

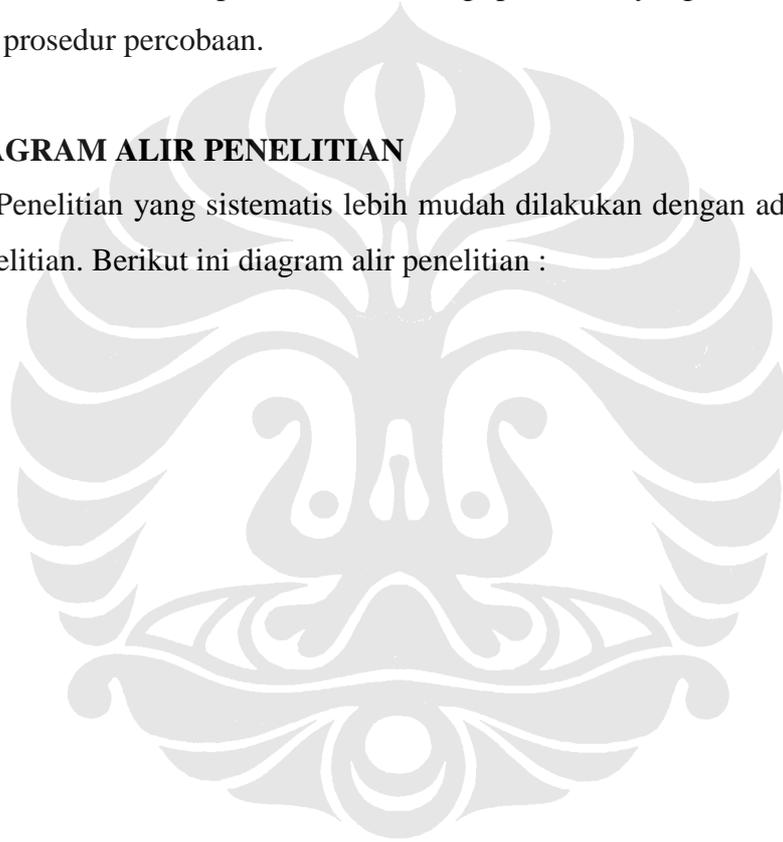
BAB III

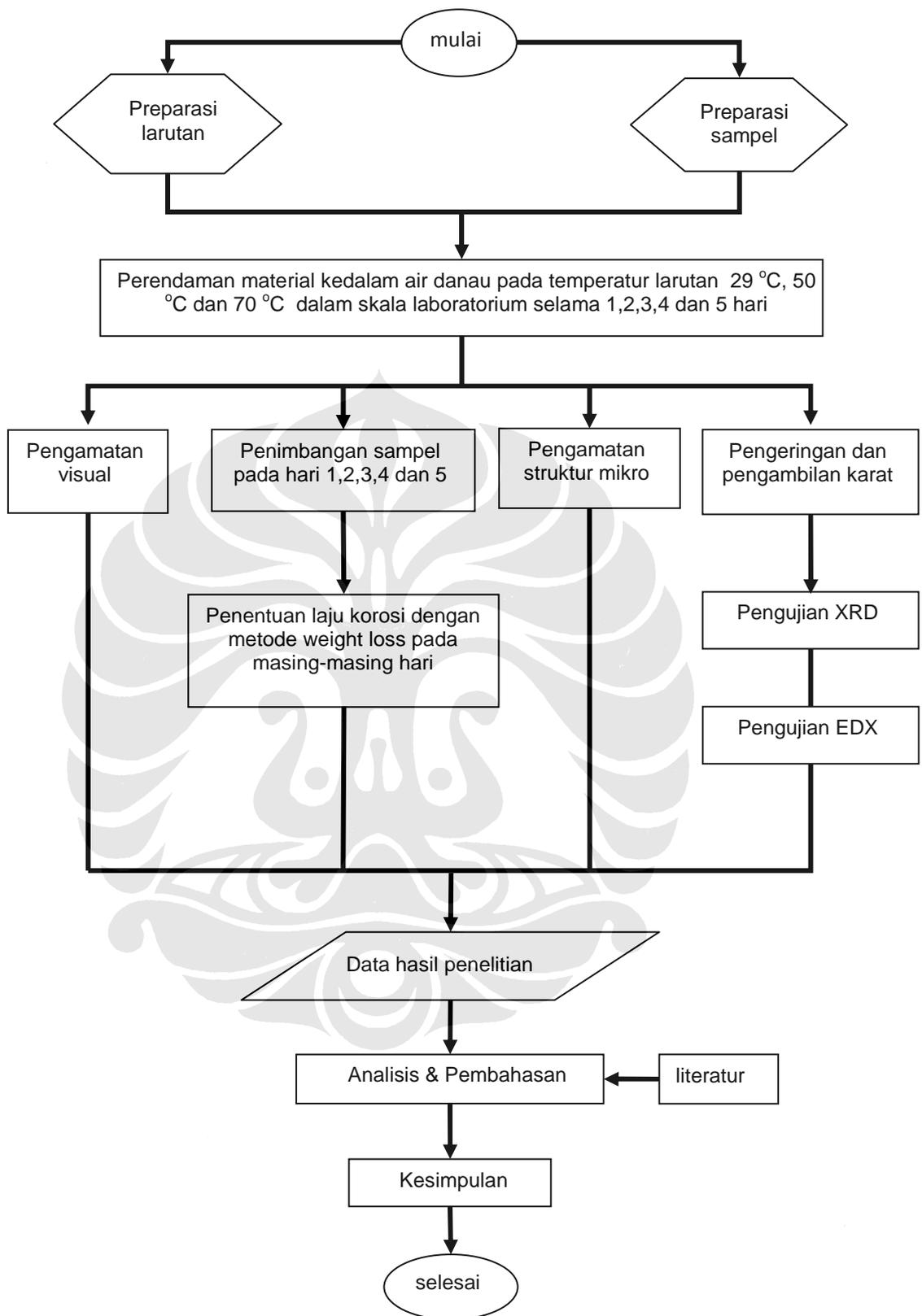
METODOLOGI PENELITIAN

Untuk memudahkan pelaksanaan penelitian serta membuat penelitian lebih sistematis dan terarah diperlukan metodologi penelitian yang terdiri dari diagram alir dan prosedur percobaan.

3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Penelitian yang sistematis lebih mudah dilakukan dengan adanya diagram alir penelitian. Berikut ini diagram alir penelitian :





Gambar 3.1. Prosedur percobaan

3.2 ALAT DAN BAHAN

3.2.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian :

1. Alat pemotong plat, untuk memotong sampel sesuai ukuran.
2. Mesin Bor.
3. Timbangan Digital.
4. pH meter.
5. Hanna Instrument, untuk menguji komposisi air danau.
6. Spektrometer, untuk menguji komposisi sampel.
7. Jangka Sorong.
8. Toples, untuk merendam sampel pada temperatur ruang.
9. *Beaker Glass* 500ml, untuk merendam sampel pada suhu 50°C dan 70°C.
10. Gabus, untuk menutup *beaker glass* yang bertujuan meminimalisir penguapan dari air.
11. Tali, untuk menggantung sampel.
12. Lakban, untuk menempelkan tali dan menjaga sampel agar tetap tergantung.
13. *Mitsubishi Batch*, untuk memanaskan sampel dan air danau.
14. Mesin Amplas dan poles.
15. Mikroskop optik
16. XRD , untuk menguji komposisi karat.
17. EDX, untuk menguji komposisi lapisan permukaan
18. Label.
19. Gunting.
20. Penggaris.
21. Kamera digital.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian

1. Material baja karbon rendah

- Komposisi

	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co	Cu
Baja karbon	99,4	0,07	0,01	0,25	0,01	0,01	0,01	0,006	0,01	0,04	0,009	0,05

- Dimensi : 20mm x 25 mm x 1,1 mm.
- Berat jenis : 7,86 g/cm³.

