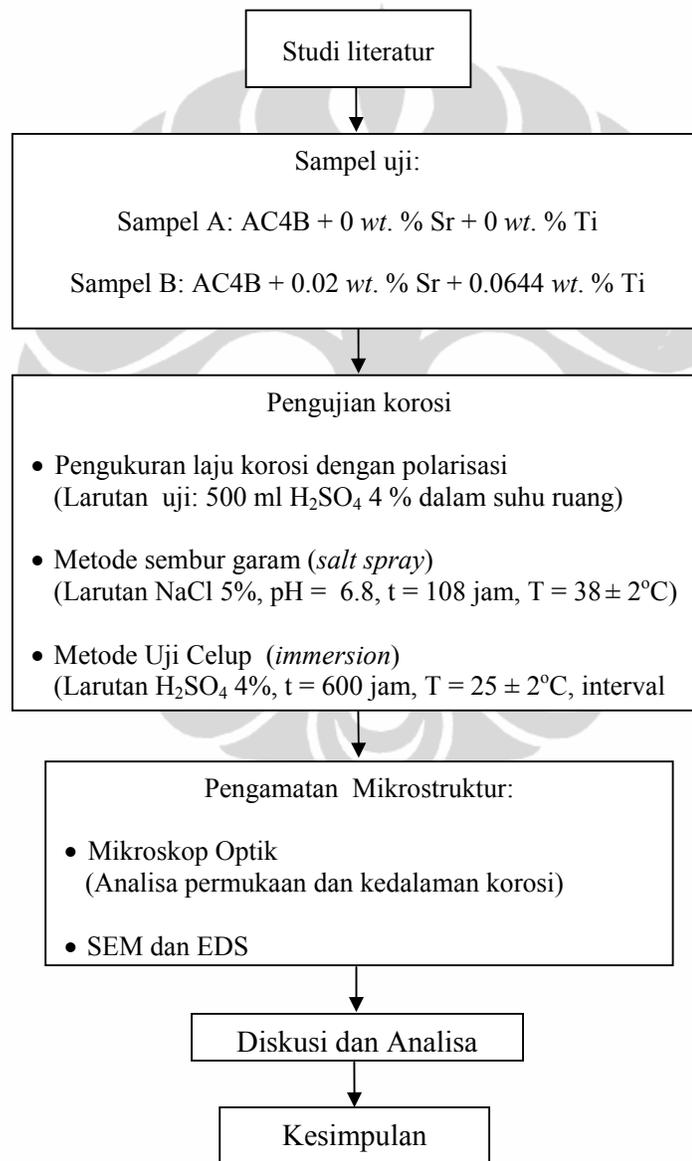


BAB 3 Metode Penelitian

3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian dilakukan dengan mengikuti diagram alir berikut.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.2 Peralatan dan Bahan

3.2.1 Peralatan

3.2.1.1 Peralatan untuk Pengujian Korosi dengan Metode Sembur Garam^[24,25]

- a) *Fog Chamber*
- b) Bejana larutan garam
- c) *Pen-suply*
- d) Nozzel atomisasi
- e) Alat pemanas untuk *chamber*
- f) *Salt spray device*
- g) *Beaker glass* 1000 ml
- h) Spatula
- i) Cawan Petri
- j) pH meter
- k) Termometer
- l) Alat pendukung lainnya: sarung tangan, masker, *hair dryer*, spidol, tang penjepit

3.2.1.2 Peralatan untuk Pengujian Korosi dengan Metode Uji Celup^[26]

- a) *Beaker glass* 100, 300, dan 1000 ml
- b) Gelas ukur 10 dan 25 ml
- c) *Ultrasonic bath*
- d) Timbangan digital
- e) spatula
- f) Botol Aquades
- g) Termometer
- h) Pipet ukur
- i) Alat pendukung lainnya: sarung tangan, masker, *hair dryer*, spidol, tang penjepit

3.2.1.3 Peralatan untuk Pengujian Laju Korosi dengan Polarisasi

- a) *Inert container*
- b) *Saturated Calomel Electrode (SCE)*
- c) *Voltmeter*
- d) *Beaker glass 500 ml*
- e) *Spatula*
- f) Lain-lain : spidol, masker, dan sarung tangan.

3.2.1.4 Peralatan untuk Pengamatan Mikrostruktur

- a) Amplas mesh 80, 120, 240, 360, 400, 500, 600, 800, 1000, 1200, 1500
- b) Mesin amplas merek Ecomet
- c) Mesin Poles merek Ecomet
- d) Mikroskop optik merek Olympus
- e) Scanning Electron Microscope LEO 420i
- f) Lain-lain : spidol, kain lap beludru, tang penjepit, masker dan sarung tangan.

