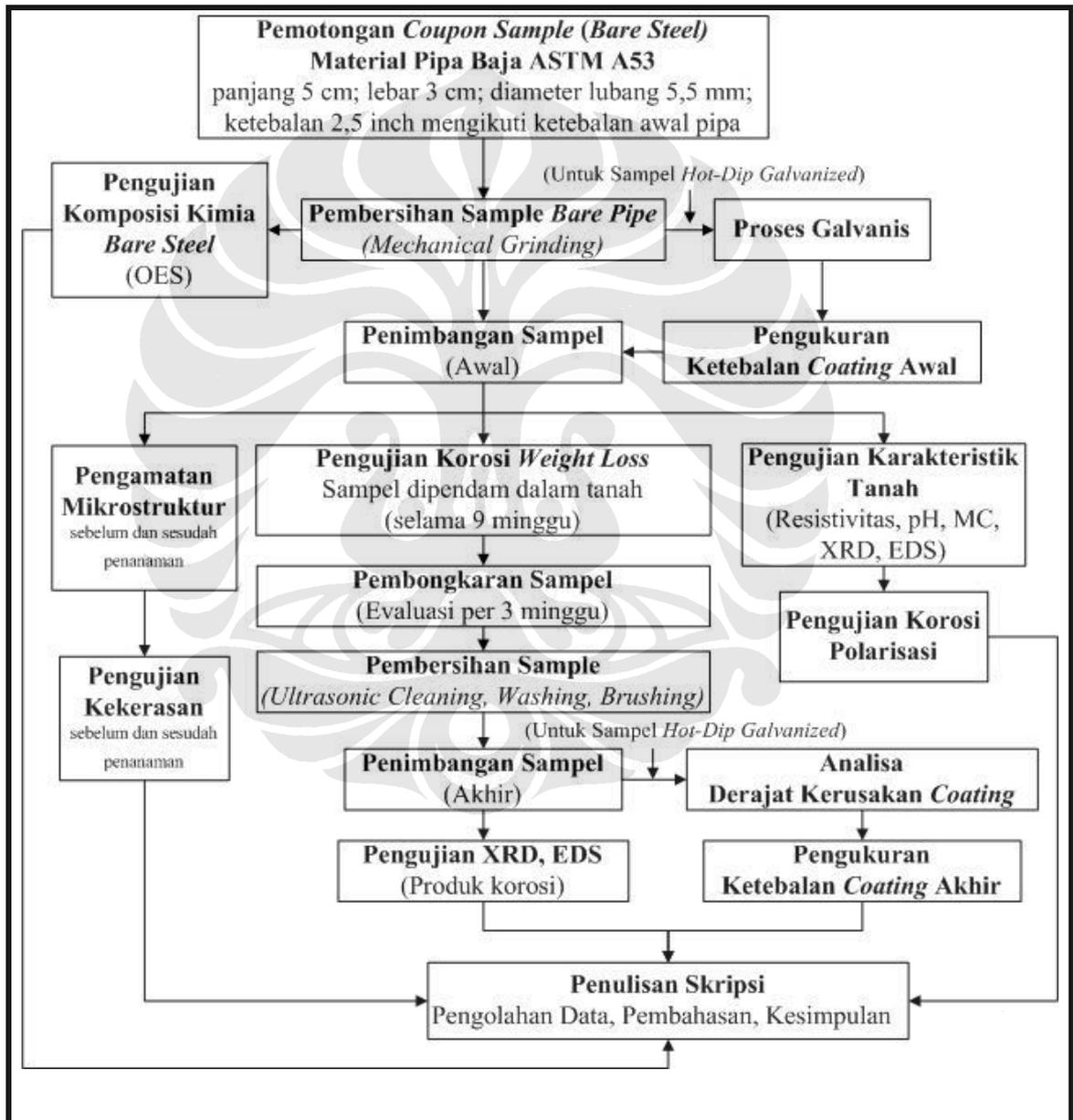


## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN



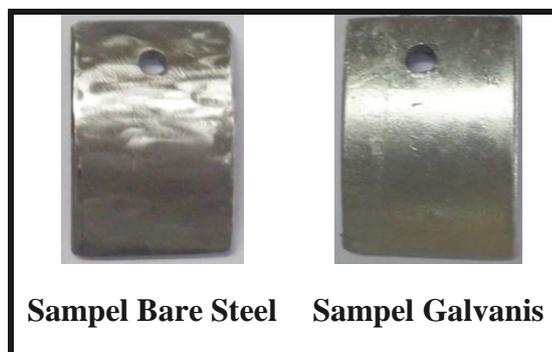
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

