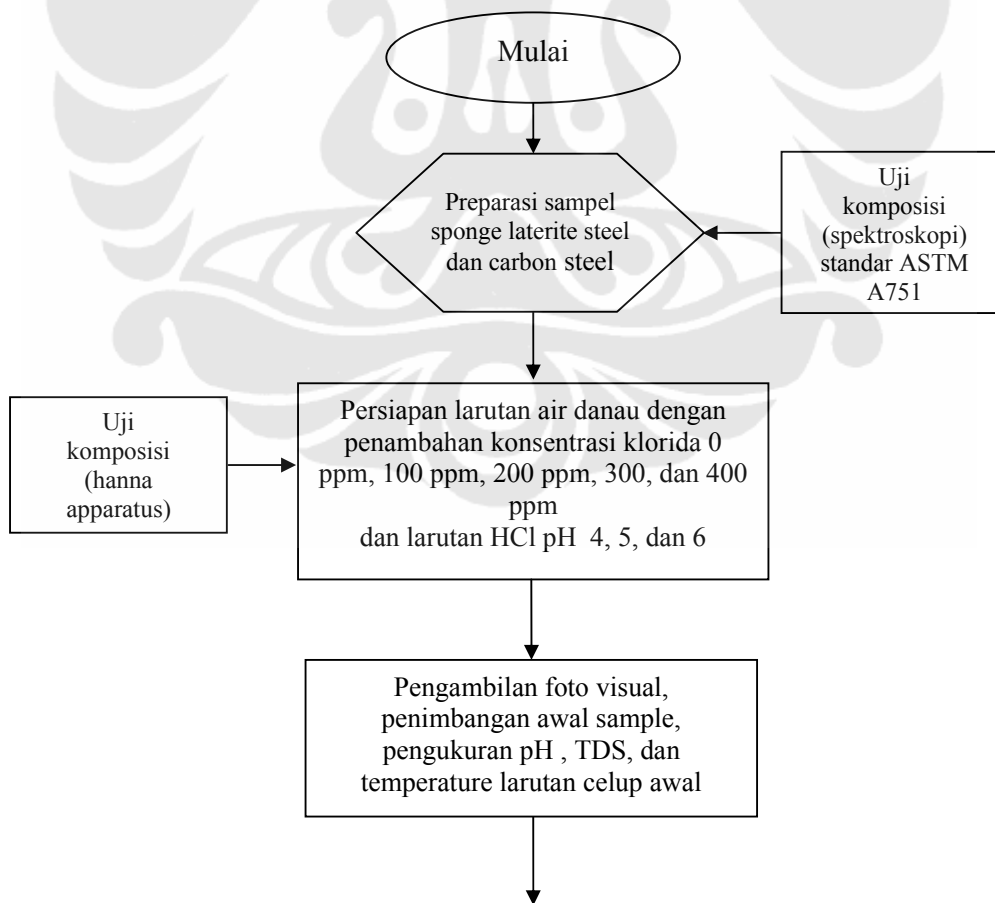


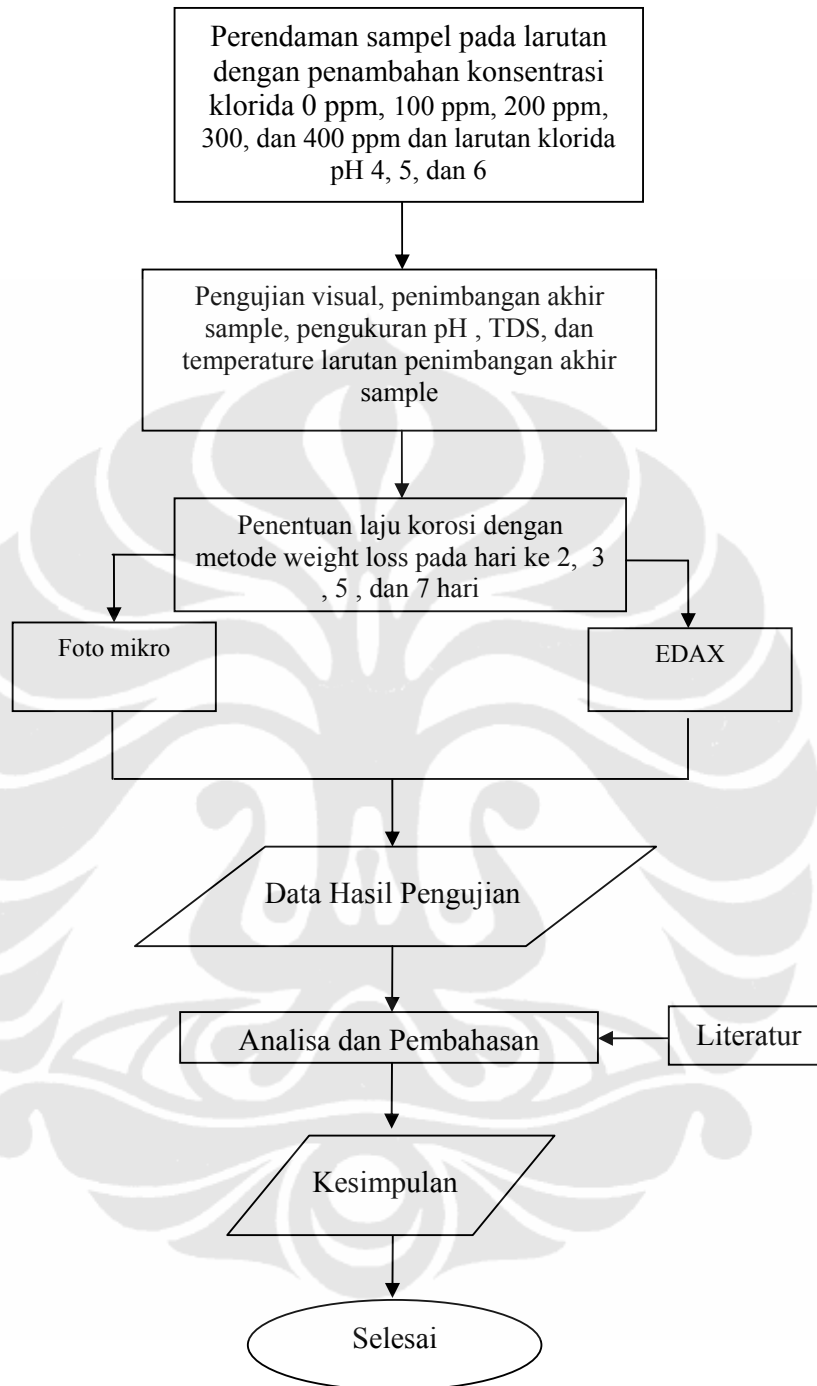
## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Untuk mengetahui perilaku korosi pada baja dari sponge bijih besi laterite dan membandingkannya secara kuantitatif dengan perilaku korosi dari baja karbon pada lingkungan dengan kadar NaCl dan pH yang berbeda terhadap ketahanan korosi masing-masing material, maka dibuatlah suatu diagram alir / flowchart seperti yang terlihat di bawah ini:





**Gambar 3.1** Prosedur percobaan

### 3.2. PERSIAPAN SAMPEL DAN LARUTAN UJI

#### 3.2.1. Persiapan Sampel

Alat dan bahan yang diperlukan dalam persiapan sample yaitu :

1. Material baja karbon (ketebalan 1.1 mm) dan baja dari sponge bijih besi laterite T<sub>1</sub> 22320 quality CQ1 SRK (ketebalan 0.55 mm) yang akan diuji.
2. Spidol permanen
3. Penggaris
4. Mesin pemotong pelat
5. Mesin bor
6. Kertas amplas (SiC paper) 100 mesh sampai dengan 600 mesh
7. Silica gel
8. Timbangan digital

Sampel untuk pengujian dalam penelitian ini sebanyak (112 buah) yang diperoleh dari tahapan persiapan sample yaitu :

1. Pemotongan baja karbon dan baja dari sponge bijih besi laterite masing-masing dengan bentuk persegi panjang berukuran (panjang x lebar) 20 mm x 25 mm dengan menggunakan mesin pemotong pelat dan melubangi bagian atas dengan menggunakan bor.

$$\text{Luas sampel baja yang direndam} = \{(2 \times p \times l) + (2 \times l \times t) + (2 \times t \times p)\} - \{(2 \times \pi \times r) + (t \times 2 \times \pi \times r)\} \dots \dots \dots (3.1)$$

