

3.2 MATERIAL YANG DIGUNAKAN

Material yang digunakan dalam pengujian korosi ini adalah jenis paduan aluminium yaitu aluminium (1xxx).

3.3 BAHAN PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah NaCl 3,5% yang ditambahkan HCl 15 ml hingga didapat pH sekitar 3,9 dalam air suling untuk menciptakan lingkungan yang agresif terhadap korosif.

3.4 ALAT YANG DIGUNAKAN

Alat yang digunakan pada pengujian ini antara lain:

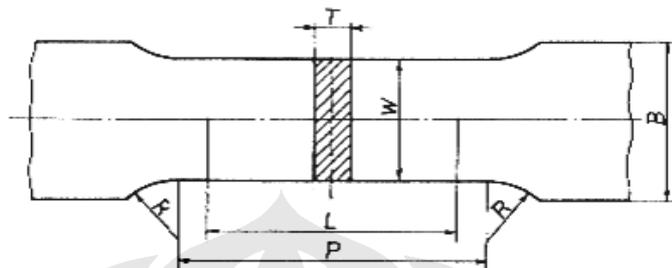
1. Mesin uji tarik Shimadzu
2. Mikroskop optik
3. *Measurement microscope*
4. Kamera digital
5. *Spectrometry*
6. Jangka sorong
7. Timbangan digital
8. Beaker glass
9. Alat pemotong pelat
10. Wadah atau ember
11. pH meter
12. Alumina sebagai media poles
13. Resin dan Hardener sebagai media mounting
14. Kertas Amplas
15. Etsa untuk melihat struktur mikro
16. Zat pickling untuk membersihkan karat yang terbentuk pada material uji

3.5 PROSEDUR KERJA

3.5.1 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 Z 2201 No. 5, dimana material berbentuk plat memiliki ketebalan berada dibawah 3 mm, sedangkan ketebalan dari material uji adalah 1 mm.



Unit : mm

Width W	Gauge length L	Parallel length P	Radius of fillet R	Thickness T
25	50	60 approx.	15 min.	Thickness of material

Gambar 3.2 Ukuran Material Uji untuk Pengujian Tarik (JIS Z 2201 No. 5).

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

3.5.2 Preparasi Sampel Uji Komposisi

Pelat material dipotong sehingga mendapatkan ukuran $3 \times 3 \text{ cm}^2$. Material yang digunakan memiliki ketebalan yang sangat tipis yaitu sebesar 0,9 mm. Ketebalan ini sudah memenuhi standar untuk mendapatkan analisis komposisinya.

Setelah sampel uji komposisi dibuat, sampel kemudian dilihat komposisinya dengan menggunakan *spectrometry* dengan mengambil beberapa titik pengujian sehingga diperoleh data rata-rata komposisi material.

3.5.3 Perhitungan 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 kedalam persamaan uji *two point bent-beam specimen*.

Untuk menghitung tegangan yang akan diberikan 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 0,9 mm untuk material jenis, dipotong menjadi beberapa bagian sehingga mendapatkan sampel uji dengan ukuran panjang 80 mm dan 8 mm.

3.5.4 Pembuatan Sampel Holder

Sampel holder dibuat disesuaikan dengan standar pengujian *Bent-Beam Stress-Corrosion Test* dari ASTM G 39 – 99. *Specimen holder* dibuat dari material yang dapat bertahan dari pengaruh lingkungan tanpa berubah bentuk. Oleh karena itu dipilih material yang terbuat dari resin 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.

3.5.5 Preparasi Permukaan Sampel

Sebelum dilakukan pengujian, kondisi permukaan haruslah di preparasi dahulu agar tidak mengganggu atau mempengaruhi hasil pengujian nantinya. Bagian permukaan material uji dihaluskan dengan menggunakan amplas berukuran 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.

3.5.6 Pembuatan Larutan

3.5.6.1 Larutan NaCl 3,5%

Larutan NaCl 3,5% digunakan sebagai larutan dasar. Larutan NaCl 3,5% dibuat dalam volume satu liter air suling. Pembuatan larutan ini adalah dengan cara memasukkan 35 gram garam NaCl ke dalam satu liter air suling. Karena massa jenis air adalah 1g/ml, maka perhitungan pembuatan larutan ini adalah sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Perhitungan NaCl} &= \frac{35 \text{ gram}}{1000 \text{ ml}} \times 100\% && \text{massa jenis air} = 1 \text{ g/ml} \\ &= \frac{35 \text{ gram}}{1000 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 3,5\% \text{ NaCl} \end{aligned}$$

3.5.6.2 Larutan HCl 15 ml

Larutan HCl yang digunakan merupakan asam klorida yang biasa digunakan untuk industry yaitu dengan konsentrasi sekitar 35%. Penambahan HCl bertujuan untuk membuat larutan lebih asam sehingga diharapkan pH berada dibawah 4.