### 3.2 PROSEDUR PENELITIAN

Pada pengujian ini digunakan pipa baja ASTM A53 yang akan dibuat dua jenis sampel yaitu sampel *bare steel* dan sampel baja galvanis dengan proses *hot-dipped galvanizing*). Sampel-sampel tersebut diuji kekerasan dan struktur mikro sebelum maupun sesudah dilakukan pengujian korosi di dalam tanah. Pengujian korosi yang dilakukan adalah uji kehilangan berat (*weight loss test*) dan polarisasi sehingga akan didapatkan laju korosi sampel pengujian tersebut, produk korosi yang terbentuk pada sampel *bare steel* maupun sampel baja galvanis akan diuji komposisi kimianya. Kemudian kerusakan *coating* untuk sampel baja galvanis akan dianalisa dengan pemetaan derajat kerusakan *coating* (karat). Selain itu karakteristik tanah yang digunakan pada pengujian juga akan diuji meliputi resistivitas, keasaman (pH), *moisture content*, dan komposisi kimia.

#### 3.2.1 Persiapan Sample Baja Karbon (*Bare Steel*)

Pipa yang digunakan pada pengujian ini adalah pipa baja ASTM A53 dengan tebal 5,16 mm dan diameter 73 mm. Sampel yang digunakan pada pengujian ini dibuat dengan pemotongan pipa tersebut (*coupon sample*). Sampel dipotong dengan ukuran 3 x 5 cm dan diameter lubang 5,5 mm. Diameter tersebut dibuat untuk mempermudah pengikatan sampel pada proses *hot-dip galvanizing*. Sampel yang digunakan untuk semua pengujian (korosi, kekerasan, struktur mikro) dibuat dengan ukuran sama. Sampel disiapkan sebanyak 18 buah untuk masing-masing jenis sample (*bare steel* atau *hot-dip galvanized steel*) untuk satu jenis tanah. Pada pengujian ini digunakan dua jenis tanah sehingga untuk semua pengujian dibutuhkan 72 buah sampel.



Gambar 3.2 Bentuk Sampel Uji Korosi (*Coupon Test*)

Pada pengujian, satu buah sampel digunakan untuk pengujian awal (kekerasan, mikrostruktur), dan 17 sampel lainnya dipendam dalam tanah selama sembilan minggu. Pada pengujian ini dilakukan tiga kali evaluasi yaitu setiap tiga minggu sekali. Setiap evaluasi digunakan empat buah sampel dimana tiga buah sampel untuk uji kehilangan berat, satu buah sampel untuk pengujian akhir (kekerasan, mikrostruktur) dan lima sampel sisa digunakan sebagai cadangan. Sedangkan untuk sampel pengujian polarisasi, digunakan masing-masing satu buah sampel untuk satu jenis tanah.

Sebelum sampel dipendam dalam tanah, sampel harus bersih dari kotoran maupun produk korosi sehingga representatif untuk uji kehilangan berat (*weight loss test*). Pada pengujian ini digunakan *portable mechanical grinder* untuk pembersihan sampel. *Portable mechanical grinder* merupakan salah satu alat pada perlengkapan insitu *metallography* yang digunakan untuk menghilangkan lapisan oksida (*oxide scale*). Pada pengujian ini, sampel dibersihkan dengan amplas grit 120 yang ditempelkan pada *small rotating shaft* pada alat. Pembersihan sampel dengan metode tersebut khususnya dilakukan pada sampel bare steel karena sampel *hot-dip galvanized* memiliki tahapan preparasi tersendiri.



**Gambar 3.3** *Portable Mechanical Grinder*<sup>(16)</sup>

Setelah dibersihkan, masing-masing sampel diukur dimensi aktualnya karena memungkinkan proses pemotongan yang tidak sempurna. Kemudian masing-masing sampel ditimbang menggunakan timbangan *digital* untuk mendapatkan berat awal yang akan digunakan pada perhitungan uji kehilangan berat. Berat awal untuk sampel baja galvanis akan digunakan untuk mendapatkan berat *coating* yang akan menjadi kontrol untuk kehilangan berat *coating* tersebut dimana seharusnya berat yang hilang tidak lebih besar dari berat *coating* yang ada.

## 3.2.2 Persiapan Sample Baja Galvanis

### 3.2.2.1 Proses Hot-Dip Galvanizing

*Coupon sample* yang telah disiapkan pada sub bab sebelumnya kemudian disiapkan untuk membuat sampel baja galvanis. Proses *galvanizing* yang dilakukan pada pengujian ini adalah *hot-dip galvanizing*.

Tahapan proses *hot-dip galvanizing* antara lain :

1. Pengikatan Sampel

Bagian lubang pada *coupon sample* diikat oleh kawat panjang sebagai pemegang sampel saat proses pencelupan.