2. Material baja laterit

- Komposisi

	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co	Cu
Baja laterit	99,3	0,05	0,01	0,23	0,007	0,01	0,07	<0,005	0,1	0,06	0,01	0,03

- Dimensi : 20mm x 25 mm x 0,55 mm.
- Berat jenis : 7,85 g/cm³.

3. Air danau, dengan komposisi :

pH : 7,36

Temperatur : 27,5 °C

kalsium (sebagai CaCO₃) : 400 mg/L (ppm)

Alkalinity (sebagai CaCO₃) : 105 mg/L (ppm)

Klorida : 700 mg/L (ppm)

TDS (*Total Dissolve Solid*) : 0,08 ppt = 0,08 x 10⁻³ ppm

4. HCl, Sb₂O₃ dan SnCl₂ untuk zat pickling.
5. *Aceton* 96%, untuk menghilangkan lemak pada permukaan sampel
6. Resin dan *Hardener*, untuk membentuk mounting.
7. Kertas amplas #100, #240, #400, #600, #800, #1000 dan #1200.
8. Zat poles TiO₂
9. *Silica gel*, untuk menjaga kelembaban sampel ketika disimpan.
10. Aquades

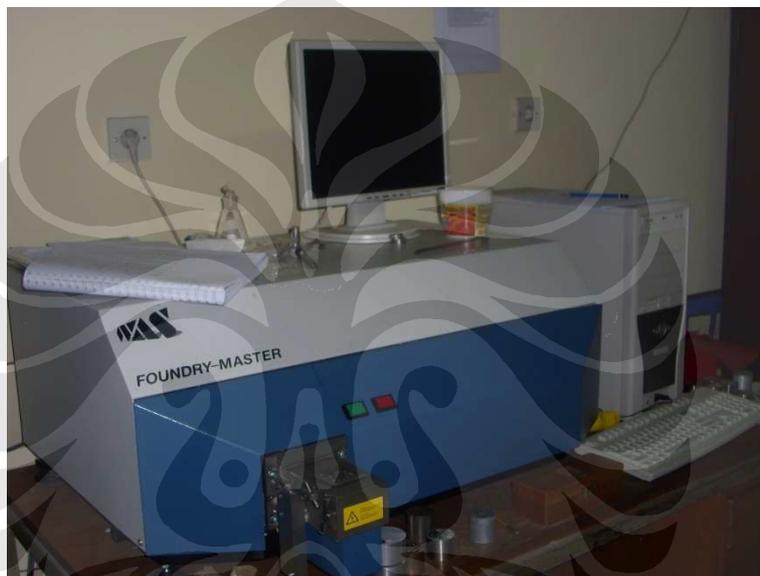
3.3 PROSEDUR PENELITIAN

3.3.1 Persiapan Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah baja karbon dan baja laterit yang keduanya merupakan produk dari P.T Krakatau Steel. Baja karbon merupakan baja biasa yang didapatkan dari bijih besi hematite dan baja laterit merupakan baja yang didapat dari bijih besi laterit.

1. Uji Komposisi

Kedua jenis material ini masing-masing di uji komposisinya menggunakan alat spektrometer (Gambar 3.2).



Gambar 3.2 Alat Spektrometer

2. Pemotongan Sampel

Untuk pengujian ini, kedua jenis sampel dipotong menjadi ukuran 25 x 20 mm. Ukuran sampel ini disesuaikan dengan volume air danau dan ukuran *beaker glass* untuk perendaman sampel. Berdasarkan standart ASTM G31-72, dimana volume larutan minimal untuk merendam satu buah sampel adalah 0,4 dari luas permukaan sampel. Karena beaker pada alat pemanas *mitsubishi batch* hanya berkapasitas 500 ml, maka ukuran sampel ini menjadi mungkin. Ketebalan untuk baja karbon adalah 1,1 mm dan baja laterit 0,55 mm. Perbedaan ketebalan sampel ini dianggap tidak memberikan pengaruh terhadap laju korosi karena sulitnya didapatkan sampel dengan ukuran yang sama, akibat baja laterit hanya diproduksi 120

ton dengan ketebalan 0,55mm dan belum diproduksi kembali. Pengukuran ketebalan sampel menggunakan jangka sorong dan pemotongan sampel menggunakan alat pemotong pelat (Gambar 3.3).