- Luas sampel baja karbon (20 mm x 25 mm x 1.1 mm) yaitu  $((2 \times 20 \times 25) + (2 \times 25 \times 1.1) + (2 \times 1.1 \times 20)) - ((2 \times 3.14 \times (1.25)^2) + (1.1 \times 2 \times 3.14 \times 1.25)) = 1080.5525 \text{ mm}^2$
  - Luas sampel baja dari sponge bijih besi laterite T<sub>1</sub> ((20 mm x 25 mm x 0.55 mm) yaitu  $((2 \times 20 \times 25) + (2 \times 25 \times 0.55) + (2 \times 0.55 \times 20)) - ((2 \times 3.14 \times (1.25)^2) + (0.55 \times 2 \times 3.14 \times 1.25)) = 1035.37 \text{ mm}^2$
2. Lalu pengamplasan sampel dengan SiC paper 100 mesh sampai dengan 600 mesh hingga bersih dan lapisan oksidanya hilang

3. Selanjutnya menimbang sampel untuk mengetahui berat sebelum dilakukan pengujian / pencelupan dan hasilnya dicatat untuk mengetahui berat sebelum dilakukan pengujian.



(a.)



(b.)

**Gambar 3.2 Alat spektroskopi, (b.) Contoh sampel untuk pengujian spektroskopi**

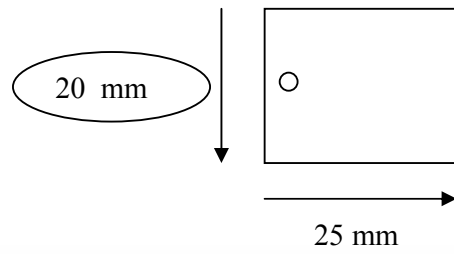


(a.)

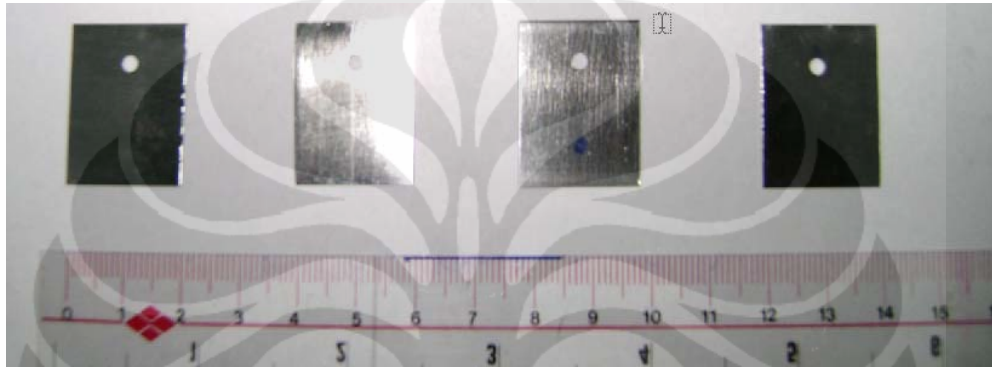


(b.)

**Gambar 3.3 (a.) Mesin pemotong pelat (b.) Mesin bor**



**Gambar 3.4** Ukuran sampel baja karbon dan baja dari sponge bijih besi laterite



**Gambar 3.5.** Sampel baja karbon dan baja dari sponge bijih besi laterite yang sudah dipotong, dibor, dan diampelas



**Gambar 3.6.** Timbangan digital

### 3.2.2. Persiapan Larutan Uji

Alat dan bahan yang diperlukan dalam pembuatan larutan uji yaitu :

1. Garam NaCl
2. Kaca arloji
3. Timbangan digital
4. HCl pekat
5. Beaker glass 1000 ml
6. Air danau
7. Spatula
8. Wadah plastic / toples

Sebelum persiapan larutan uji maka dilakukan pengujian korosifitas air dengan menggunakan Hanna Apparatus dan pH meter digital. Tujuan pengujian ini yaitu untuk mengetahui nilai *Langelier Saturation Index (LSI)*. Dari pengujian ini didapatkan data-data seperti konsentrasi  $\text{Ca}^{2+}$ , pH, alkalinitas, TDS, dan temperature ( $^{\circ}\text{C}$ ). Selanjutnya data-data tersebut dimasukkan ke persamaan LSI. Tahapan perhitungannya yaitu sebagai berikut :