2. *Degreasing*

Sampel dimasukkan ke kolam *degreasing* sebesar 1000 (w) x 8000 (L) x 1000 (D) mm yang berisi *caustic soda* (NaOH) dengan kadar 10% berat dan temperatur  $60^{\circ} - 80^{\circ}$  C. Proses ini berfungsi untuk menghilangkan cat-cat, oli, lemak, dan kotoran pada pipa. Sampel dicelupkan dan diangkat berulang-ulang agar cairan merata ke seluruh permukaan.

3. *Water Rinse*

Setelah itu sampel dicelupkan ke kolam yang berisi air sebagai pembilas agar pipa bersih dari NaOH.

4. *Acid Pickling*

Setelah sampel bersih dari NaOH, sampel dicelupkan ke dalam kolam *acid pickling* yang berisi HCl dengan konsentrasi 10% - 15% dan temperatur  $20^{\circ} - 35^{\circ}$  C. Proses ini berfungsi untuk menghilangkan karat, kerak dan *mill scale*.

5. *Water Rinse*

Kemudian sampel dibilas agar bersih dari HCl (proses *acid pickling*).

### 6. *Fluxing*

Setelah bersih dari HCl, dilakukan proses *fluxing* terhadap sampel untuk menghilangkan oksida besi yang muncul setelah *acid pickling* dan mencegah pipa terkorosi setelah proses galvanisasi. Kolam proses *fluxing* ini berisi  $ZnCl_2 \cdot 3NH_4Cl$  50% berat dengan temperatur  $60^0 - 80^0$  C dan pH 4,5 – 5,5.

### 7. *Drying*

Sampel dikeringkan dengan udara hingga kering agar tidak terjadi letupan pada proses *galvanizing*.

### 8. *Galvanizing*

Kemudian sampel dicelupkan ke kolam *galvanizing* yang berisi *zinc* 99,9% dengan temperatur  $435^0 - 465^0$  C.

Setelah proses *hot-dip galvanizing* dilakukan, masing-masing sampel diukur dimensi aktualnya karena memungkinkan proses pemotongan yang tidak sempurna. Kemudian masing-masing sampel ditimbang menggunakan timbangan *digital* untuk mendapatkan berat awal yang akan digunakan pada perhitungan uji kehilangan berat.

#### 3.2.2.2 Pengukuran Ketebalan *Coating*

Selain mengukur dimensi dan berat awal, pengukuran ketebalan *coating* dilakukan pada masing-masing sampel untuk mendapatkan tebal *coating* Zn dari proses *hot-dip galvanizing*. Pengukuran ini juga dilakukan setelah pembongkaran tanah pada pengujian *weight loss* sehingga dapat diketahui apakah terdapat pengurangan tebal *coating*. Pada pengujian ini digunakan *coating thickness meter* atau *microprocessor coating thickness gauge* seri Minitest 600B.

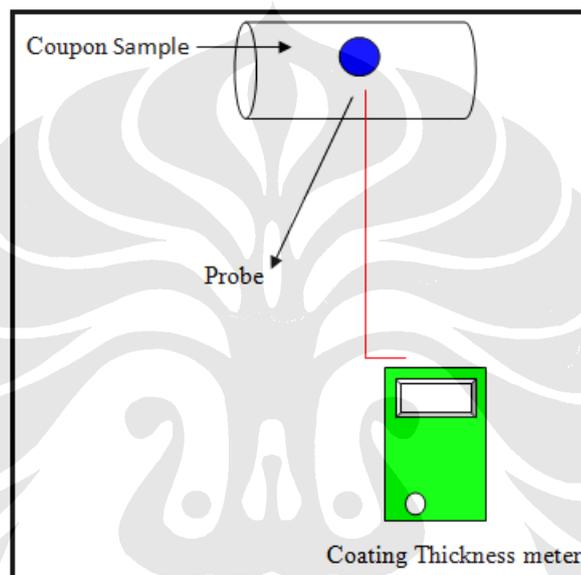
Prosedur pengukuran ketebalan *coating* antara lain :

1. Alat *coating thickness meter* dikalibrasi terlebih dahulu sesuai sampel standar.



**Gambar 3.4** *Coating Thickness Meter Minitest 600B*<sup>(14)</sup>

2. *Probe* diletakkan pada permukaan pipa yang akan diuji.



**Gambar 3.5** Skema Pengukuran *Coating Thickness*

3. Nilai ketebalan yang terukur pada *coating thickness meter* dicatat.
4. Langkah kedua dan ketiga dilakukan untuk dua titik lain pada permukaan pipa uji sehingga terdapat tiga data untuk mendapatkan tebal *coating* rata-rata.