Gambar 3.3 Alat pemotong pelat

3. Pengeboran sampel

Sampel yang telah dipotong kemudian di bor pada bagian atas untuk tempat menggantung sampel. Sampel dibor dengan alat bor (Gambar 3.4).



Gambar 3.4 Alat bor

4. Pembersihan permukaan

Pembersihan permukaan baja dilakukan dalam beberapa tahap :

a. Amplas

Masing-masing sampel diampelas untuk menghilangkan karat yang telah terbentuk sebelumnya menggunakan kertas amplas dengan ukuran #100, #240, #400, #600, #800, #1000. Pada sampel baja karbon, salah satu sisinya dapat terampelas, tetapi pada sisi lainnya ada lapisan seperti cat yang sulit hilang dengan pengamplasan. Sampel sebelum dan setelah diampelas ditunjukkan pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Sampel Sebelum dan setelah diampelas

b. Pickling

Bagian baja karbon yang sulit hilang dengan pengamplasan tersebut, kemudian dihilangkan dengan cara dipickling menggunakan zat pickling dengan campuran 500 ml HCl, 10 gr *antimony trioxide* (Sb_2O_3) dan 25 gr *stannous chloride* ($SnCl_2$) pada temperatur ruang, sesuai standart ASTM G1-03. Zat pickling ditunjukkan pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Zat pickling

Setelah dipickling sampel dicuci dengan air untuk menghilangkan zat pickling dan kembali di amplas dengan #1000 untuk menghilangkan sisa-sisa pickling dan menghaluskan permukaan sampel.

c. Degreasing

Sampel yang telah dipickling dan amplas kemudian di hilangkan sisa-sisa lemak dari permukaannya dengan *degreasing* menggunakan *acetone* 96%, kemudian, dibilas kembali dengan air dan dikeringkan.

5. Pengukuran dimensi dan berat sampel

Setelah dibersihkan, sampel diukur berat awalnya dengan menggunakan timbangan digital. Dan sampel siap untuk direndam dalam air danau.

3.3.2 Persiapan larutan

Larutan yang digunakan untuk mencelup sampel pada penelitian ini adalah air danau mahoni FTUI.

1. Uji komposisi

Air danau ini diuji komposisinya menggunakan *hanna instrument*. Dimana air diambil pada tanggal 19 maret 2008 pukul 10:30 dan diuji pada hari yang sama pukul 11:30. Komposisi yang didapat antara lain :

pH	: 7,36
Temperatur	: 27,5 °C
kalsium (sebagai CaCO ₃)	: 400 mg/L (ppm)
Alkalinity (sebagai CaCO ₃)	: 105 mg/L (ppm)
Klorida	: 700 mg/L (ppm)
TDS (<i>Total Dissolve Solid</i>)	: 0,08 ppt = 0,08 x 10 ⁻³ ppm

Dari komposisi ini dihitung Langelier Saturation Indeks untuk mengetahui apakah air cenderung mengendapkan CaCO₃ dipermukaan sampel atau melarutkan CaCO₃ sehingga bersifat lebih korosif. Langelier Indeks dihitung berdasarkan Persamaan 2.20 dan 2.21.

