

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah penelitian eksperimental nyata (*true experimental research*). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penggunaan ekstrak daun jambu biji (*Psidium Guajava L.*) sebagai inhibitor laju korosi baja SS 304 dalam asam sulfat dengan variasi konsentrasi. Disamping itu juga dilakukan studi literatur baik dari buku, jurnal maupun dari internet untuk memperoleh informasi tambahan berkenaan dengan penelitian yang dilakukan.

### 3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada rentang waktu Januari 2014 sampai Maret 2014. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Proses Produksi I, Laboratorium Metalurgi Fisik dan Laboratorium Metrologi Industri, Jurusan Teknik Mesin, dan Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia, Universitas Brawijaya. Ekstraksi daun jambu biji dilakukan di Laboratorium Hama Penyakit dan Tanaman, Jurusan HPT, Universitas Brawijaya. Pengujian elektrokimia dilakukan di Laboratorium Elektrokimia, Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

### 3.3 Variabel Penelitian

Variabel yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

#### 1. Variabel bebas

Variabel bebas adalah variabel yang besarnya ditentukan sebelum penelitian.

Variabel bebas yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- a. Variasi konsentrasi asam sulfat yaitu 75%, 85%, dan 95%.
- b. Variasi konsentrasi inhibitor yaitu 0 ppm, 1000 ppm, 2000 ppm, 4000 ppm, dan 6000 ppm.

#### 2. Variabel terikat

Variabel terikat adalah variabel yang besarnya tergantung dari variabel bebas. Dalam penelitian ini variabel terikatnya yaitu laju korosi.

#### 3. Variabel terkontrol

Variabel terkontrol adalah variabel yang nilainya dikonstantakan. Dalam hal ini yang menjadi variabel terkontrol adalah:

- a. Dimensi baja SS 304 yaitu 25mm x 20mm x 5mm
- b. Temperatur ruang (25<sup>0</sup> C)
- c. Waktu perendaman yaitu 3 hari

### 3.4 Alat dan Bahan Penelitian

#### 3.4.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

##### 1. *Power Hacksaw*

Digunakan untuk memotong spesimen.



Gambar 3.1 *Power Hacksaw*

Spesifikasi :

- 220 V
- 50-60 Hz
- 2.34 kW

##### 2. Dapur Listrik

Untuk mengeringkan spesimen setelah dicuci dengan air suling.



Gambar 3.2 Dapur listrik

Spesifikasi :

- Merk : OPENBAU HOFMAN
- Buatan : Austria
- Tipe : E/90
- Voltage : 220 V
- Daya : 3.3 kW
- Suhu Maks.: 1100 °C

### 3. Gelas Beker

Untuk meletakkan larutan asam sulfat dengan konsentrasi yang sudah ditentukan.



Gambar 3.3 Gelas beker

### 4. Timbangan Elektrik

Digunakan untuk menimbang berat spesimen sebelum dan sesudah direndam dalam asam sulfat.



Gambar 3.4 Timbangan elektrik

Spesifikasi :

- 220 V
- 50-60 Hz
- 0,3 A
- 10 Watt
- Ketelitian 0,0001 gr

#### 5. Sand Paper

Digunakan untuk menggosok spesimen sebelum dilakukan foto mikrostruktur.



Gambar 3.5 Sand paper

Spesifikasi :

- Merk : Saphir
- Buatan : Jerman
- Roda kerja 200-250 mm
- 1.5 kVa
- 230 V
- 50-60 Hz
- Kecepatan putar roda kerja 600 rpm
- 44 kg

#### 6. Sarung Tangan

Digunakan untuk melindungi tangan dari larutan asam sulfat.

#### 7. Penjepit

Untuk mengangkat spesimen setelah direndam dalam gelas beker.

#### 8. Kertas Gosok (amplas)

Digunakan untuk membersihkan dan menghaluskan permukaan spesimen.

Ukuran yang digunakan 500 dan 1000.