Data yang diperoleh :

$$\text{pH air danau} = 7.36 \text{ dan TDS} = 0.08 \text{ ppt} \times 1000 = 80 \text{ ppm}$$

$$\text{Temperatur} = 27.5^{\circ}\text{C}$$

$$[\text{Ca}^{2+}] = 160 \text{ ppm} \times 2.5 = 400 \text{ ppm (mg/liter)}$$

$$[\text{CaCO}_3] = 0.35 \times 300 = 105 \text{ ppm (mg/liter)}$$

$$[\text{Cl}^-] = 0.07 \times 10000 = 700 \text{ ppm}$$

Variabel matematis :

$$\begin{aligned} A &= \{ \log \text{TDS (mg/l atau ppm)} - 1 \} / 10 \\ &= (\log 80 - 1) / 10 \\ &= 0.0903 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} B &= -13.2 \log (T(^{\circ}\text{C}) + 273) + 34.55 \\ &= -13.2 \log (27.5 + 273) + 34.55 \\ &= 1.842 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} C &= \log (\text{ion Ca}^{2+} \text{ dan ion Mg}^{2+} \text{ (mg/l atau ppm)}) - 0.4 \\ &= \log 400 - 0.4 \\ &= 2.202 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 D &= \log \text{ total alkalinitas (ion CO}_3^{2-} \text{ dan ion HCO}_3^-) \text{ (mg/l atau ppm)} \\
 &= \log 105 \\
 &= 2.012
 \end{aligned}$$

Dari data A, B, C, dan D lalu dimasukkan ke persamaan matematis 3.2 :

$$pH_s = (9.3 + A + B) - (C + D) \dots \dots \dots (3.2)$$

$$\begin{aligned}
 pH_s &= (9.3 + 0.0903 + 1.842) - (2.202 + 2.012) \\
 &= 7.0183
 \end{aligned}$$

Data  $pH_s$  selanjutnya dimasukkan ke dalam persamaan matematis 3.3 untuk mendapatkan nilai LSI :

$$LSI = pH - pH_s \dots \dots \dots (3.3)$$

$$\begin{aligned}
 LSI &= 7.36 - 7.0183 \\
 &= 0.3417
 \end{aligned}$$

Oleh karena nilai  $LSI > 0$  maka air danau kemungkinan membentuk scale  $CaCO_3$ .

Prosedur persiapan larutan uji sebagai berikut :

Larutan uji dibuat dari garam NaCl yang dicampurkan dalam larutan air danau.

Prosedur pembuatannya adalah sebagai berikut:

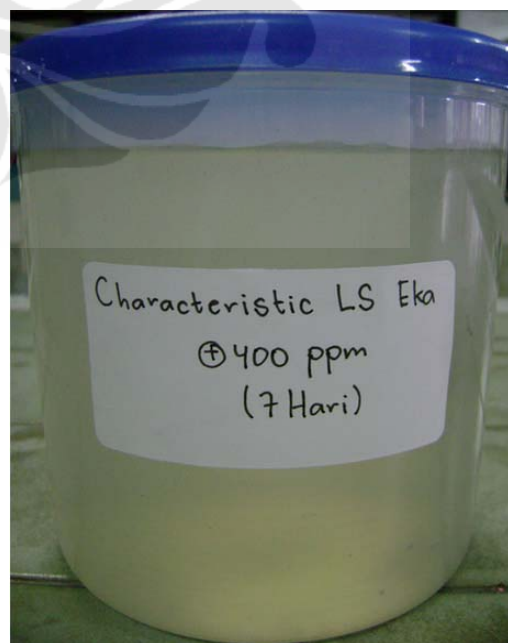
1. Garam NaCl ditimbang dengan menggunakan timbangan serbuk sesuai dengan penambahan konsentrasi NaCl yang akan dibuat yaitu 0.100 gram NaCl untuk larutan 100 ppm, 0.200 gram NaCl untuk larutan 200 ppm, dan 0.300 gram NaCl untuk larutan 300 ppm, dan 0.400 gram NaCl untuk larutan 400 ppm masing-masing sebanyak 2 buah untuk setiap material.
2. Garam NaCl yang telah ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass 1000 ml lalu ditambahkan air danau hingga 1000 ml ke dalamnya dan diaduk dengan spatula. Kemudian dipindahkan ke dalam toples / wadah plastic. Berdasarkan ASTM G31-72 volume larutan minimal adalah  $0.4 \text{ ml/mm}^2$  luas sample sehingga volume larutan pencelupan minimal untuk baja karbon (20 mm x 25 mm x 1.1 mm) sebesar  $1080.5525 \text{ mm}^2 \times 0.4 \text{ ml/mm}^2 = 432.221 \text{ ml}$ . Sedangkan, volume larutan pencelupan minimal untuk baja dari

sponge bijih besi laterite  $T_1$  (20 mm x 25 mm x 0.55 mm) sebesar  $1035.37 \times 0.4 \text{ ml/mm}^2 = 414.148 \text{ ml}$ .