$$\text{pH}_s = (9,3 + A + B) - (C - D)$$

$$A = [(\log \text{TDS (ppm)}) - 1] / 10$$

$$= [(\log 0,08 \times 10^{-3}) - 1] / 10$$

$$= -0,509$$

$$B = -13,2 [\log (T(^{\circ}\text{C}) + 273)] + 34,55$$

$$= -13,2 [\log (27,5 + 273)] + 34,55$$

$$= 1,842$$

$$C = \log \text{Ca}^{2+} \text{ (ppm)} - 0,4$$

$$= \log 400 - 0,4$$

$$= 2,202$$

$$D = \log (\text{alkalinity (ppm)})$$

$$= \log 105$$

$$= 2,012$$

Jadi

$$\text{pH}_s = (9,3 + A + B) - (C - D)$$

$$\text{pH}_s = (9,3 - 0,509 + 1,842) - (2,202 - 2,021)$$

$$= 10,633 - 4,223$$

$$= 6,41$$

$$\text{LI} = \text{pH} - \text{pH}_s$$

$$= 7,36 - 6,41$$

$$= 0,95$$

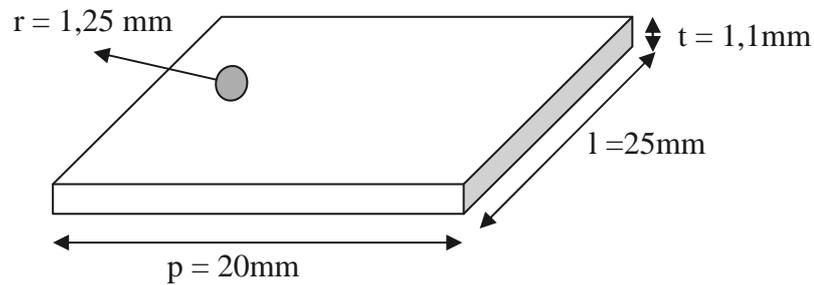
Karena nilai $\text{LI} > 0$, maka air danau sangat jenuh akan CaCO_3 , sehingga kemungkinan akan mengendapkan *scale* CaCO_3 pada permukaan sampel

2. Perhitungan volume larutan

Berdasarkan ASTM G31-72, untuk pengujian imersi skala laboratorium, volume larutan adalah 0,4 dari luas permukaan sampel yang terendam.

$$\text{Volume larutan} = 0,4 \times L \text{ permukaan sampel} \dots \dots \dots (3.1)$$

Baja Karbon :



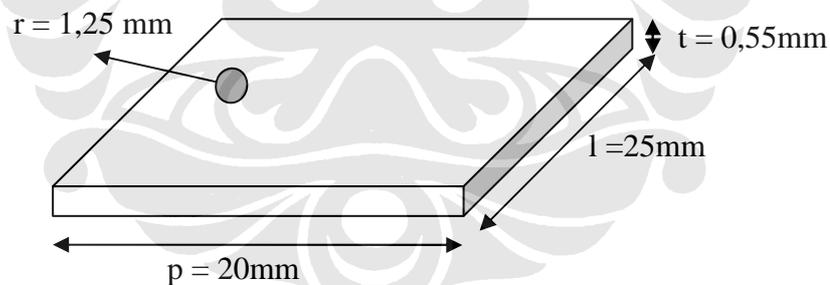
Luas permukaan baja karbon (CS) =

$$\begin{aligned} &= (2 \times p \times l) + (2 \times l \times t) + (2 \times p \times t) - (2\pi r^2) + (t \times 2\pi r) \dots (3.8) \\ &= (2 \times 20 \times 25) + (2 \times 25 \times 1,1) + (2 \times 20 \times 1,1) - (2 \times 3,14 \times 1,25^2) + (1,1 \times 2 \times 3,14 \times 1,25) \\ &= 1097,8225 \text{ mm}^2 \end{aligned}$$

Volume minimal baja karbon :

$$\begin{aligned} 0,4 \times \text{Luas CS} &= 0,4 \times 1097,8225 \\ &= 439,129 \text{ ml} \approx 440 \text{ ml} \end{aligned}$$

Baja Laterit



Luas permukaan baja laterite (LS) =

$$\begin{aligned} &= (2 \times p \times l) + (2 \times l \times t) + (2 \times p \times t) - (2\pi r^2) + (t \times 2\pi r) \\ &= (2 \times 20 \times 25) + (2 \times 25 \times 0,55) + (2 \times 20 \times 0,55) - (2 \times 3,14 \times 1,25^2) + (0,55 \times 2 \times 3,14 \times 1,25) \\ &= 1044,005 \text{ mm}^2 \end{aligned}$$

Volume minimal baja laterite :

$$\begin{aligned} 0,4 \times \text{Luas CS} &= 0,4 \times 1044,005 \\ &= 417,602 \text{ ml} \approx 418 \text{ ml} \end{aligned}$$

Jadi Volume minimal air danau untuk mencelup 1 sampel baja karbon adalah 440 ml dan untuk baja laterit adalah 418ml. Pada penelitian ini volume air danau yang digunakan adalah 500 ml.