### 3.4.2 Bahan Penelitian

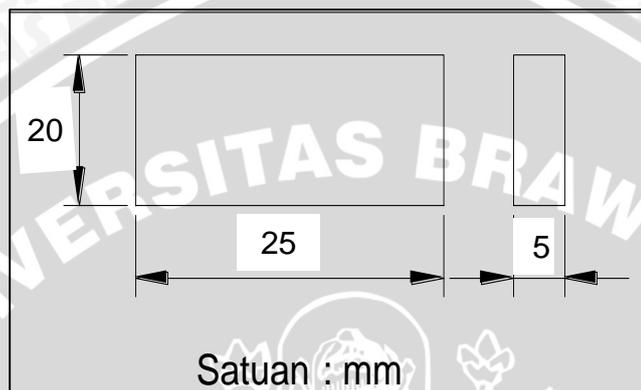
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini:

1. Baja SS 304 dengan dimensi sebagai berikut :

Panjang : 25 mm

Lebar : 20 mm

Tebal : 5 mm



Gambar 3.6 Dimensi spesimen

Material baja SS 304 (AISI 304) memiliki densitas  $8,03 \text{ g/cm}^3$  dengan komposisi kimia sebagai berikut:

- Besi (Fe) : 68,64 %
- Karbon (C) : 0,08 % (maks.)
- Mangan (Mn) : 2,00 % (maks.)
- Kromium (Cr) : 18 – 20 %
- Nikel (Ni) : 8 – 10,5 %
- Silikon (Si) : 1 % (maks.)
- Sulfur (S) : 0,03 % (maks.)

2. Larutan Asam Sulfat

Larutan ini dibuat dengan mengencerkan asam sulfat 95% menjadi 75% dan 85%, masing-masing sejumlah 100 ml sesuai rumus pengenceran.

3. Aquades

Digunakan untuk mencuci spesimen setelah dilakukan perendaman.

4. Ekstrak daun jambu biji

Ekstrak daun jambu biji digunakan sebagai inhibitor korosi dalam larutan asam sulfat.

### 3.5 Rancangan Penelitian

#### 3.5.1 Pengujian Elektrokimia

Dalam penelitian ini digunakan metode pengujian elektrokimia dengan teknik polarisasi potensiodinamik. Metode pengujian ini dilakukan dengan menggunakan Autolab PGSTAT 302N dengan *software* NOVA. Hasil dari pengujian ini berupa kurva polarisasi. Instalasi penelitian pengujian polarisasi dapat dilihat pada Gambar 3.8. Komponen – komponen yang terdapat pada pengujian elektrokimia antara lain:

##### 1. Potensiostat

Potensiostat yang digunakan pada penelitian ini adalah Autolab PGSTAT 302N.



Gambar 3.7 Autolab PGSTAT 302N

##### 2. Elektroda Kerja

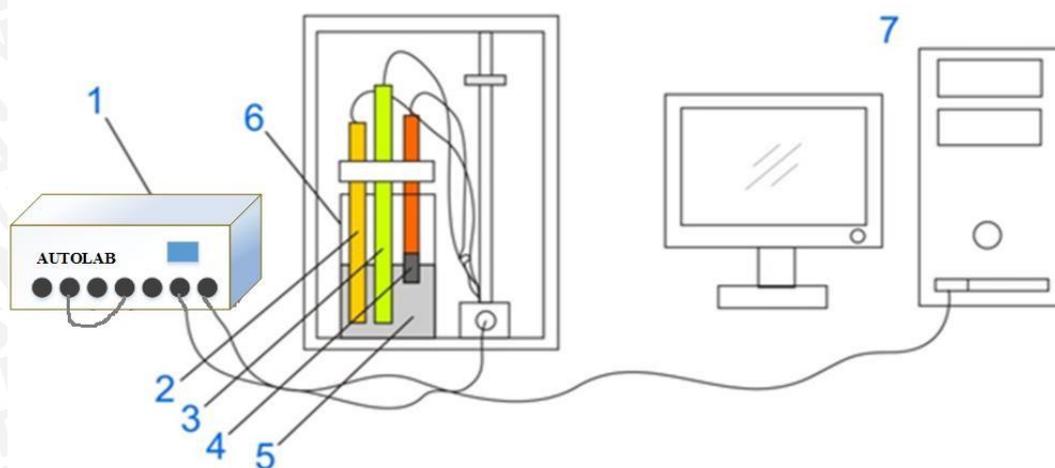
Elektroda kerja berupa baja SS 304 dengan dimensi seperti pada Gambar 3.6. Spesimen tersebut kemudian ditutupi dengan resin sehingga tersisa luas permukaan  $100 \text{ mm}^2$ .