3. Untuk pembuatan larutan asam klorida berpH 4, 5, dan 6 maka selanjutnya air danau ditambahkan HCl hingga masing-masing larutan air danau mencapai pH 4, 5, dan 6.



**Gambar 3.7 Penimbangan garam NaCl**

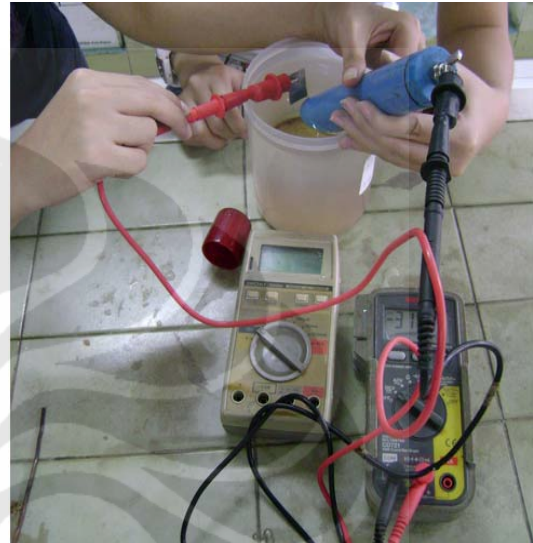




(a.)

(b.)

**Gambar 3.8 Larutan untuk pengujian immersion (a.) tampak atas (b.) tampak depan**



(a.)

(b.)

**Gambar 3.9 (a.) pH meter digital, (b.) Pengujian potensial sampel baja**

### **3.3. PROSEDUR PENGUJIAN WEIGHT LOSS**

#### **3.3.1 Perendaman Sampel dalam Larutan**

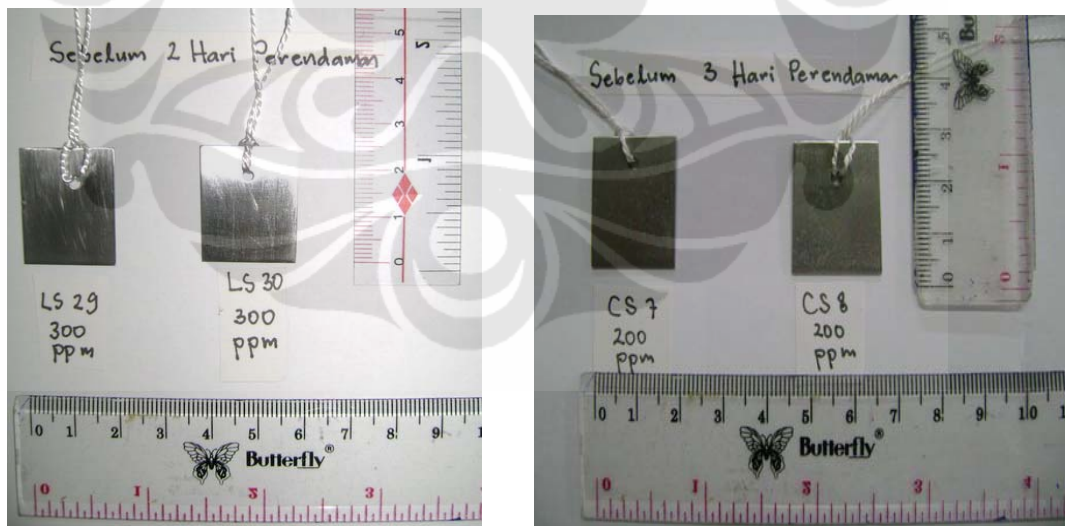
Alat dan bahan yang diperlukan untuk melakukan pengujian immersion yaitu :

