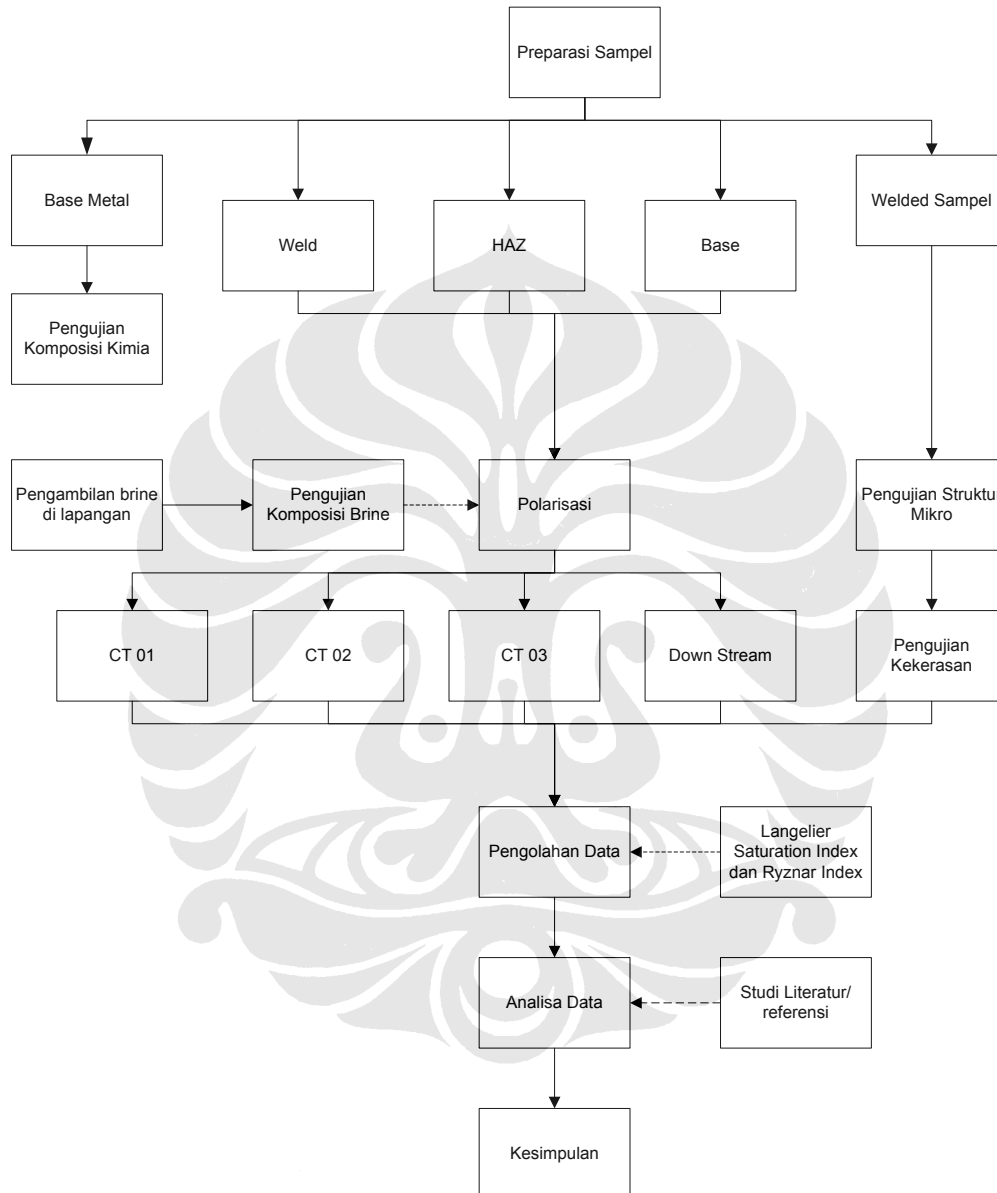


## BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Diagram Alir Penelitian



**Gambar 3.1** Diagram alir penelitian

### 3.2 Alat & Bahan

#### 3.2.1 Alat

1. Mesin amplas dan poles
2. OES (*Optical Emission Spectrometer*)

3. *Mounting Set*
4. *solder*
5. *Potentiostat*:
  - a. Tabung polarisasi
  - b. Elektroda acuan: calomel
  - c. Elektroda pembantu: grafit
  - d. *Luggin capillary*
  - e. *PC dengan software CMS 100*
6. Mikroskop optik
7. *Kondensatll Hardness Tester*
8. *Burrete*
9. *Erlenmeyer flask*