3.2.2 Bahan

Penelitian ini menggunakan bahan-bahan:

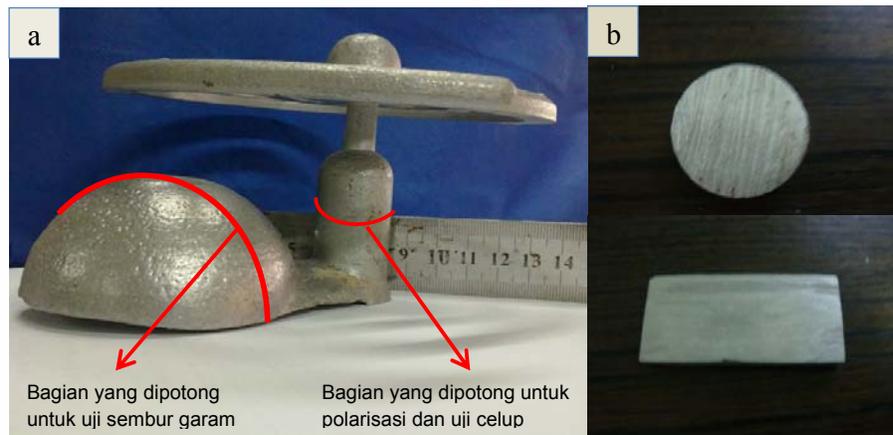
- a) Paduan aluminium AC4B tanpa stronsium dan titanium (0 wt. % Ti dan 0 wt. % Sr) dan dengan 0.02 wt. % Sr dan 0.063, 0.083, 0.108 wt. % Ti.
- b) *Sulfuric Acid H₂SO₄ 4%*
- c) NaCl 5%
- d) Air Demineral
- e) HNO₃ 65 %
- f) Aseton
- g) Zat poles alumina
- h) Zat etsa reagen Keller (3 ml HCl + 5 ml HNO₃ + 2 ml HF (48%) + 190 ml H₂O)

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Sampel

Sampel yang akan diteliti terdiri dari paduan AC4B dengan komposisi 0 wt. % Ti dan 0 wt. % Sr dan dengan 0.02 wt. % Sr dan 0.064, 0.0855, 0.103 wt. % Ti. Sampel untuk pengujian mikrostruktur dan pengujian korosi diambil dari paduan AC4B hasil dari uji fluiditas. Kemudian paduan tersebut dipotong secara manual menggunakan gergaji tangan. Sampel untuk pengujian mikrostruktur kemudian dimounting secara manual dan dilanjutkan dengan proses pengamplasan dengan menggunakan kertas amplas dari ukuran mesh yang terkecil (80 mesh) sampai yang terbesar (1500 mesh). Setelah itu sampel tadi dipoles dengan menggunakan mesin poles Ecomet dengan menggunakan zat alumina (Al_2O_3) dan kain beludru hingga diperoleh permukaan mengkilap dan bebas dari goresan/mirror finishing. Sampel kemudian di etsa dengan menggunakan reagen Keller (3 ml HCl + 5 ml HNO₃ + 2 ml HF (48%) + 190 ml H₂O) selama 8 - 15 detik^[27]. Dengan menggunakan reagen Keller maka akan terlihat struktur dendrit dari α -Al yang terbentuk.

Sampel untuk pengujian korosi dengan metode sembur garam dan uji celup dipotong secara manual menggunakan gergaji tangan. Sampel untuk sembur garam dipotong dalam bentuk persegi panjang dengan ukuran rata 45 mm x 23 mm x 4 mm. Sampel untuk uji celup dipotong dari bagian yang bulat dengan ukuran diameter rata-rata 20 mm dan tebal 3 mm dan kemudian permukaannya dihaluskan dengan mesin bubut. Sampel untuk uji laju korosi dengan polarisasi dipotong dari bagian yang bulat dengan ukuran diameter rata-rata 10 mm dan tebal 2 mm dan kemudian permukaannya dihaluskan dengan mesin bubut dan diampelas dengan amplas dari ukuran mesh 80 sampai mesh 600. Total luas permukaan sampel dihitung untuk mengukur kalkulasi akurat dari area yang diekspose nantinya. Sampel tersebut kemudian ditandai untuk mengenali jenis sampel. Sebelum dilakukan pengujian korosi, sampel tersebut dibersihkan terlebih dahulu dengan menggunakan aseton dan dilakukan di dalam *ultrasonic bath* agar bebas dari kotoran yang menempel pada permukaan sampel sehingga hasil yang diperoleh nantinya benar-benar akurat^[28].



Gambar 3.2 Sampel paduan AC4B (a) sebelum dipotong, (b) setelah dipotong.