##### 3. Elektroda Bantu

Elektroda bantu yang digunakan pada penelitian ini adalah platina (Pt).

##### 4. Elektroda Acuan

Elektroda acuan yang dipakai pada penelitian ini adalah elektroda Ag/AgCl.



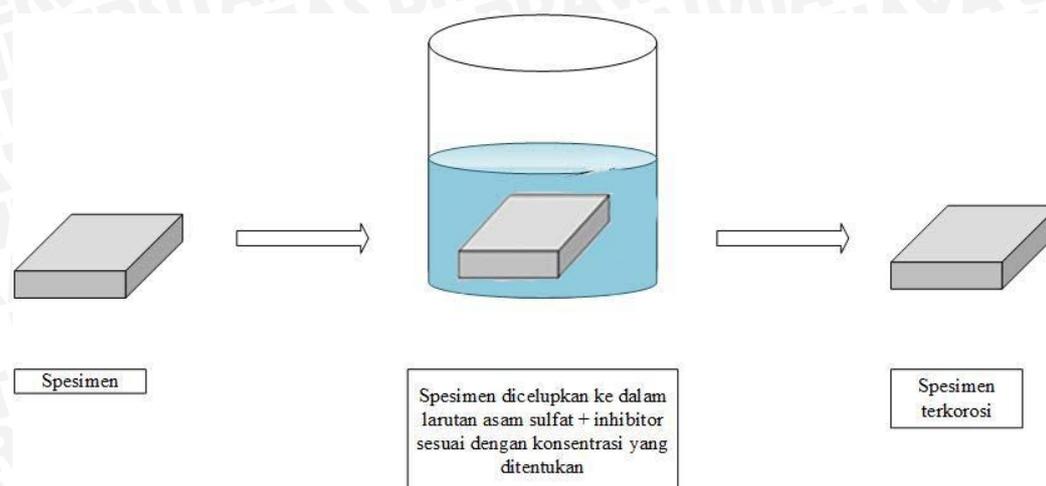
Gambar 3.8 Instalasi penelitian pengujian polarisasi

Keterangan:

1. Alat potensioostat
2. Elektroda acuan
3. Elektroda bantu
4. Elektroda kerja (spesimen)
5. Elektrolit (asam sulfat + ekstrak daun jambu biji)
6. Gelas beker
7. Perangkat komputer

### 3.5.2 Pengujian Kehilangan Massa

Pengujian ini dilakukan hanya sebagai pembandingan dengan pengujian elektrokimia. Laju korosi dari pengujian ini dibandingkan dengan laju korosi hasil pengujian elektrokimia, apakah polanya sama atau tidak. Rancangan pengujian laju korosi metode kehilangan massa ditunjukkan pada Gambar 3.9



Gambar 3.9 Model penelitian korosi

### 3.6 Prosedur Penelitian

#### 3.6.1 Prosedur Pembuatan Ekstrak Daun Jambu Biji

1. Daun jambu biji dipilih kemudian dihaluskan dengan cara diblender.
2. Hasilnya diambil 10 gram lalu tambahkan larutan etanol 96% sebanyak 250 ml diaduk hingga tercampur dan diekstraksi dengan temperatur  $50^{\circ}\text{C}$  dan lama ekstraksi 150 menit.
3. Hasil ekstraksi berupa filtrat didinginkan dan disaring, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer.
4. Erlenmeyer dipanaskan pada temperatur  $100^{\circ}\text{C}$  untuk menguapkan etanol dan air.
5. Ekstrak yang didapat kemudian dicuci dengan eter kemudian dikeringkan dalam oven.
6. Ekstrak yang didapat ditimbang untuk mengetahui hasil ekstraksinya.