### 3.2.2 Bahan

1. *Welded steel* ASTM A 106 grade B
2. Kondensat yang berasal dari 4 saluran: CT 01, CT 02, CT 03, dan Downstream
3. Resin
4. Hardener
5. Timah solder
6. Kertas amplas

## 3.3 Prosedur Preparasi Sampel

### 3.3.1 Pemotongan Sampel

Material yang digunakan adalah *welded steel* ASTM A 106 grade B yang kemudian dipreparasi menjadi 3 jenis sampel dengan bentuk dan ukuran yang berbeda. Sampel jenis pertama diambil pada daerah logam dasar. Sampel ini berukuran 3 x 3 cm digunakan untuk pengujian komposisi kimia dengan menggunakan Optical Emission Spectrometer (OES). Sampel kedua dipersiapkan untuk pengujian polarisasi. Tiga jenis sampel dibuat untuk mewakili masing-masing daerah pada *welded steel* untuk pengujian polarisasi: logam las, HAZ, dan logam dasar. Untuk daerah logam dasar, dimensi sampel memiliki ukuran luas  $\pm 1$

cm<sup>2</sup>. Untuk daerah las dan HAZ, ukuran sampel disesuaikan dengan luas daerah-daerah tersebut pada *welded steel*. Sampel ketiga, digunakan untuk pengujian mikrostruktur dan kekerasan mikro diambil pada *welded steel* yang mencakup tiga daerah, yaitu daerah las, HAZ dan logam dasar.

### 3.3.2 Soldering

Tujuan dari proses solder ini adalah untuk menghubungkan elektroda kerja yang dimounting dengan kabel yang terhubung dengan potentiostat. Karena kawat yang digunakan berasal dari kabel maka yang harus diperhatikan adalah, ketika pengujian, bagian kabel yang terkelupas tidak boleh kontak (terekspos) dengan larutan. Hal itu dikarenakan dapat mempengaruhi proses pengujian polarisasi

### 3.3.3 Mounting Sampel

Setelah dipotong ataupun di-solder, sampel kemudian dimounting. Tujuan dari proses mounting adalah untuk memudahkan penanganan sampel yang berukuran kecil dalam proses-proses selanjutnya dan juga agar yang terekspos hanyalah pada permukaan sampel uji saja.

Media mounting yang digunakan harus sesuai dengan material, pada umumnya bahan mounting merupakan material plastik sintetik yaitu, resin (*castable resin*) yang dicampur dengan *hardener* atau bakelit [20]. Penggunaan *castable resin* lebih mudah dan alat yang digunakan juga lebih sederhana dibandingkan bakelit. Hal itu dikarenakan tidak diperlukannya aplikasi panas dan tekanan. Namun, bahan *castable resin* ini tidak memiliki sifat mekanik yang baik (lunak) sehingga kurang cocok untuk material-material yang keras.

Dalam pengujian yang dilakukan di Departemen Metalurgi dan Material, menggunakan mounting jenis *castable mounting*. Pertama-tama, cetakan disiapkan dengan menutup salah satu bagian ujung dari silinder dengan isolasi. Kemudian sampel yang telah di-solder diletakkan pada dasar cetakan dimana, permukaan sampel yang akan terekspos oleh larutan saat pengujian polarisasi, menghadap ke bawah. Tuang resin sebanyak 1/3 dari tinggi cetakan (menutupi kawat kabel yang terkelupas) dan dicampur dengan  $\pm 15$  tetes *hardener*. Setelah diaduk dan tercampur secara merata, campuran resin dengan *hardener* dituang ke

**Universitas Indonesia**

dalam cetakan. Cetakan didiamkan selama 25-30 menit, sehingga resin telah mengeras kemudian mounting dikeluarkan dari cetakan.