### 3.2.3 Pengujian Korosi

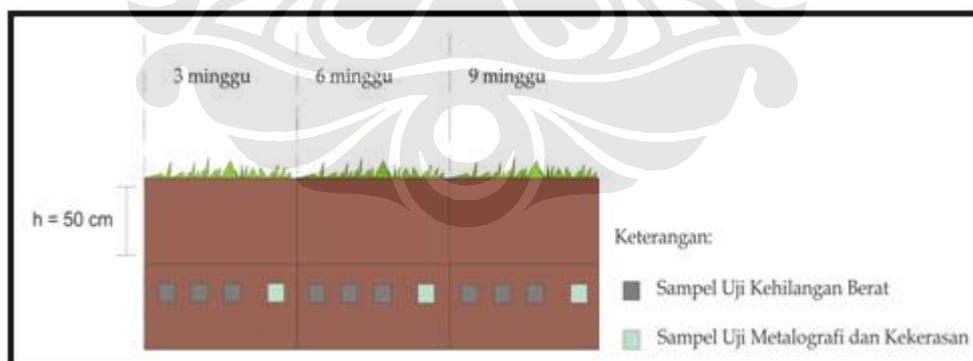
Analisa korosi untuk sampel tanpa *coating* (*bare pipe*) maupun *hot-dipped galvanized coating*, dilakukan menggunakan metode kehilangan berat yang kemudian akan dikonversi menjadi laju korosi dari sampel tersebut sesuai ASTM

G1, G4 dan A90 serta uji polarisasi untuk mengetahui daerah korosi dan laju korosi dari sampel sesuai ASTM G5. Sampel baja galvanis dianalisis kerusakan *coating*-nya secara kualitatif dengan cara pemetaan seperti yang tertera pada ASTM D610.

### 3.2.3.1 Pengujian Korosi dengan Metode Kehilangan Berat (*Weight Loss*)

Pengujian ini menggunakan metode *weight loss* yang mengacu pada ASTM G4, ASTM A90. Tujuan dari pengujian ini adalah mendapatkan *weight loss* dari *base metal* (baja) dan *coating* (*zinc*) yang kemudian dijadikan acuan untuk mendapatkan nilai laju korosi.

Pengujian korosi dilakukan dengan cara menanam *coupon* sampel di dalam tanah sedalam 50 cm dengan tujuan untuk mensimulasi korosi eksternal yang terjadi pada pipa yang di tanam di dalam tanah. Daerah yang dipilih untuk penanaman sampel adalah daerah Bekasi dan Depok. Pengujian ini dilakukan selama sembilan minggu. Setiap tiga minggu (21 hari), sampel-sampel diangkat untuk dianalisa tingkat kerusakannya melalui pengujian kehilangan berat dan derajat kerusakan *coating*.



**Gambar 3.6** Peletakan Sampel pada Tanah untuk Uji Kehilangan Berat

Setelah sampel diangkat, sampel dibersihkan dari sisa tanah maupun produk korosi dengan *mechanical treatment* yaitu sikat besi (*wire brush*) dan *non metallic brush* kemudian sampel dicuci dengan aquades. Setelah sampel bersih, masing-masing sampel ditimbang menggunakan timbangan *digital* untuk

mendapatkan berat akhir sehingga didapatkan data kehilangan berat (*weight loss*). Data tersebut digunakan untuk menghitung laju korosi dari masing-masing sampel. Pada pengujian digunakan 3 buah sampel pada setiap evaluasi sehingga didapatkan laju korosi rata-rata. Perhitungan laju korosi tersebut sesuai rumus :<sup>(17)</sup>

$$\text{Corrosion Rate} = (K \times W) / (A \times T \times D) \quad (3.1)$$

Keterangan :

K = konstanta, untuk *mils per year* (mpy) =  $3,45 \times 10^6$

T = *time of exposure* (jam)

A = luas daerah (cm<sup>2</sup>)

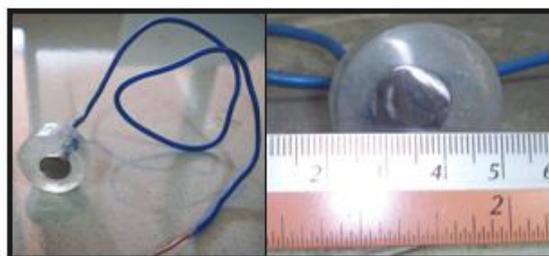
W = kehilangan berat (gram)

D = density (g/cm<sup>3</sup>), misalnya baja karbon = 7,86 g/cm<sup>3</sup> ; Zinc = 7,13 g/cm<sup>3</sup>

### 3.2.3.2 Pengukuran Laju Korosi dengan Metode Polarisasi

Pengujian ini menggunakan metode polarisasi yang mengacu pada ASTM G5. Tujuan dari pengujian ini adalah mendapatkan laju korosi dari sampel serta mengetahui daerah korosi yang terjadi dari kurva yang dihasilkan pada pengujian. Tahapan pengujian korosi metode polarisasi antara lain :