#### 3.6.2 Prosedur Pengujian FTIR

1. Nyalakan spektrofotometri FTIR lalu hubungkan dengan komputer sebagai *recorder*-nya.
2. Atur bilangan gelombang.
3. Gerus Kristal KBr dengan menggunakan mortar sebagai wadahnya dan lumpang sebagai penghancurnya.
4. Masukkan Kristal KBr yang telah dihaluskan ke dalam *chamber* sampel spektrofotometri FTIR.
5. Lakukan pembacaan pada KBr tersebut.

6. Pembacaan KBr tersebut dilakukan sebagai *background* atau *blank*.
7. Bersihkan *chamber*, mortar dan lumpang yang telah digunakan sebelumnya.
8. Ambil kristal KBr dan inhibitor ekstrak daun jambu biji ke dalam mortar yang telah bersih tadi dengan perbandingan 5:1.
9. Campur sampai tercampur rata.
10. Masukkan ke dalam *chamber* yang telah bersih.
11. Amati dan catat spektrum yang di dapat.

### 3.6.3 Prosedur Penyiapan Spesimen

1. Potong plat baja SS 304 dengan ukuran 20 x 25 x 5 mm.
2. Bersihkan kotoran – kotoran minyak dan *grease* yang menempel pada pelat uji.
3. Gosok spesimen dengan amplas ukuran 500 dan 1000 mesh hingga permukaan spesimen benar – benar halus.
4. Mencuci spesimen dengan aquades lalu dikeringkan dalam dapur listrik dengan suhu 110°C selama 1 jam.

### 3.6.4 Prosedur Pembuatan Media Korosi

1. Menghitung massa larutan dari volume larutan asam sulfat sebesar 100 ml.
2. Menghitung massa asam sulfat dari larutan.
3. Menghitung massa air.
4. Menghitung volume asam sulfat yang dibutuhkan untuk membuat larutan asam sulfat 75% sebanyak 500 ml.
5. Mengulang langkah 4 untuk larutan asam sulfat 85% dan 95%.
6. Menghitung jumlah inhibitor yang ditambahkan yaitu sebesar 1000 ppm, 2000 ppm, 4000 ppm, dan 6000 ppm untuk tiap konsentrasi asam sulfat.
7. Mencampur larutan asam sulfat dengan inhibitor.

### 3.6.5 Prosedur Pengujian Polarisasi

1. Menyiapkan spesimen uji.
2. Pasangkan spesimen dengan cara menjepit spesimen pada elektroda kerja.
3. Menurunkan elektroda kerja sampai spesimen tercelup dalam larutan asam sulfat.

4. Setelah itu kabel elektroda kerja, elektroda bantu dan elektroda acuan dihubungkan ke Autolab yang sudah tersambung dengan komputer yang terinstal *software* Nova.
5. Sebelum program dilaksanakan, elektroda – elektroda yang sudah terhubung dibiarkan selama 10 menit agar potensial dan arus yang mengalir stabil.
6. Membuka *software* NOVA, dan memasukkan potensial inisial sebesar -0,1 V, potensial akhir 0,1 V dan *scan rate* 0,001 V/detik.
7. Setelah didapatkan hasil kurva polarisasi linier, mengeluarkan spesimen dari elektroda penjepit.

### 3.6.6 Prosedur Pengujian Kehilangan Massa

Langkah – langkah yang dilakukan pada pengujian ini adalah:

1. Siapkan 5 spesimen untuk setiap variasi pengujian.
2. Timbang massa awal setiap spesimen.
3. Masukkan spesimen ke dalam gelas beker yang sudah berisi larutan asam sulfat dan inhibitor ekstrak daun jambu biji.
4. Tunggu sampai 3 hari, angkat spesimen lalu dicuci dengan aquades dan dipanaskan lagi dalam dapur listrik dengan suhu 110°C selama 1 jam.
5. Setelah 1 jam, spesimen dikeluarkan kemudian ditimbang untuk memperoleh massa akhir.