#### 3.3.4 Pengamplasan Sampel

Tujuan dari proses pengamplasan adalah untuk meratakan, menghaluskan permukaan sampel, menghilangkan kotoran, karat sehingga didapatkan permukaan sampel yang bersih. Biasanya, sampel yang baru dipotong akan memiliki permukaan yang kasar. Permukaan yang kasar membuat pengamatan mikrostruktur sulit dilakukan selain itu, dari hasil pemotongan akan terbentuk banyak bidang pada permukaannya. Hal itu dapat berpengaruh terhadap hasil pengujian polarisasi dan juga menyebabkan kesulitan ketika mengamati mikrostruktur.

Pengamplasan dilakukan dengan menggunakan kertas amplas yang ukuran butir abrasifnya dinyatakan dengan mesh. Urutan pengamplasan dilakukan dari nomor mesh yang terendah ke nomor mesh yang tinggi (100, 200, 400, 600, 800, 1000).

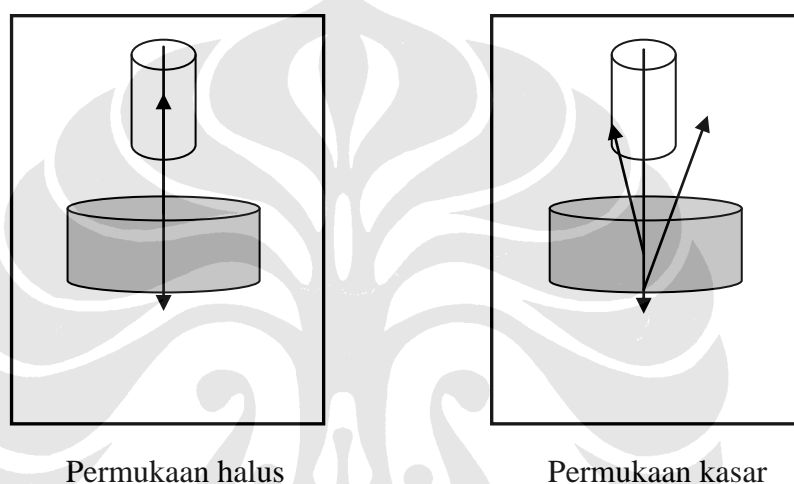
Hal yang sangat penting diperhatikan saat proses pengamplasan adalah pemberian air. Dalam proses ini air berfungsi sebagai pemindah geram, memperkecil kerusakan akibat panas yang timbul, dan memperpanjang masa pemakaian kertas ampalas[20]. Selain itu, ketika melakukan perubahan arah pengamplasan maka arah yang baru harus  $45^\circ$  atau  $90^\circ$  dari arah sebelumnya sehingga tidak akan menyebabkan *scratch* baru pada permukaan.

Proses pengamplasan dilakukan di laboratorium metalografi dan HST, Departemen Metalurgi dan Material FT UI. Pertama, kertas amplas dipasang pada mesin amplas. Kemudian mesin dinyalakan dimulai dari kecepatan rendah dahulu dan dinaikkan sesuai kebutuhan secara perlahan-lahan. Yang paling penting adalah adanya aliran air yang kontinu pada permukaan amplas ketika sampel diletakkan di permukaan kertas. Ketika diletakkan di atas mesin amplas, sampel dipegang dengan erat dan rata karena jika tekanan tidak rata ketika memegang sampel akan terbentuk banyak bidang pada permukaan sampel. Kertas amplas harus diganti dengan grit yang lebih tinggi untuk mendapatkan permukaan yang halus dan rata.

### 3.3.5 Pemolesan Sampel

Sampel yang dilakukan proses poles adalah sampel untuk pengujian mikrostruktur. Tujuan dari proses ini untuk mendapatkan permukaan sampel yang halus dan mengkilat seperti kaca dan tanpa gores.