1. Sampel dipotong menjadi bentuk lingkaran dengan diameter 1 cm.

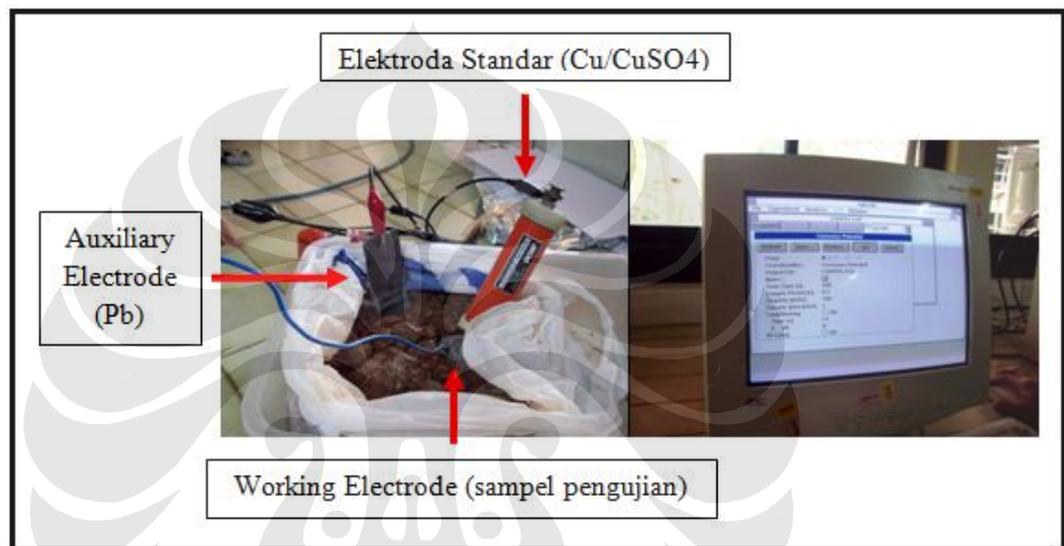


**Gambar 3.7** Bentuk Sampel Uji Polarisasi

2. Bagian tembaga pada kabel di solder ke sampel menggunakan *tin solder*.

Universitas Indonesia

3. Sampel tersebut di mounting menggunakan dengan resin dan *hardener*. Tunggu hingga mounting kering.
4. Permukaan sampel di amplas hingga rata kemudian dibersihkan dengan alkohol.
5. Hitung luas permukaan sampel aktual.
6. Rangkaian disusun sebagai berikut :



**Gambar 3.8** Skema Rangkaian Pengujian Polarisasi

Pada pengujian ini digunakan tiga elektroda yaitu elektroda standar (Cu/CuSO<sub>4</sub>), *working electrode* (sampel yang akan diuji), *auxiliary electrode* (Pb). Masing-masing elektroda kemudian hubungkan kabel-kabel tersebut ke komputer.

7. Buka software CMS 100, tunggu hingga potensial korosi stabil. Pilih metode tafel, atur setting pada komputer dengan input data luas permukaan, berat jenis dan sebagainya seperti yang tertera.
8. Tunggu hingga layar monitor menampilkan kurva polarisasi sehingga didapatkan laju korosinya.

### 3.2.3.3 Pengukuran Tingkat Kerusakan *Coating*

Pengujian ini merupakan pengujian secara kualitatif dengan metode *degree of rusting*. Pengujian ini mengacu pada ASTM D610-03. Tujuan dari pengujian ini adalah untuk mendapatkan tingkat kerusakan coating logam Zn (*hot-dipped galvanized*) pada sampel baja galvanis. Derajat kerusakan *coating* (karat) dievaluasi menggunakan skala 0-10 berdasarkan persentase dari permukaan sebagai *spot rust*, *general rust*, *pinpoint rust* atau *hybrid rust*. Prosedur evaluasi derajat kerusakan *coating* (karat) antara lain :

1. Pilih daerah yang ingin dievaluasi.
2. Tentukan jenis distribusi karat menggunakan tabel 1 dan contoh visual gambar 1, gambar 2, dan gambar 3 pada ASTM D610-03 (terlampir).
3. Perkirakan presentase daerah permukaan menggunakan gambar 1, gambar 2, dan gambar 3 pada ASTM D610-03 (terlampir).
4. Gunakan presentase dari permukaan (karat) untuk mengidentifikasi tingkat karat. Tentukan tingkat karat skala 0-10 diikuti dengan jenis distribusi karat diidentifikasi dengan *S* untuk *spot*, *G* untuk *general*, *P* untuk *pinpoint* atau *H* untuk *Hybrid*.