3.3.3 Perendaman Sampel dalam larutan

Sampel baja karbon serta baja laterit yang telah disiapkan, digantung dengan tali dan kemudian dicelupkan kedalam air danau pada temperatur ruang, 50°C dan 70°C dalam skala laboratorium. Untuk temperatur ruang (sekitar 29°C) sampel dicelupkan kedalam toples plastik tertutup (Gambar 3.7), dimana pada satu toples direndam 2 sampel dengan jenis yang sama dan waktu perendaman yang sama. Volume air pada toples adalah 1000 ml untuk 2 sampel.



Gambar 3.7 Toples plastik untuk perendaman sampel

Untuk temperatur 50°C dan 70°C sampel dicelup dalam *beaker glass* ukuran 500ml dan ditutup dengan gabus untuk mengantisipasi berkurangnya air danau karena penguapan (Gambar 3.8 (a) dan (b)). Untuk mendapat temperatur 50°C dan 70°C, sampel dan larutan dimasukkan kedalam *heater mitsubishi batch* (Gambar 3.8 (c) dan (d)) yang temperaturnya dapat diatur. Pada temperatur 50°C dan 70°C ini setiap satu *beaker glass* dicelup satu sampel.



(a)



(b)



(c)

(d)

Gambar 3.8 Alat untuk pengujian laju korosi pada temperatur 50°C dan 70°C. (a) *Beaker glass* yang berisi air danau untuk mencelup sampel. (b) *Beaker glass* yang ditutup gabus. (c) *Beaker glass* dipanaskan dalam *Batch mitsubishi* (d) Nilai temperatur pada *Batch Mitsubishi*

Waktu perendaman dilakukan selama 1 hari (24 jam), 2 hari (48 jam), 3 hari (72 jam), 4 hari (96) jam, dan 5 hari (120 jam) untuk setiap variasi temperatur. Dimana pada masing-masing kondisi ada 2 sampel sejenis untuk perbandingan.

3.3.4 Pengamatan visual

Sampel yang telah direndam dalam air danau dengan variasi temperatur dan waktu tersebut, kemudian difoto untuk melihat karat yang terbentuk pada permukaan sampel untuk kemudian dianalisa.

3.3.5 Pengeringan dan pengambilan Endapan Pada Sampel.

Setelah diamati secara visual, sampel yang masih basah dikeringkan dengan pengering rambut, kemudian diambil endapannya menggunakan spatula untuk pengujian kandungan karat dengan XRD.

3.3.6 Picking dan pengukuran weight loss

Sampel yang telah diambil karatnya, kemudian di pickling untuk menghilangkan sisa-sisa oksida pada permukaan, dibilas dengan air untuk menghilangkan zat pickling pada sampel dan dikeringkan menggunakan pengering rambut untuk menguapkan air. Sampel kemudian ditimbang dengan timbangan digital (Gambar 3.9) untuk menghitung berat setelah direndam. Dan dicatat perubahan berat yang terjadi.



Gambar 3.9 Timbangan digital

3.3.7 Penghitungan Laju Korosi

Dari perubahan berat yang terjadi pada sampel baja karbon maupun baja laterit sebelum dan setelah dicelup, maka dapat dihitung laju korosinya

menggunakan metode weight loss, sesuai dengan ASTM G 31-72, sesuai persamaan 2.7.

$$\text{Laju Korosi (Corrosion Rate)} = \frac{K.W}{D.A.T}$$

Dimana :

K = Konstanta

W = Kehilangan Berat (gram)

D = Massa Jenis (g/cm^3)

A = Luas permukaan yang direndam (cm^2)

T = Waktu (Jam)

Dengan berat jenis baja karbon $7,86 \text{ gr/cm}^3$ dan baja laterit $7,85 \text{ gr/cm}^3$. Pada penelitian ini satuan laju korosi yang digunakan adalah *mills per year* (mpy), sehingga konstanta yang digunakan adalah $3,45 \times 10^6$.