3.5.6.3 Larutan Zat Etsa HF %

Larutan ini digunakan untuk melihat mikrostruktur daripada logam aluminium. Setelah dilakukan pemolesan dengan alumina, maka zat etsa ini ditetaskan keatas permukaan sampel yang akan diuji selama < 5 detik, tentunya

setelah dan sebelumnya dicuci dengan alcohol 98 % untuk memastikan permukaan telah bersih dari kotoran.

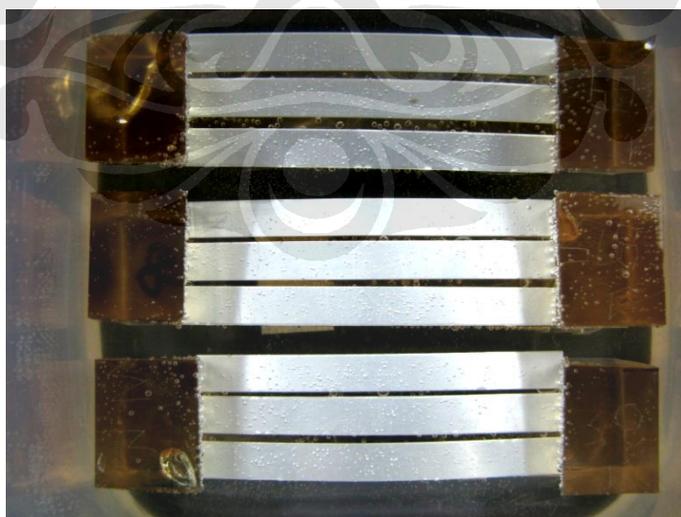
Setelah proses etsa dilakukan dengan benar, maka permukaan dibersihkan lagi dengan alcohol agar permukaan bersih dari zat etsa. Karena zat etsa ini berguna untuk membuat batas butir terlihat dengan jelas dibawah mikroskop.

3.6 PENGUJIAN KOROSI

Metode pengujian yang dilakukan yaitu *bent beam* dengan *two point loaded* dimana material uji dengan ukuran $80 \times 8 \times 0,9 \text{ mm}$, diberi beban pada kedua titik yang kemudian diletakkan selama beberapa hari dengan metode perendaman (*immersion*). Digunakan metode pengujian ini, karena diharapkan terjadi korosi retak tegang pada material uji dengan kondisi seperti pada penelitian.

3.6.1 Pencelupan Sampel didalam Lingkungan yang Korosif

Material uji dan *holder span* yang telah dipreparasi, dimasukkan dalam wadah yang telah disiapkan untuk tempat pencelupan. Sebelumnya dimasukkan larutan NaCl 3,5% yang dicampur dengan *15 ml* HCl industry sebagai media korosi, lalu celupkan *holder span* yang telah dengan material uji.



Gambar 3.3 Pengujian Korosi dengan Pengaplikasian Tegangan dimedia larutan.

Pastikan semua sampel uji terendam dalam larutan sehingga proses korosi berjalan dengan yang diharapkan. Pengujian dilakukan selama 24, 72, dan 120

jam. Setiap harinya dilakukan pengamatan pada permukaan sampel untuk melihat perkembangan korosi yang terjadi.

3.6.2 Preparasi, Pembersihan dan Evaluasi Korosi

Setelah pengujian selesai dilakukan, kemudian sampel dibersihkan agar dapat dilakukan pengamatan pada material uji. Proses preparasi dan pembersihan dilakukan berdasarkan ASTM G1 – 03 *Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens*. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan produk korosi yang terbentuk selama pengujian berlangsung.

Karena material uji dalam penelitian merupakan paduan aluminium, berdasarkan ASTM G1-03, untuk membersihkan produk korosi pada material uji, maka zat *pickling* yang digunakan merupakan campuran dari HNO₃. Proses *pickling* dilakukan dengan merendam material uji selama beberapa saat kemudian material uji dibilas dengan air mengalir dan dikeringkan dengan *hair dryer*. Setelah itu, material uji ditimbang beratnya untuk mengetahui perubahan berat yang terjadi selama pengujian. Dari data berat yang hilang dapat ditentukan laju korosi material dalam satuan *milimetres per year* (mm/y).