### 3.2.4 Pengujian Karakteristik Tanah

#### 3.2.4.1 Pengukuran Resistivitas Tanah

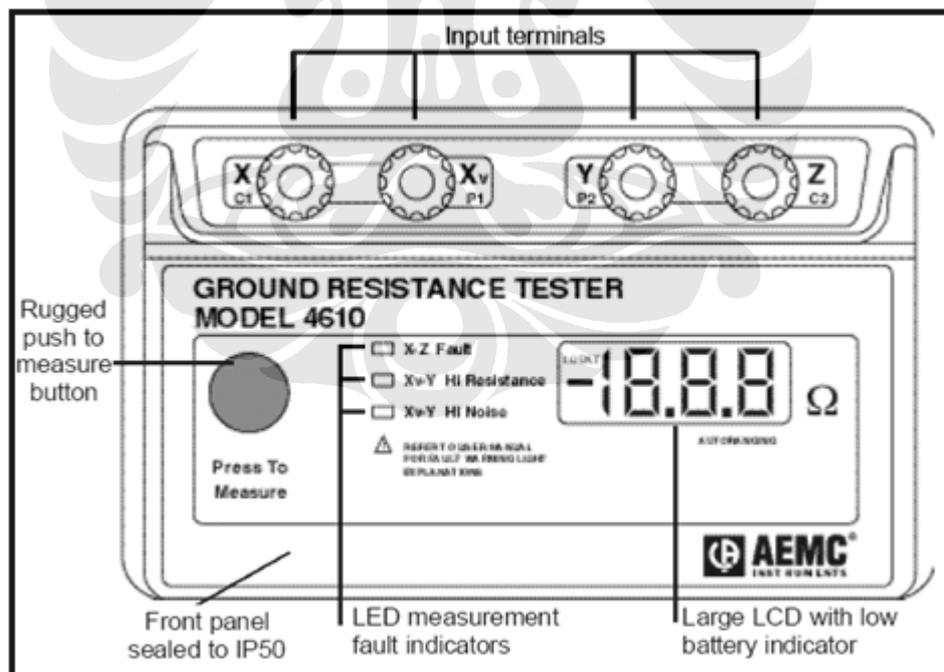
Pengujian ini mengacu pada ASTM G57. Tujuan dari pengujian ini adalah mendapatkan nilai resistivitas tanah yang merupakan faktor utama yang mempengaruhi korosi tanah. Pada pengujian ini digunakan *digital soil resistance meter 4610 (4-Point Ground Resistance Testers)*. Pengukuran resistivitas dengan metode empat terminal dapat dilakukan langsung pada tanah yang digunakan (insitu) maupun dalam skala laboratorium dengan menggunakan *soilbox*. Pada pengujian ini dilakukan pengujian skala laboratorium untuk tanah daerah Bekasi dan pengujian insitu untuk tanah daerah Depok.



**Gambar 3.9** Digital Soil Resistance Meter 4610 (4-Point Ground Resistance)

Prosedur pengujian resistivitas tanah dengan *soil box* antara lain :

1. Tanah dimasukkan ke dalam *soil box* hingga rata dan padat.
2. Kabel C1, C2, P1 dan P2 pada alat *digital resistivity meter* disambungkan dengan ke *soil box*.



**Gambar 3.10** Bagian pada *Ground Resistance Tester Model 4610*

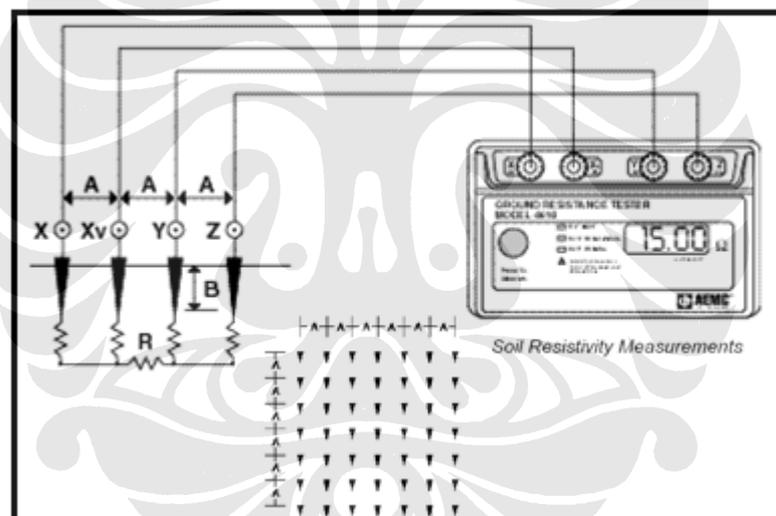


**Gambar 3.11** *Soil Box*

3. Tombol berwarna hitam ditekan untuk mendapatkan nilai pengukuran. Nilai yang dihasilkan adalah nilai resistivitas tanah tersebut (ohm.cm).