1. Sampel baja karbon dan baja dari sponge bijih besi laterite T<sub>1</sub> yang telah disiapkan
2. Lakban hitam
3. Benang
4. Gunting
5. Kertas amplas (SiC paper) 1000 mesh
6. Acetone 96 %
7. Air danau (penambahan klorida 0 ppm, 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, dan 400 ppm) dan larutan asam klorida berpH 4, 5, dan 6 yang telah disiapkan
8. pH meter digital

### Prosedur pengujian immersion

Pengujian immersion dilakukan berdasarkan tahapan prosedur sebagai berikut :

1. Pertama-tama sampel diampelas dengan SiC paper 1000 # sebentar lalu ditimbang berat awal sampel baja karbon dan baja dari sponge bijih besi laterite  $T_1$ .
2. Lalu memasang tali penggantung pada sampel.
3. Selanjutnya, sampel tersebut difoto secara visual untuk mengetahui kondisi awal sampel sebelum dilakukan pengujian.
4. Kemudian sampel direndam dalam *Acetone* 96 % untuk menghilangkan minyak dan lemak lalu sampel yang sudah direndam dialirkan air untuk menghilangkan sisa acetone.
5. Setelah itu sampel direndam pada larutan dengan tambahan NaCl 0 ppm, 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, dan 400 ppm serta larutan berpH 4, 5, dan 6 yang telah disiapkan masing-masing selama 2 hari (48 jam), 3 hari (48 jam), 5 hari (120 jam), dan 7 hari (168 jam) dengan cara digantung menggunakan lakban.
6. Akhirnya kondisi awal pengujian seperti pH, temperatur, dan TDS masing-masing larutan uji diukur dengan menggunakan pH meter digital.



**Gambar 3.10 Contoh sampel pengujian baja dari sponge bijih besi laterite dan baja karbon sebelum dilakukan perendaman**



**Gambar 3.11 Sampel direndam dalam sebuah toples untuk pengujian kehilangan berat (weight loss)**

### 3.3.2. Pickling

Sampel yang telah direndam pada larutan selama 2 hari, 3 hari, 5 hari, dan 7 hari perendaman masing-masing kemudian ditimbang dan difoto secara visual dengan kamera digital untuk mengetahui kondisi baja karbon dan baja dari sponge bijih besi laterite T<sub>1</sub>. Setelah itu, dilakukan pickling dengan larutan yang telah disediakan untuk menghilangkan produk korosi sebelum dilakukan pengukuran berat sampel. Prosedur pickling sebagai berikut :

1. Pertama-tama pengukuran kondisi akhir pengujian seperti pH, temperatur, dan TDS masing-masing larutan uji diukur dengan menggunakan pH meter digital
2. Lalu, sampel dikeluarkan dari toples selama 2 hari (48 jam), 3 hari (72 jam), 5 hari (120 jam), dan 7 hari (168 jam)
3. Kemudian, sampel difoto secara visual untuk mengetahui kondisi akhir sampel
4. Selanjutnya sampel dimasukkan ke dalam larutan *chemical cleaning* yang terdiri atas 500 ml HCl, 10 gram Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 25 gram SnCl<sub>2</sub> dalam sebuah beaker glass 500 ml selama 30 detik sambil digerakkan dengan menggunakan penjepit logam.

5. Setelah itu, sampel diangkat dan dialirkan air untuk membersihkan HCl yang tersisa serta lalu dikeringkan dengan hair dryer.
6. Akhir, sampel hasil pickling tersebut ditimbang untuk mengetahui berat akhirnya dan dicatat perubahan berat yang terjadi.



**Gambar 3.12 Contoh Sampel pengujian baja dari sponge bijih besi laterite dan baja karbon sesudah dilakukan perendaman**



**Gambar 3.13. Larutan chemical cleaning untuk pickling sampel baja karbon dan baja dari sponge bijih besi laterite setelah dilakukan pengujian immersion**

### 3.3.3 Perhitungan Laju Korosi (mpy)

Perhitungan laju korosi dilakukan dengan menghitung selisih berat sampel lalu dimasukkan ke dalam rumus :

$$LK = \frac{K \times W}{D \times A \times T} \dots\dots\dots(3.1)$$

Keterangan :

LK = Laju korosi (mpy)

K = konstanta (untuk satuan mpy / mills per year yaitu  $3.45 \times 10^6$ )