3.3.2 Proses Pengujian

Pengujian yang dilakukan adalah pengujian korosi, menggunakan metode: polarisasi, *salt spray test* (uji sembur garam), *immersion test* (uji celup).

3.3.2.1 Pengukuran Laju Korosi dengan Polarisasi Sampel

Metode polarisasi merupakan metode pengujian korosi untuk menentukan potensial korosi atau laju korosi dari benda uji. Prosedur yang harus dilakukan untuk pengujian ini adalah sbb:

1. Menyiapkan larutan H_2SO_4 4 % 0.75 M 500 ml.
2. Memasang sampel uji pada *specimen holder* dengan satu sisi harus bersentuhan dengan larutan dan sisi lainnya harus ditutup.
3. Menyusun sel polarisasi sesuai dengan standar pemasangan instrumen pengukur polarisasi.
4. Memasukkan H_2SO_4 4 % 0.75 M ke dalam bejana ukur sampai menutupi seluruh permukaan sampel, sebagian larutan NaCl yang sama dimasukkan ke dalam elektroda calomel.
5. Memasukkan elektroda kalomel ke dalam sel dan diatur sedemikian rupa agar jarak dari ujung selektroda ke permukaan sampel jadi sedekat mungkin.

6. Menyiapkan komputer dengan program CMS – 100 (*corrosion measurement system*) dan memilih *folder* percobaan dengan program potensial dinamik.
7. Memasukkan data hasil pengujian pada instrumen.
8. Mengulangi prosedur di atas untuk masing-masing sampel.



Gambar 3.3 Rangkaian alat potensiometer.

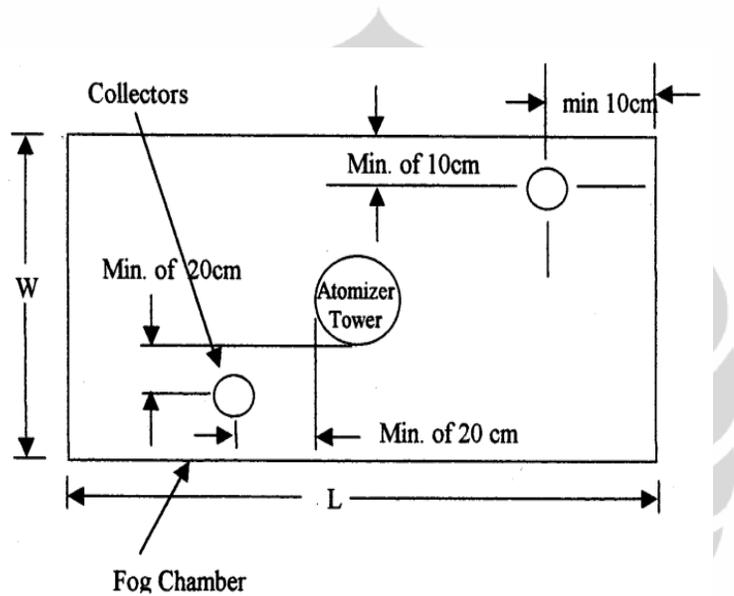
Pengukuran yang harus dilakukan ketika preparasi adalah pengukuran luas permukaan sampel dan pengukuran densitas sampel yang gunanya untuk mengetahui berat *equivalent* sebagai data yang akan dimasukkan ke dalam *software* pengukur laju korosi.

3.3.2.2 Pengujian Korosi dengan Metode Sembur Garam

Metode pengujian jenis ini cukup sederhana, sesuai dengan namanya metode ini bertujuan untuk menghitung kecepatan korosi dari material yang bekerja pada lingkungan yang mengandung larutan garam seperti air laut (NaCl). Peralatan yang dibutuhkan diantaranya adalah *chamber* yang di dalamnya terdapat *sprayer* (penyemprot) untuk menyemprotkan larutan NaCl dengan konsentrasi 3.5 hingga 20 %. Sebelum dimasukkan ke dalam chamber, sampel dibersihkan dan ditimbang terlebih dahulu, baru setelah itu disusun di dalam chamber dengan sudut kemiringan 15 – 30°. Pastikan jarak sampel diatur sedemikian rupa sehingga tidak bersentuhan satu dengan lainnya. Setelah itu dilakukan penyemprotan, sample-sample tersebut ditempatkan pada kondisi yang sama dengan suhu dan pH tetap. Suhu ditahan pada $38 \pm 2^{\circ}\text{C}$ (98°F), pH diatur sampai berkisar antara 6.5

hingga 7.2 dengan waktu ekspos berkisar antara 8 hingga 3000 jam tergantung dari sampelnya.