Permukaan sampel yang akan diamati dibawah mikroskop harus benar-benar rata. Karena jika permukaan sampel kasar atau bergelombang maka pengamatan struktur mikro akan sulit dilakukan. Hal ini disebabkan cahaya yang datang dari mikroskop dipantulkan secara acak oleh permukaan sampel.



**Gambar 3.2** Skema pemantulan cahaya pada permukaan sampel[20]

Sama seperti dengan proses pengamplasan, pemolesan sampel juga dilakukan di laboratorium metalografi dan HST. Proses ini dilakukan di mesin poles ferrous. Sebelum dipoles, pada permukaan kain poles, yang terbuat dari alumina dituangkan sedikit alumina. Kemudian mesin dinyalakan pada kecepatan rendah, sampel diletakkan pada permukaan kain poles dan diputar pada porosnya secara kontinyu dan perlahan. Proses pemolesan dilakukan hingga didapatkan permukaan sampel yang mengkilat.

### 3.3.6 Etsa Sampel

Tahapan terakhir dari proses preparasi sampel untuk pengujian metalografi adalah etsa. Proses ini dilakukan agar mikrostruktur dari sampel dapat terlihat pada mikroskop. Etsa merupakan proses penyerangan atau pengikisan batas butir

secara selektif dan terkendali melalui pencelupan ke dalam larutan pengetsa baik menggunakan listrik maupun tidak ke permukaan sampel sehingga detail struktur yang akan diamati akan terlihat jelas dan tajam.

Proses etsa terdapat dua jenis, yaitu : etsa kimia dan etsa elektrik (elektro etsa). Pengujian ini menggunakan proses etsa kimia. Proses etsa kimia merupakan proses pengetsaan dengan menggunakan larutan kimia dimana zat etsa yang digunakan memiliki karakteristik tersendiri sehingga pemilihannya berdasarkan material sampel yang akan diamati.

Material A 106 grade B merupakan jenis dari kelas baja karbon karena itu, larutan kimia yang sesuai adalah nital 2%. Larutan ini merupakan larutan asam nitrit + alkohol 95%. Tujuannya adalah untuk mendapatkan fasa pearlite dan ferrite dari sampel.

Pada proses etsa, pastikan dahulu bahwa sampel yang telah dipoles telah bersih. Pengetsaan dilakukan dengan mencelupkan permukaan sampel ke dalam zat etsa (nital 2%) selama 5-10 detik. Selama proses pencelupan sampel diputar (digoyang) jangan dibiarkan saja. Waktu pencelupan yang harus diperhatikan adalah jangan sampai permukaan sampel hangus karena terlalu lama. Setelah dicelup, permukaan dibersihkan dengan alkohol dan air kemudian dikeringkan dengan dryer hingga tidak ada lagi air yang menempel pada permukaan dan terakhir dilap dengan tissue.

### 3.4 Pengujian Air

Air yang diujikan merupakan kondensat yang berasal dari sistem geothermal pada bagian sistem injeksi air. Kondensat ini berasal dari aliran yang berbeda-beda. Karena itulah, dilakukan pengujian untuk mengetahui komposisi dari tiap kondensat. Komposisi tersebut antara lain: *P-alkalinity*, *M-alkalinity*, *Ca-Hardness*, *Total Hardness*, *Soluble Silica*, *Chloride ion*, dan *Total iron*, dll. Metode pengujian air yang dilakukan adalah metode titrasi. Berdasarkan standard JIS K 0101, untuk mengetahui nilai dari *calcium hardness* dan *total hardness* digunakan titrasi titrimetic, EDTA dimana pada titrasi *calcium hardness*, sampel air ditambah dengan 0.5 ml KCN, 3 tetes Hydroxyl Ammonium, 1 ml Buffer pH –

10, dan 3 tetes Eriochrom Black T dititrasi dengan 0.01 MEDTA dan titrasi akan berhenti hingga terjadi perubahan warna dari merah menjadi biru.