### 3.6.7 Prosedur Pengambilan Data dan Pengolahan Data

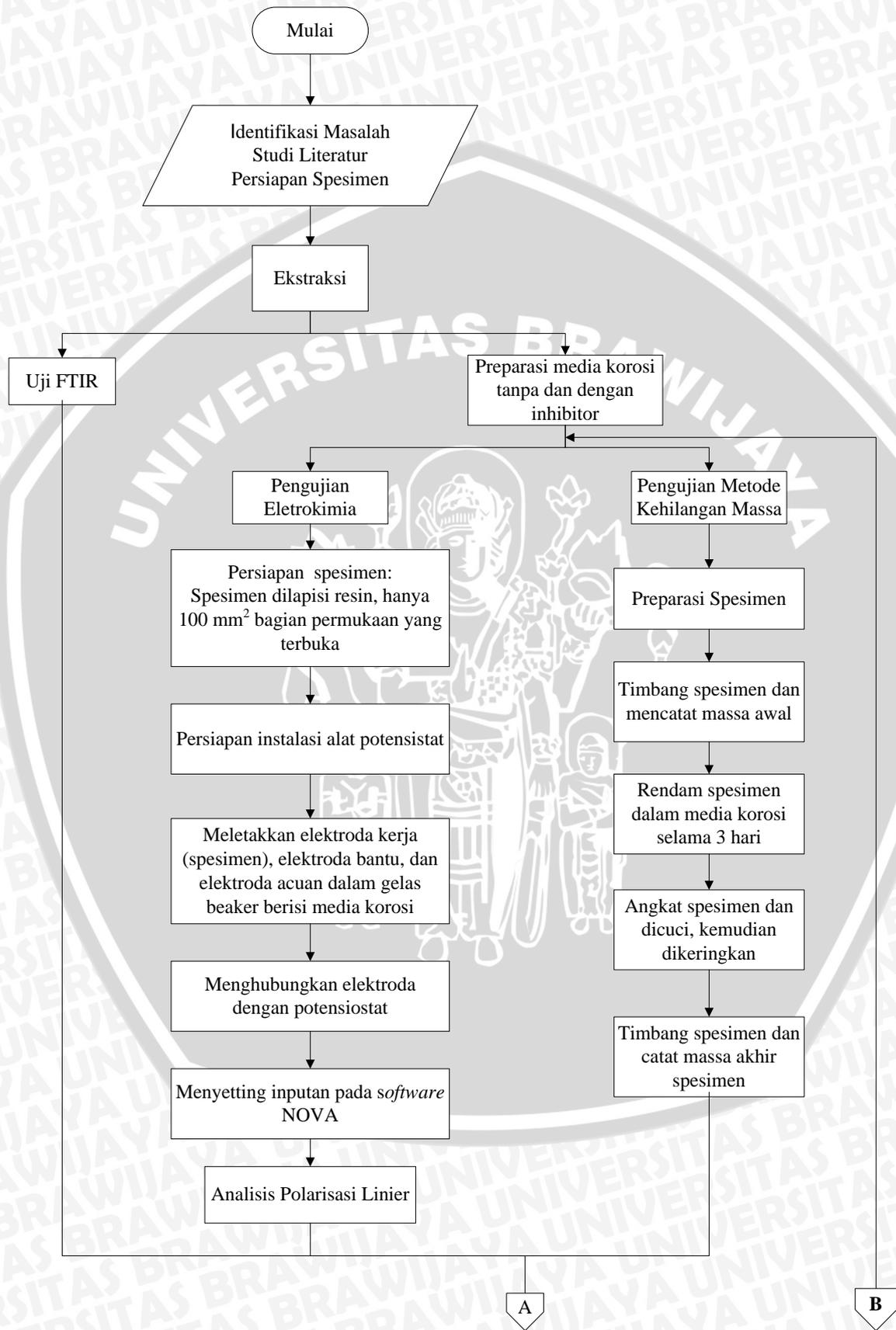
Langkah – langkah yang dilakukan untuk mengetahui besar laju korosi dengan uji polarisasi yaitu:

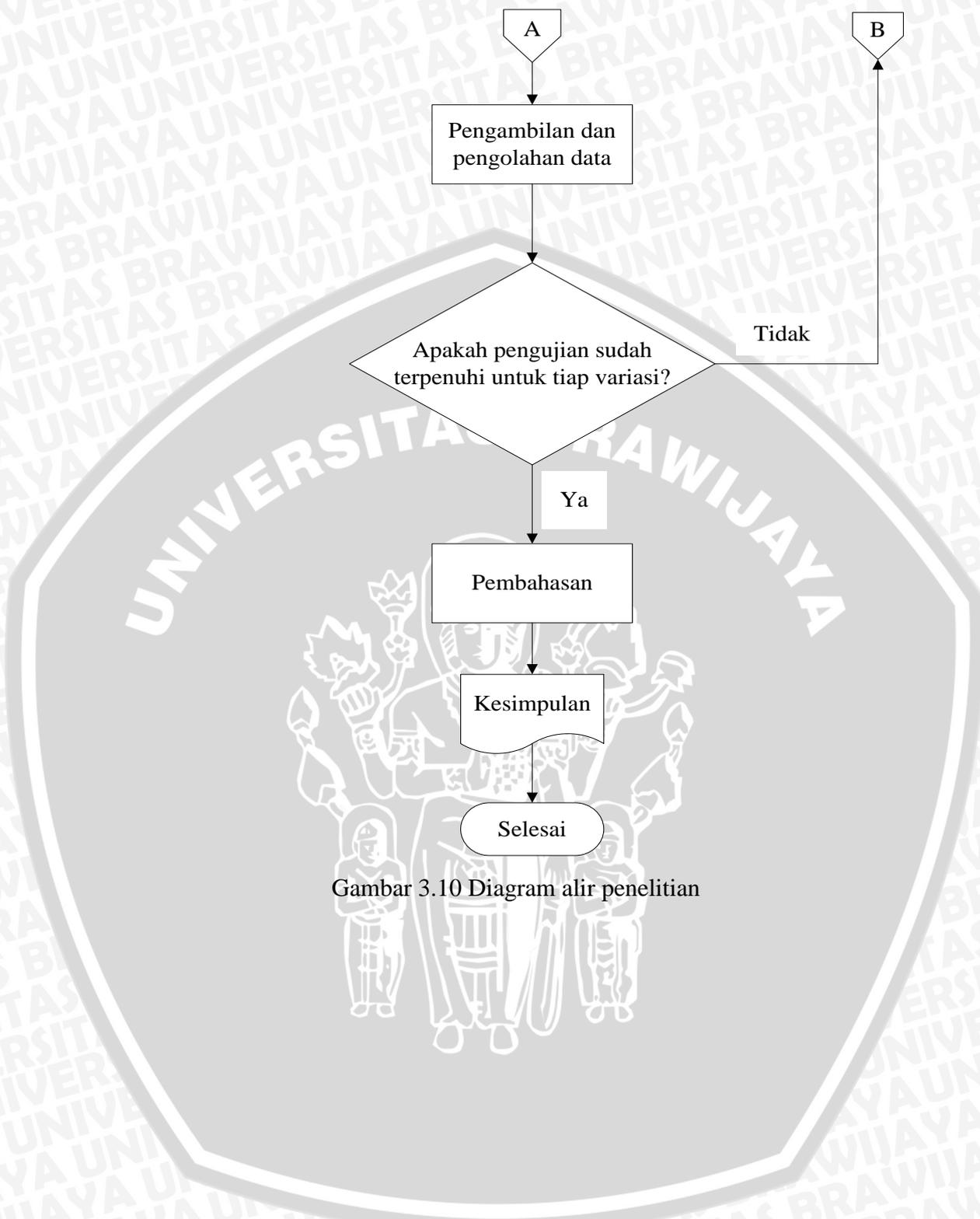
1. Mencatat data yang dihasilkan dari *software* NOVA.
2. Mencatat hasil laju korosi yang tertera pada kurva hasil analisa polarisasi linier.

Langkah – langkah yang dilakukan untuk mengetahui besar laju korosi dengan uji kehilangan massa yaitu:

1. Mencatat massa awal spesimen dan berat akhir setelah perendaman.
2. Menghitung massa yang hilang dengan cara massa awal dikurangi dengan massa akhir sesuai dengan konsentrasi yang telah ditentukan.
3. Massa yang hilang digunakan untuk menghitung besar laju korosi.

### 3.7 Diagram Alir Penelitian





Gambar 3.10 Diagram alir penelitian