Kondisi pengujian pada penelitian ini diantaranya larutan NaCl yang digunakan sebesar 5% dengan kadar pH 6.8, temperatur $38 \pm 2^\circ\text{C}$, dan waktu ekposnya selama 108 jam. Setelah melewati 108 jam, sampel dipindahkan dan dikeringkan. Kemudian difoto dan produk *rust* (karat) yang menempel pada sampel dibersihkan.



Gambar 3.4 Skema alat uji sembur garam ^[25].

Gambar 3.5 Rangkaian alat uji sembur garam.

3.3.2.3 Pengujian Korosi dengan Metode Uji Celup

Pengujian korosi dengan metode ini dikenal dengan metode pengujian hilang massa (*weight loss*). Pada pengujian ini sampel dicelupkan ke dalam larutan asam dalam hal ini larutan yang digunakan adalah larutan H_2SO_4 4 % 0.75 M. Volume larutan H_2SO_4 4 % 0.75 M yang digunakan disesuaikan dengan luas permukaan masing masing sampel dengan rasio 0.2 – 0.4 ml/mm² atau 125 – 250 ml/in²)^[26]. Rasio yang digunakan dalam penelitian ini adalah 0.3 ml/mm². Sampel kemudian dibersihkan dengan aseton di dalam *ultrasonic bath* selama 30 menit, dikeringkan dengan *hair dryer*, dan ditimbang dengan timbangan analitik. Kemudian menyiapkan perangkat peralatan uji yang nyaman dan mudah digunakan. Alat yang digunakan sebagai *chamber* adalah botol aqua dengan ukuran 330 ml.

Kondisi operasi yang disetting adalah suhu dijaga pada $25 \pm 2^\circ\text{C}$, waktu pencelupan selama 600 jam dengan interval pengamatan pada jam ke 120, 360, dan 600^[9]. Pengukuran yang harus dilakukan sebelum pengujian adalah pengukuran luas permukaan dan penimbangan berat sampel setelah dipreparasi.



Gambar 3.6 Proses pembersihan sampel dengan aseton di dalam *ultrasonic bath*.



Gambar 3.7 Pengujian dengan metode uji celup dalam larutan H_2SO_4 4 % 0.75 M aerated.

3.3.2.4 Pengamatan Mikrostruktur

Pengujian mikrostruktur dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik digital dan SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang dilengkapi EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) pada Departemen Metalurgi dan Material Universitas Indonesia (Gambar 3.7). Pengujian dengan mikroskop optik ini dimaksudkan untuk melihat mikrostruktur dari paduan AC4B, karakteristik silikon dan fasa-fasa yang terbentuk serta mengetahui kedalaman korosi pitting dan merata. Sedangkan pengujian SEM/EDS dilakukan untuk meneliti hasil korosi merata pada permukaan paduan AC4B. Sebelum melakukan pengamatan foto mikro, sampel di etsa dengan menggunakan reagen Keller selama 8-15 detik^[27]. Sedangkan untuk analisa SEM/EDS, setelah dilakukan uji korosi tidak dilakukan proses pencucian ataupun etsa pada sampel ini agar dapat dianalisa morfologi permukaan sampel yang tertutup produk korosi dan fasa-fasa yang terbentuk.



Gambar 3.8 Alat SEM dan mikroskop optic

3.3.2 Pembersihan Sampel Setelah Uji Korosi

3.3.2.1 Uji Sembur Garam

Setelah melewati proses uji sembur garam dan difoto dengan kamera digital, sampel dibilas dengan menggunakan air demineral untuk menghilangkan garam yang menempel di permukaan sampel^[9,24,25]. Sampel yang telah dibilas dengan air demineral ini digunakan untuk analisa SEM/EDS. Sedangkan untuk melihat adanya korosi sumuran pada permukaan sampel, produk korosi yang menutupi permukaan sampel harus dihilangkan dengan menggunakan larutan kimia, yaitu HNO_3 . Sampel dicelupkan di dalam larutan HNO_3 65 % selama 3 menit, dilanjutkan dengan pencucian menggunakan aseton yang dilakukan di dalam *ultrasonic bath*^[28] selama 30 menit. Sampel kemudian dikeringkan dengan menggunakan *hair dryer*. Setelah itu sampel dapat dianalisa lebih lanjut.

3.3.2.2 Uji Celup

Untuk mengetahui persentase kehilangan berat, sebelum ditimbang permukaan sampel dibersihkan terlebih dahulu dari produk korosi. Proses pencucian setelah uji celup dilakukan dengan merendam sampel didalam larutan HNO_3 65 % selama 2 menit, dilanjutkan dengan pencucian menggunakan aseton yang dilakukan di dalam *ultrasonic bath*^[28] selama 30 menit. Setelah itu sampel dikeringkan dengan menggunakan *hair dryer* dan dapat dilanjutkan dengan proses penimbangan berat dengan menggunakan timbangan analitik.