Prosedur pengujian resistivitas tanah secara insitu antara lain :

1. Pin ditancapkan dengan jarak antar pin 1m ( $a = 1$ ).



**Gambar 3.12** Skematik Peletakkan Pin pada Pengukuran Resistivitas Tanah

2. Kabel C1, C2, P1 dan P2 di alat pengukur resistivitas disambungkan dengan tiang pin.
3. Tombol pengukuran ditekan untuk mendapatkan nilai pengukuran. Nilai pengukuran di layar pengukur adalah nilai tahanan tanah (R) sehingga harus dihitung melalui persamaan Wenner untuk mendapatkan nilai resistivitas ( $\rho$ ).
4. Setelah dilakukan pengukuran 1m maka dilanjutkan dengan pengukuran 0,5 m dan 2 m.

Persamaan Wenner :

$$\rho = 2\pi AR \quad (3.2)$$

Keterangan :

R = tahanan tanah yang terbaca pada layar pengukuran

A = jarak antar pin (cm)

$\rho$  = resistivitas tanah ( $\Omega\text{cm}$ )

### 3.2.4.2 Pengukuran pH Tanah dan Moisture Content

Pengujian ini mengacu pada ASTM G51. Tujuan dari pengujian ini adalah mendapatkan nilai pH tanah yang merupakan pelengkap pengukuran resistivitas tanah sehingga dapat digunakan sebagai bantuan dalam mengevaluasi korosi pada lingkungan tanah. Pada pengujian ini digunakan pH *soil tester* dengan tahapan :

1. Alat penguji pH *soil tester* ditancapkan secara vertical hingga elektroda tembaga tertutupi oleh sampel tanah. Tanah dipadatkan agar kontak antara elektroda tembaga dan tanah terjaga.



**Gambar 3.13** Alat Pengukuran pH tanah<sup>(15)</sup>

2. Diamkan selama 3 menit dengan tujuan menstabilkan jarum skala dengan hasil pengukuran.
3. Lihat angka yang ditunjuk jarum pengukuran. Nilai pengukuran yang dihasilkan adalah pH dengan *range* 3.5 – 8.
4. Tekan tombol berwarna putih.

5. Diamkan selama 3 menit dengan tujuan menstabilkan jarum skala dengan hasil pengukuran.
6. Lihat angka yang ditunjuk jarum pengukuran. Nilai pengukuran yang dihasilkan adalah persentase kelembaban (moisture content) dengan *range* 0 - 100%.

### 3.2.5 Pengamatan Mikrostruktur

Pengujian ini mengacu pada ASTM E7. Tujuan dari pengujian ini adalah mengetahui ada tidaknya perubahan secara mikro di dalam material akibat interaksi material dengan lingkungannya selama penanaman di dalam tanah yang dapat mempengaruhi sifat mekanis dan ketahanan korosinya.



**Gambar 3.14** Alat Uji Mikrostruktur Olympus GX-51

Pada pengujian ini digunakan alat uji mikrostruktur Olympus GX-51. Prosedur pengujian yang dilakukan antara lain :

1. Sampel diampelas dengan air yang selalu mengalir menggunakan grit ampelas yang kasar hingga halus. Tahapan pengamplasan nomor 240, 600, 880, 1500.
2. Sampel kemudian dipoles hingga permukaan mengkilat dengan zat poles  $\text{TiO}_2$  (titanium dioksida) untuk sampel bare steel. Sampel dicuci dan dikeringkan agar bersih dari zat poles.
3. Sampel kemudian di etsa dengan nital 5% selama 15 hingga 20 detik. Sedangkan untuk sampel *hot-dip galvanized steel* dipoles dengan tahapan :

**Universitas Indonesia**

sampel dicelupkan pada larutan (1% *picric acid* dan 1%  $\text{HNO}_3$  dalam *amyl alcohol*) kemudian dicuci dan segera dicelupkan ke dalam larutan *picric-nitric acid* yang ditambah 3-4 tetes HF.

4. Setelah preparasi sampel selesai, sampel diletakkan pada tempatnya.
5. Pada layar komputer, buka (*double click*) *software* bernama 'analysis'
6. Klik *icon* 'acquire' untuk menampilkan gambar.
7. Pada mikroskop, pindahkan lensa ke perbesaran 50x.
8. Fokus diatur hingga mendapatkan gambar yang diinginkan. Gambar dapat langsung dilihat pada layar komputer.
9. Klik *icon camera (snapshot)* pada layar komputer untuk mengambil gambar.
10. Simpan gambar dengan klik *file* kemudian *save as*.
11. Gambar kemudian dicetak dengan klik *file* kemudian *print*.
12. Ulangi langkah delapan dan seterusnya untuk perbesaran lensa 100x dan 500x.