Sementara pada titrasi untuk *calcium hardness*, sampel ditambahkan dengan 4 ml KOH 50 %, 0.5 ml KCN 10 %, 0.5 ml tetes HONH<sub>3</sub>Cl 10 %, dan 5 - 6 HSNN *solution* ( indikator ), kemudian dititrasi dengan 0.01 MEDTA dimana titrasi berhenti setelah terjadi perubahan warna dari violet kemerah-merahan menjadi biru. Komposisi dari keduanya masing-masing dihitung menggunakan rumus, sebagai berikut :

$$Ca - Hardness (CaCO_3) = a \times \frac{1000}{I} \quad (3.1)$$

$$Total Hardness (CaCO_3) = a \times \frac{1000}{I} \quad (3.2)$$

Dimana,

a : volume 0.01 M EDTA yang digunakan (ml)

I : volume sampel air (ml)

Metode titrasi yang digunakan untuk pengujian komposisi *P-alkalinity* dan *M-alkalinity* adalah titrimetric, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Dimana, pada pengukuran komposisi *P-alkalinity*, sampel air ditambahkan dengan 3-5 tetes larutan Phenolphthalein, yang akan berwarna merah jika dititrasi dengan N/50 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Titrasi berhenti ketika, warna merah pada larutan menghilang.

Yang membedakan pengujian *M-alkalinity* dengan pengujian *P-alkalinity* adalah pada pengujian ini yang larutan yang ditambahkan ke sampel adalah 3 - 5 tetes larutan Methyl Red-Bromocre dimana larutan akan berwarna biru ketika dititrasi dengan N/50 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan titrasi berhenti ketika larutan berubah dari warna biru menjadi violet keabu-abuan.

Dari hasil titrasi perhitungan dilakukan sesuai dengan persamaan sebagai berikut :

$$P - alkalinity (ppm CaCO_3) = V \times \frac{1000}{I} \quad (3.3)$$

$$M - \text{alkalinity}(\text{ppm CaCO}_3) = a \times \frac{1000}{I}$$

(3.4)

Dimana,

V : volume N/50 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan (ml)

A : volume N/50 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan (ml)

I : volume sampel air (ml)

Metode pada pengujian kadar Cl<sup>-</sup> menggunakan standar 4500-Cl<sup>-</sup>,B (Titrimetri, AgNO<sub>3</sub>) dimana, pada metode ini sampel dititrasi sebanyak dua kali dengan titik akhir titrasi (perubahan warna) yang berbeda. Pertama-tama nilai pH sampel diatur oleh NaOH 1 N/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N hingga berada pada kisaran 7-10. Setelah berada di kisaran tersebut, sampel ditambah dengan 1 ml larutan K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> 5% yang kemudian dititrasi oleh 0.0141 N AgNO<sub>3</sub> hingga larutan berubah menjadi warna kuning kemerahmudaan. Setelah selesai, dilakukan proses titrasi kembali tetapi kali ini hingga warna larutan berubah menjadi jernih (bening). Setelah semua selesai, dilakukan perhitungan menggunakan rumus berikut :

$$\text{ppm as Cl} = \frac{(B - C) \times 0.5 \times 1000}{A}$$

(3.5)

Dimana,

A : volume sampel yang digunakan (ml)

B : volume AgNO<sub>3</sub> yang dibutuhkan hingga larutan berubah warna menjadi kuning kemerah-mudaan (ml)

C : volume AgNO<sub>3</sub> yang dibutuhkan hingga larutan berubah warna menjadi jernih (bening) (ml)

Pengujian selanjutnya adalah pengujian untuk mengetahui komposisi Soluble Silica dimana, berdasarkan standar-4500-Cl<sup>-</sup>,B. Pada pengujian ini, 50 ml sampel dituang ke beaker plastik dan ditambah dengan 1 ml HCl dan 2 ml Ammonium Molybdate 10%, setelah itu semuanya dicampur dan didiamkan selama 15 menit. Setelah 15 menit, ke dalam plastik beaker diambahkan 3 ml



Asam Citric 10% serta 2 ml ANSA dimana, semua itu dicampur dan didiamkan selama 10 menit.

