 3)

Larutan pH asam dibuat dengan mencampurkan larutan H₂SO₄ dengan larutan NaCl 0,1% dalam volume 1,5 liter. Larutan H₂SO₄ ditambahkan ke dalam larutan NaCl 0,1%, dan diukur pH-nya dengan menggunakan pH meter. Penambahan H₂SO₄ dihentikan setelah pH larutan mencapai nilai 3. Perhitungan volume H₂SO₄ yang digunakan adalah sebagai berikut:

- Perhitungan konsentrasi H⁺

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$$

$$-\log [\text{H}^+] = 3$$

$$[\text{H}^+] = 10^{-3}$$

- Perhitungan volume H₂SO₄

$$M = \frac{\text{mol}}{\text{volume}}$$

$$\begin{aligned} \text{mol H}_2\text{SO}_4 &= [\text{H}^+] \times \text{volume} \\ &= 10^{-3} \times 1500 \text{ ml} \\ &= 1,5 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{massa H}_2\text{SO}_4 &= \text{mol H}_2\text{SO}_4 \times \text{Mr H}_2\text{SO}_4 \\ &= 1,5 \text{ mmol} \times 98 \text{ g/mol} \\ &= 0,147 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{volume H}_2\text{SO}_4 &= \frac{m}{\rho} \\ &= \frac{0,147 \text{ g}}{1,84 \text{ g/l}} \\ &= 79,89 \text{ ml} \end{aligned}$$

3.5.6.3 Larutan pH Basa (pH 12)

Larutan pH basa dibuat dengan mencampurkan NaOH dengan larutan NaCl 0,1% dalam volume 1,5 liter. NaOH ditambahkan ke dalam larutan NaCl 0,1%, dan diukur pH-nya dengan menggunakan pH meter. Penambahan NaOH dihentikan setelah pH larutan mencapai nilai 12. Perhitungan massa NaOH yang digunakan adalah sebagai berikut:

- Perhitungan konsentrasi OH⁻

$$pOH = 14 - pH$$

$$pOH = 14 - 12$$

$$pOH = 2$$

$$pOH = -\log [OH^-]$$

$$[OH^-] = 10^{-2}$$

- Perhitungan massa NaOH

$$M = \frac{mol}{volume}$$

$$mol \text{ NaOH} = [OH^-] \times volume$$

$$= 10^{-2} \times 1500 \text{ ml}$$

$$= 15 \text{ mmol}$$

$$massa \text{ NaOH} = mol \text{ NaOH} \times Mr \text{ NaOH}$$

$$= 15 \text{ mmol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 6 \text{ gram}$$

3.5.6.4 Larutan 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, HNO₃, dengan alkohol.

HNO₃ pekat diambil sebanyak 2 ml dari kadar yang tersedia, misal pada persiapan kali ini digunakan HNO₃ yang memiliki kadar 60%, sehingga volume HNO₃ yang diperlukan: $\frac{100}{60} \times 2 \text{ ml} = 3,33 \text{ ml HNO}_3$ 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 HNO₃ 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 HNO₃ kurang lebih 0,6-1 ml atau setara dengan 3-5 tetes.

3.5.7 Pengujian Korosi

3.5.7.1 Pencelupan sampel dalam lingkungan korosif

Pertama siapkan wadah yang akan digunakan sebagai tempat merendam sampel uji korosi. Kemudian masukkan larutan korosif yang telah dipersiapkan sebelumnya. Atur posisi material seperti **Gambar 3.6**.



Gambar 3.6. Susunan sampel pengujian korosi.

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.

3.5.7.2 Evaluasi sampel dan pengujian metalografi hasil uji korosi

Setelah waktu pencelupan selesai, sampel hasil pengujian korosi 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, Sb₂O₃ dan SnCl₂ dengan kadar sesuai dengan standar yang telah ditentukan dari tabel berikut.

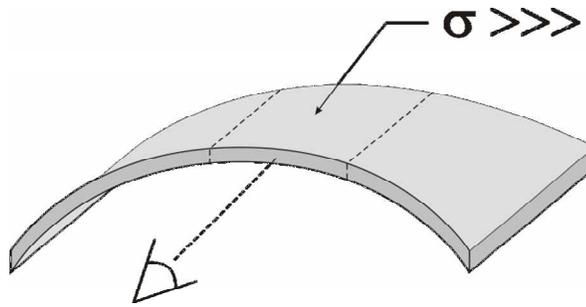
Tabel 3.2. Prosedur Pembersihan Kimia Untuk Menghilangkan Produk Korosi

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). Setelah penimbangan selesai, maka dilakukan pemotongan sampel pada daerah yang ingin diamati karakteristik *pitting*-nya.

Bagian yang diamati dan diuji metalografi adalah pada bagian ketebalan material. Hal ini diambil dengan asumsi bahwa setelah pengujian korosi 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, tegangan aplikasi mencapai puncaknya sehingga diprediksi di daerah tersebut akan terjadi *pitting* dan *cracking*.



Gambar 3.7. Daerah pengamatan mikrostruktur pada sampel.

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.