3.3.8 Pengamatan Struktur Mikro

Sampel yang telah direndam pada temperatur ruang, 50°C dan 70°C dalam waktu 5 hari kemudian dilap karat pada permukaannya dan dilihat melalui mikroskop optik dengan jelas (perbesaran lebih tinggi) morfologi dari sampel setelah direndam. Tahapannya :

- a. Memounting sampel menggunakan resin dan *hardener* untuk memudahkan sampel berdiri dan memudahkan dalam preparasi sampel.
- b. Mengamplas permukaan sampel yang akan dilihat dengan menggunakan amplas #800, #1000 dan #1200 pada mesin amplas yang dialiri air untuk mendapatkan permukaan sampel yang rata dan halus
- c. Memoles permukaan sampel yang telah diampas menggunakan zat poles TiO_2 yang dituangkan diatas kain beludru pada mesin poles hingga permukaan mengkilat dan bebas dari goresan sisa amplas.
- d. Membersihkan permukaan sampel dengan air dan alkohol, kemudian mengeringkan permukaannya dengan pengering rambut
- e. Mengetsa permukaan yang ingin diamati dengan Nital 3%, kemudian mengeringkannya dengan pengering rambut.

- f. Mengamati permukaan sampel dengan mikroskop optik perbesaran 500x dan memfoto daerah yang sesuai.

Alat dan bahan yang digunakan pada pengamatan ini ditunjukkan pada Gambar 3.10.



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)



(f)



(g)

Gambar 3.10 Alat dan bahan untuk pengamatan mikrostruktur. (a) Resin, hardener dan cetakan mounting; (b) Hasil mounting; (c) Mesin amplas; (d) Kertas Amplas; (e) Mesin poles; (f) Titanium oksida; (g) mikroskop optik.

3.3.9 Pengujian XRD

Pengujian XRD bertujuan untuk mengetahui komposisi lapisan endapan yang terbentuk pada permukaan sampel baja karbon dan baja laterit. Lapisan endapan diambil dengan

- a. Mengangkat sampel yang telah direndam selama 5 hari pada temperatur 70°C .
- b. Mengeringkan lapisan endapan yang terbentuk dipermukaan sampel menggunakan pengering rambut.
- c. Mengambil endapan yang telah kering menggunakan spatula.

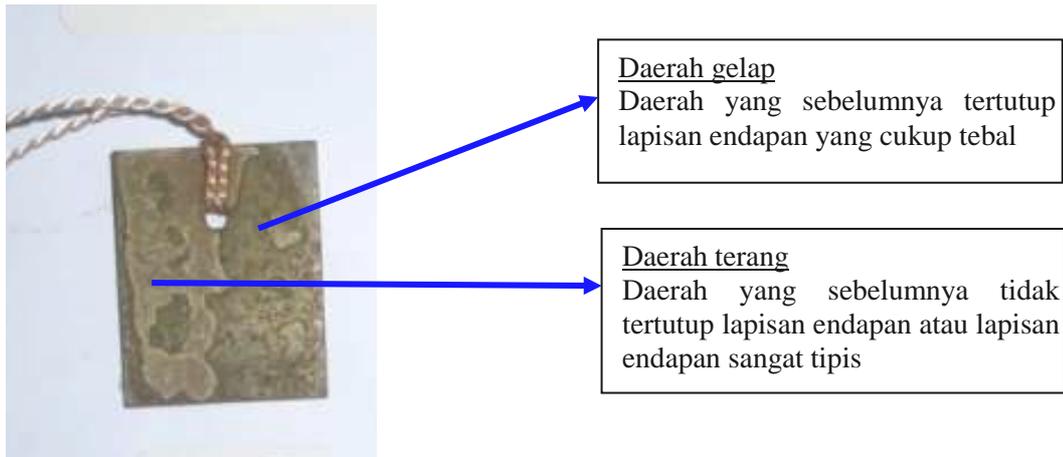
Lapisan endapan yang telah dipisahkan tersebut diuji dengan XRD di Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Serpong. Mesin XRD ditunjukkan pada Gambar 3.11.