Pengujian selanjutnya adalah Total Iron (Fe) yang sesuai standar 3500-Fe.D. Pada pengujian ini, 200 ml sampel dan 50 ml CCT ditambahkan dengan 3 ml HCl dicampur kemudian dipanaskan dalam *water bath* selama 30 menit. Setelah itu ditambahkan 1-2 tetes asam Thioglycolic dan dicampur serta didiamkan selama 1 menit. Terakhir, masukkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  hingga mencapai 30 ml ke dalam larutan. Kemudian hasil perhitungan dibandingkan dengan kurva kalibrasi (0.05-2.0 ppm Fe)

Selain unsur-unsur di atas, hasil dari pengujian air juga dapat mengetahui komposisi-komposisi unsur lainnya.

### 3.5 Pengujian Komposisi Kimia

Tujuan dari pengujian ini adalah untuk mengetahui komposisi dari material. Menurut data manufaktur, material yang digunakan adalah ASTM A 106 grade B, dengan melakukan pengujian komposisi dapat diketahui apakah material tersebut sesuai atau tidak.

Pengujian ini dilakukan di Departemen Metalurgi dan Material FT UI dengan menggunakan alat OES (*Optical Emission Spectrometer*). Dimana, sebelum pengujian alat tersebut dikalibrasi terlebih dahulu.

Prinsip dari pengujian ini adalah, material dipanaskan menggunakan arc, dimana akibat proses pemanasan ini atom-atom elemen memiliki energi yang cukup untuk berpindah ke energi yang lebih tinggi. Atom tereksitasi ke energi yang lebih tinggi sambil melepas sinar-x/*light/wave length* dimana akan ditangkap oleh detektor dan kemudian dideteksi karena setiap elemen memiliki karakteristik yang berbeda-beda.

Pada pengujian ini, sampel akan mengalami pemanasan sehingga dapat mengakibatkan perubahan struktur mikro dari sampel. Oleh sebab itu, pada penelitian ini, sampel pengujian komposisi dibuat terpisah dan tidak digunakan untuk pengujian lainnya.



**Gambar 3.3** OES (*Optical Emission Spectrometer*)

### 3.6 Pengujian Polarisasi

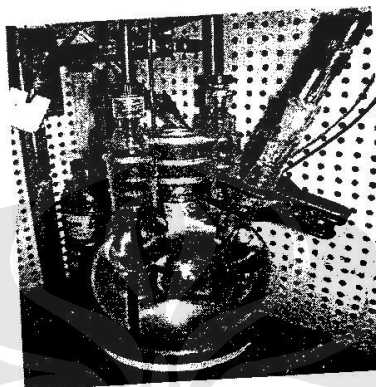
Tujuan dari pengujian ini adalah untuk mengetahui laju korosi pada setiap bagian logam dasar, HAZ, dan logam las dengan menggunakan metode ekstrapolasi tafel. Pengujian polarisasi dilakukan di laboratorium korosi dan proteksi logam, Departemen Metalurgi dan Material FTUI menggunakan software CMS 100.

Tiga jenis elektroda kerja yang berbeda (daerah las, HAZ, dan logam dasar) diuji dalam empat jenis elektrolit, yaitu kondensat CT 01, CT 02, CT 03, dan downstream. Elektroda acuan yang digunakan adalah kalomel, sedangkan elektroda tambahannya adalah grafit. Setelah elektroda kerja, elektroda acuan, dan elektroda tambahan terpasang dan terhubung dengan komputer maka software CMS segera diaktifkan. Sebelum pengujian dengan metode tafel dimulai, elektroda kerja dibiarkan terendam dalam elektrolit selama 30 menit untuk memberi kesempatan kepada elektroda kerja mencapai *steady state potential*. Setelah itu, pengujian dengan metode tafel bisa segera dilakukan dengan terlebih dahulu memasukkan semua parameter pengujian ke dalam program tafel pada software CMS.