Tabel 3.1 Prosedur Pembersihan Kimia untuk Menghilangkan Produk Korosi^[22]

Designation	Material	Solution	Time	Temperature	Remarks
C.1.1	Aluminum and Aluminum Alloys	50 mL phosphoric acid (H ₃ PO 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 ₂ SO 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 ₂ SO ₄ , sp gr 1.84) 30 g sodium dichromate (Na ₂ Cr ₂ O ₇ ·2H ₂ O) 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 ₂ SO 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 ₂ O 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) ₂ HC ₆ H ₅ O 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."

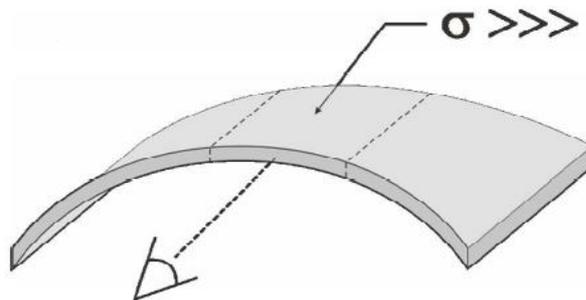
3.6.3 Pengamatan Metalografi

Pengamatan metalografi dilakukan dengan tujuan untuk melihat mikrostruktur dari aluminium sebelum dan setelah dilakukan pengujian. Pengamatan metalografi sebelum penelitian dilakukan untuk mengetahui kondisi awal dari material sebelum mengalami pembebanan dan terkena media korosif. Pengamatan metalografi dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik.

Pengamatan mikrostruktur setelah pengujian dilakukan bertujuan untuk mengetahui karakteristik korosi pada material uji. Pengamatan dilakukan melalui pemilihan letak sampel yang representatif. Pada penelitian ini, sampel yang digunakan untuk pengamatan mikrostruktur ditiga bagian, yaitu bagian aluminium pada bagian tepi (beban paling kecil), bagian tengah (beban yang paling besar), dan pada bagian diantaranya (beban yang lebih kecil).

Pengambilan sampel dilakukan dengan cara memotong sampel dengan menggunakan alat potong plat. Bagian yang akan diamati pada sampel yaitu bagian tebal material, dan bagian permukaan material. Dengan melihat melalui permukaan material diharapkan dapat mengetahui degradasi apa yang terjadi pada material, pengaruh tegangan dengan *pitting*. Untuk penglihatan dari bagian tebal material, diharapkan dapat diketahui apakah terjadi inisiasi *crack* untuk korosi retak tegang dan proses korosi lainnya.

Setelah pengujian dilakukan, proses pembersihan, pengeringan, dan penimbangan telah dilakukan. Untuk bagian permukaan material uji, pengamatan dilakukan dengan mikroskop optik untuk melihat proses korosi baik secara makro dan mikro. Pengamatan makro dengan perbesaran 30X dan pengamatan mikro dengan perbesaran 200X.



Gambar 3.4 Daerah Pengamatan Mikrostruktur pada Sampel.

Untuk pengamatan pada bagian tebal material, sampel uji dipotong 1 cm kekanan dan kekiri dari puncak bending seperti pada Gambar 3.4. Kemudian dilakukan preparasi untuk melihat struktur yang terjadi selama proses penelitian. Tahapan dalam preparasi sampel untuk melihat struktur material uji yaitu :

1. Proses *mounting* pada sampel uji yang telah dipotong dengan ukuran 20 x 0,9 mm dengan menggunakan *castable mounting*. Proses *mounting* ini berguna untuk memudahkan dalam memegang sampel saat dilakukan pengamplasan.
2. Proses pengamplasan pada sampel uji yang telah dimounting untuk menghaluskan permukaan material dengan menggunakan kertas amplas (SiC) grid 600, 800, 1200, 1500.
3. Proses pemolesan permukaan material yang akan diamati dengan menggunakan media poles alumina. Pemolesan dilakukan untuk mendapatkan permukaan material yang halus dan mengkilap.
4. Proses pengamatan material uji dengan menggunakan mikroskop optik dan merekam gambaran pada material setelah proses pengujian.
5. Proses pengukuran degradasi material setelah pengujian dengan menggunakan *measuring microscope*. Pengukuran panjang retak ini dilakukan untuk melihat apakah material uji mengalami perubahan selama proses pengujian.