### 3.2.6 Pengujian Kekerasan (Vickers)

Pengujian ini mengacu pada ASTM E92. Tujuan dari pengujian ini adalah untuk membandingkan nilai kekerasan (*microhardness/HV*) sampel uji pada kondisi awal dan kondisi setelah dilakukan pengujian korosi. Pada pengujian ini digunakan alat uji *Micro Hardness* (Vickers) Matsuzawa DVK-1S dengan beban 10 kg. Prosedur pengujian yang dilakukan antara lain :

1. Sampel dipreparasi seperti langkah 1-7 pada pengujian struktur mikro. Namun sampel tidak perlu di preparasi lagi karena sampel yang digunakan adalah sampel uji struktur mikro sehingga sudah mengalami preparasi.

2. Sampel diletakkan dan dikencangkan pada *sample holder*.
3. Pilih daerah yang akan dijejak (bagian atas permukaan sampel).
4. Geser ke lensa perbesaran 20x. Fokus diatur hingga gambar terlihat dengan jelas.

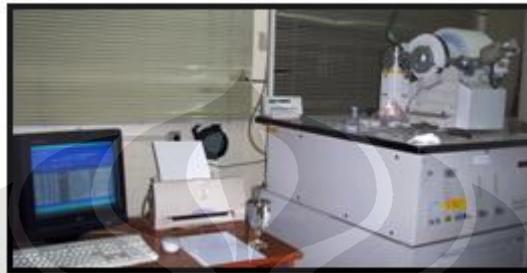


**Gambar 3.15** Alat uji Micro Hardness (Vickers) Matsuzawa DVK-1S

5. Ganti lensa dengan menggeser ke indenter *diamond*. Tombol *start* ditekan untuk melakukan penjejakan. Tunggu hingga lampu pada tombol padam.
6. Lihat gambar pada mikroskop. Kedua sumbu didempetkan lalu tekan tombol *reset* agar diameter menjadi angka nol.
7. Geser sumbu (kanan-kiri) sesuai besar jejak hingga didapatkan diameter pertama (D1). Tekan tombol *read* untuk menyimpan hasilnya.
8. Geser sumbu (atas-bawah) sesuai besar jejak hingga didapatkan diameter kedua (D2). Tekan tombol *read* untuk menyimpan hasilnya.
9. Hasil yang kemudian terbaca adalah nilai vickers *hardness* (HV).
10. Nilai D1, D2, dan HV dicatat.
11. Ulangi langkah tiga dan seterusnya untuk bagian tengah dan bawah permukaan sampel sehingga akan didapatkan nilai rata-rata dari kelima jejak tersebut.

### 3.2.7 Pengujian Komposisi Kimia (Tanah, *Bare Steel*, Produk Korosi)

Pengujian ini mengacu pada ASTM A751. Tujuan dari pengujian ini adalah mendapatkan komposisi kimia awal baja (sampel *bare steel*), produk korosi sampel *bare steel* maupun baja galvanis dan komposisi kimia dari tanah yang digunakan sebagai pendukung data penelitian untuk proses analisa hasil penelitian.



**Gambar 3.16** Peralatan Analisa XRD

Pengujian komposisi tanah dan produk korosi *bare steel* menggunakan analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan prosedur :

1. Sampel (tanah maupun produk korosi sampel *bare steel*) harus sudah dalam keadaan kering kemudian digerus hingga halus.
2. Sampel dimasukkan ke *vacuum chamber* .
3. Generator didinginkan (*X-rays on*).
4. Buka *chamber*, dapat dilihat pada monitor bahwa radiasi meningkat.
5. Tutup *chamber* kembali. Mulai pengukuran (measurement started), timbul *peak* pada monitor. Tunggu hingga satu jam.
6. Analisa terhadap *peak* tersebut dilakukan sehingga didapatkan senyawa yang ada pada sampel tersebut. Untuk menganalisa hasil pengujian XRD dibutuhkan bantuan analisa EDS untuk memudahkan penentuan *peak* tersebut.



**Gambar 3.17** Peralatan Analisa OES (kiri) dan SEM, EDS (kanan)

Komposisi kimia awal sampel *bare steel* ditentukan dengan analisa OES sehingga diketahui apakah komposisi sampel tersebut termasuk ke dalam spesifikasi baja ASTM A53. Sedangkan untuk mengetahui produk korosi sampel baja galvanis hanya digunakan analisa EDS karena sampel tersebut tidak dapat dibuat menjadi serbuk. Sampel baja galvanis juga akan di uji komposisi kimianya di bagian struktur lapisan *coating*. Untuk menguji bagian tersebut, maka sampel harus dipotong menggunakan *low abrasive cutting* agar lapisan *coating* Zn tidak rusak.



**Gambar 3.18** Peralatan *Low Abrasive Cutting*