Proses pengujian akan berjalan sendiri (otomatis) dan jika pengujian telah selesai, data yang diperoleh kemudian diolah pada folder *analysis* yang terdapat di

**Universitas Indonesia**

program CMS 100 untuk mendapatkan grafik  $E$  vs  $\log i$ . Kemudian perhitungan laju korosi dapat dilakukan yang sesuai dengan ASTM G102-89 *Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurement*. Pengujian tersebut diulangi kembali untuk sampel yang berbeda dan jenis kondensat yang berbeda pula.



**Gambar 3.4** *Potensiostat*

### **3.7 Pengujian Mikrostruktur**

Tujuan dari pengujian ini adalah untuk mengetahui struktur mikro dari material A 106 grade B pada daerah logam dasar, HAZ, dan daerah las. Pada pengujian ini, sampel yang telah diutsa diletakkan di bawah mikroskop optik. Kemudian perbesaran diatur sehingga mendapatkan gambaran mikrostruktur yang jelas. Setelah mendapatkan gambar mikrostruktur yang bagus maka penampakan tersebut difoto menggunakan kamera foto.

### **3.8 Pengujian Kekerasan**

Pengujian kekerasan dilakukan untuk mengetahui sifat mekanik dari material dimana, nilai kekerasan dari setiap daerah logam dasar, HAZ, dan daerah las akan dikonversi ke nilai kekuatan tarik sebagai pendekatannya. Metode pengujian kekerasan yang digunakan adalah metode brinell dimana, menggunakan bola baja yang diperkeras (*hardened steel ball*) sebagai indentasi dengan beban dan waktu indentasi tertentu. Hasil penekanan berupa jejak yang

berbentuk setengah bola dengan permukaan lingkaran bulat, yang harus dihitung diameternya dengan mikroskop khusus pengukur jejak.



**Gambar 3.5** *Brinell Hardness Tester*

Standar pengujian kekerasan dengan metode Kondensatll diatur dalam ASTM E 10. Adapun nilai kekerasan yang diperoleh dengan metode ini diberikan oleh rumus :

$$\text{BHN} = \frac{2P}{(\pi D)(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (3.6)$$

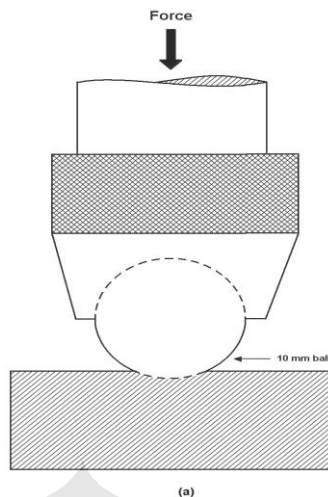
Dimana:

BHN = nilai kekerasan material dalam

P = beban (kg)

D = diameter indenter (mm)

d = diameter jejak (mm)



**Gambar 3.6** Skematis prinsip indentasi dengan metode brinell[20]

Pada pengujian ini, digunakan bola baja dengan diameter 10 mm dan beban 3000 kg sebagai indentor. Hal itu dikarenakan material ASTM A 106 termasuk ke dalam kelas carbon steel dimana sesuai dengan standar untuk pengujian logam-logam ferrous. Sementara waktu indentasi yang digunakan adalah sekitar 10 detik.

Nilai kekerasan rata-rata yang didapat dari setiap area kemudian dikonversi untuk mendapatkan pendekatan dari nilai kekuatan tarik dari setiap area sehingga dapat dilihat apakah sesuai dengan standard dari material ASTM A 106 grade B atau tidak. Konversi BHN ke kekuatan tarik (MPa) sesuai dengan persamaan berikut :

$$\text{Tensile strength (MPa)} = \text{nilai BHN} \times 3.55 \quad (3.7)$$

Sementara, konversi BHN ke tensile strength dalam (psi) adalah sebagai berikut L

$$\text{Tensile strength (psi)} = \text{nilai BHN} \times 515 \quad (3.8)$$