W = kehilangan berat (gram)

D = density ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )

A = luas penampang sample yang direndam ( $\text{cm}^2$ )

T = time (hour)

### 3.4. PENGUJIAN TEGANGAN POTENSIAL (VOLT)

Pengujian ini digunakan untuk mengetahui nilai potensial dari baja karbon dan baja lembaran dari sponge bijih besi laterite sesudah dilakukan perendaman pada larutan dengan konsentrasi NaCl dan pH yang berbeda. Pembacaan tegangan menggunakan alat multimeter dimana katoda dihubungkan ke elektroda standar Ag/AgCl dan anoda dihubungkan ke sampel baja. Lalu larutan yang memiliki konsentrasi NaCl dan pH yang berbeda diukur tingkat keasaman (pH). Setelah memperoleh data tegangan potensial (volt) dan pH selanjutnya diplot pada diagram E (volt) vs pH baja. Dari hasil pengeplotan ini dapat diketahui kondisi dari kedua baja setelah dilakukan perendaman apakah berada pada keadaan imun, korosif, atau protektif karena telah terbentuk lapisan pasif di permukaannya.

### 3.5. PENGUJIAN KOMPOSISI UNSUR PRODUK KOROSI

Untuk mengetahui komposisi unsur penyusun produk korosi dari baja dari sponge bijih besi laterite dan baja karbon maka dilakukan pengujian EDX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*) setelah dilakukan proses perendaman.

Prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Setelah proses perendaman, produk korosi dipisahkan dari sampel pengujian melalui scrubbing dengan sikat gigi.
2. Lalu dilakukan pengujian EDX pada produk korosinya





**Gambar 3.14 Produk korosi sampel baja untuk pengujian EDX**



(a.)

(b.)

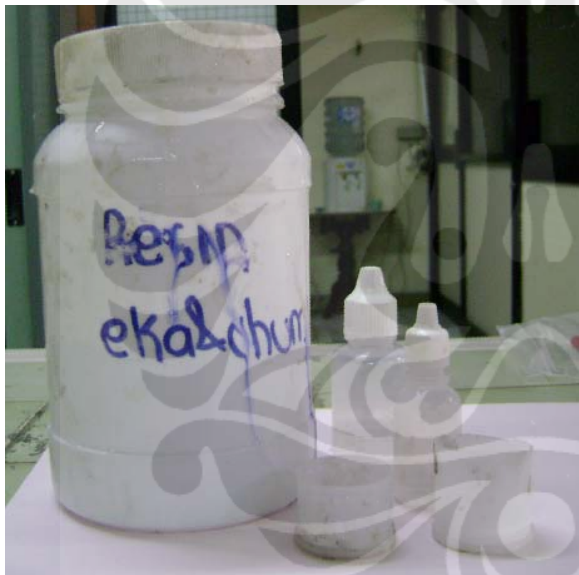
**Gambar 3.15 (a.) Preparasi sampel untuk pengujian EDX, (b.) Alat EDX**

### **3.6 PENGUJIAN STRUKTUR MIKRO**

Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan miroskop optik yang bertujuan untuk mengetahui perbandingan degradasi material pada kedua baja akibat proses korosi ketika proses perendaman.

Tahapan proses yang dilakukan sebagai berikut :

1. Pertama-tama, sampel diampelas dengan kertas ampelas grit 800, 1000, 1200 dan 1500 secara berurutan sehingga didapatkan permukaan sample yang halus dan rata.
2. Lalu, sampel dipoles dengan pasta  $\text{TiO}_2$  sampai permukaan terlihat mengkilap.
3. Kemudian, sampel dietsa dengan menggunakan etsa elektrolitik dengan larutan etsa nital
4. Selanjutnya, sample yang telah dietsa diletakkan dibawah mikroskop dan diamati dengan perbesaran 500 x.
5. Akhirnya, struktur mikro yang telah diperoleh ini kemudian difoto.



(a.)



(b.)

**Gambar 3.16. (a.) Alat dan bahan untuk pembuatan mounting (b.) Hasil mounting**



(a.)



(b.)

**Gambar 3.17. (a.) Kertas amplas (b.) Mesin amplas**



(a.)



(b.)

**Gambar 3.18. (a.) Mesin poles (b.) TiO<sub>2</sub>**





**Gambar 3.19 Mikroskop optik**