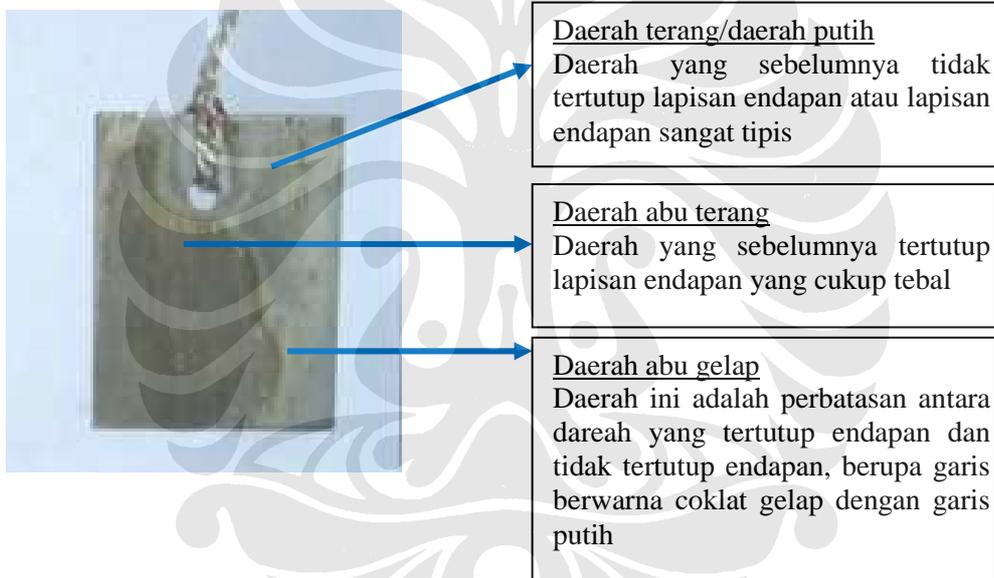
Gambar 3.11 Mesin XRD

3.3.10 Pengujian EDX

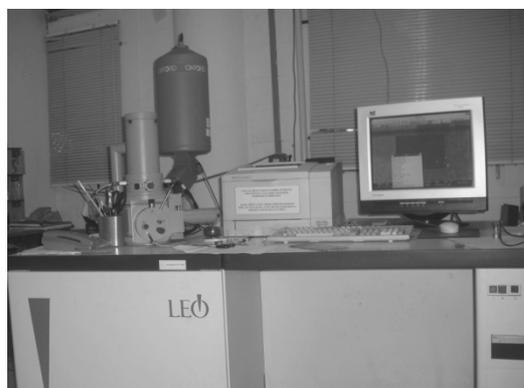
Lapisan endapan yang terbentuk setelah perendaman tidak merata di seluruh permukaan sampel. Ada yang terbentuk lapisan endapan tebal, tipis dan bahkan tidak terbentuk atau rontok. Setelah lapisan endapan dihilangkan, maka pada permukaan sampel terdapat perbedaan warna antara sampel yang tertutup endapan tebal, tipis dan tidak ada endapan. Pengujian EDX ditujukan untuk mengetahui komposisi dari lapisan yang berbeda warna pada permukaan baja tersebut. Sampel yang digunakan pada pengujian ini adalah sampel baja karbon dan baja laterit yang telah direndam selama 5 hari pada temperatur 70°C dan dihilangkan endapannya. Pengujian EDX dilakukan di Laboratorium SEM, Departemen Metalurgi dan Material FTUI. Sampel baja karbon dan baja laterit serta perbedaan penampakan ditunjukkan pada Gambar 3.12 dan 3.13 dan alat XRD ditunjukkan pada Gambar 3.14.



Gambar 3.12 Sampel baja karbon dan perbedaan penampakan permukaan setelah perendaman selama 5 hari pada temperatur 70°C



Gambar 3.13 Sampel baja laterit dan perbedaan penampakan permukaan setelah perendaman selama 5 hari pada temperatur 70°C



Gambar 3.14 Mesin EDX.