



TUGAS AKHIR - TF091381

**KAJIAN EKSPERIMENTAL TERHADAP
NATRIUM SILIKAT BERBASIS NANOSILIKA
DARI LUMPUR LAPINDO SEBAGAI INHIBITOR
KOROSI PADA *DUCTILE CAST IRON***

**EWING APRIYAN DANANJAYA
NRP 2412 105 014**

**Dosen Pembimbing
Dr-Ing. Doty Dewi Risanti, S.T., M.T.
Lizda Johar Mawarani, S.T., M.T.**

**JURUSAN TEKNIK FISIKA
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2014**



FINAL PROJECT - TF091381

***EXPERIMENTAL STUDY OF SODIUM SILICATE
BASED ON NANO SILICA FROM LAPINDO MUD
AS CORROSION INHIBITOR ON DUCTILE CAST
IRON***

**EWING APRIYAN DANANJAYA
NRP 2412 105 014**

Advisor Lecturer

**Dr-Ing. Doty Dewi Risanti, S.T., M.T.
Lizda Johar Mawarani, S.T., M.T.**

**Department of Physics Engineering
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh November Institute of Technology
Surabaya 2014**

**KAJIAN EKSPERIMENTAL TERHADAP NATRIUM
SILIKAT BERBASIS NANOSILIKA DARI LUMPUR
LAPINDO SEBAGAI INHIBITOR KOROSI PADA
*DUCTILE CAST IRON***

TUGAS AKHIR

Oleh :

Ewing Apriyan Dananjaya

NRP : 2412 105 014

Surabaya, 22 Juli 2014
Mengetahui/Menyetujui

Pembimbing I,

Pembimbing II,


Dr. Ing. Doty Dewi R., S.T., M.T.
NIPN. 19740903 199802 2 001


Lizda Johar M., S.T., M.T.
NIPN. 19740815 199703 2 001

Ketua Jurusan
Teknik Fisika FTI-ITS


Dr. Ir. Totok Soehartanto, DEA
NIPN. 19650309 199002 1 001

**KAJIAN EKSPERIMENTAL TERHADAP NATRIUM
SILIKAT BERBASIS NANOSILIKA DARI LUMPUR
LAPINDO SEBAGAI INHIBITOR KOROSI PADA
*DUCTILE CAST IRON***

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik

pada

Bidang Studi Rekayasa Bahan
Program Studi S-1 Jurusan Teknik Fisika
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

EWING APRIYAN DANANJAYA
NRP. 2412 105 014

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr-Ing. Doty Dewi R., S.T., M.T. (Pembimbing I)
2. Lizda Johar M., S.T., M.T. (Pembimbing II)
3. Dyah Sawitri, S.T., M.T. (Penguji I)
4. Dr. Ir. Purwadi A. D., M.Sc. (Penguji II)
5. Detak Yan P., S.T., M.Sc. (Penguji III)

**SURABAYA
JULI 2014**

KAJIAN EKSPERIMENTAL TERHADAP NATRIUM SILIKAT BERBASIS NANOSILIKA DARI LUMPUR LAPINDO SEBAGAI INHIBITOR KOROSI PADA DUCTILE CAST IRON

Nama : Ewing Apriyan Dananjaya
NRP : 2412.105.014
Program Studi : S1 Teknik Fisika
Jurusan : Teknik Fisika FTI-ITS
Dosen Pembimbing I : Dr.-Ing. Doty Dewi Risanti, ST,MT
Dosen Pembimbing II : Lizda Johar M., ST,MT

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai natrium silikat berbasis nanosilika dari lumpur Lapindo sebagai inhibitor korosi pada ductile cast iron. Pada penelitian ini dilakukan 3 metode sintesis natrium silikat, yaitu dengan melakukan ekstraksi senyawa nanosilika dari lumpur lapindo untuk kemudian disintesis menjadi natrium silikat, serta 2 metode lainnya dengan mereaksikan serbuk lumpur dengan 50 ml NaOH 7 M atau dengan NaOH 10 M pada temperatur 90°C. Diperoleh bahwa silika hasil ekstraksi telah berhasil berukuran nano, yaitu sebesar 95 nm dengan analisi perhitungan menggunakan persamaan scherrer dan 3,19 nm dari pengujian menggunakan SEM dan analisis software image-J. Selain itu inhibitor natrium silikat sintesis mampu menahan laju korosi hingga 0,115 mpy, dengan efisiensi natrium silikat tertinggi sebesar 95,35%. Berdasarkan pengujian korosi dengan media air garam (NaCl 3,5%) diperoleh bahwa hanya perlu 2 ml inhibitor natrium silikat hasil sintesis untuk mencapai efisiensi yang sama dengan 6 ml inhibitor natrium silikat komersial dan 8 ml inhibitor referensi (Aditya, 2014).

Kata Kunci : nanosilika, inhibitor, natrium silikat, korosi, efisiensi.

DESIGN OF MEASUREMENT SYSTEM OF SEDIMENTATION SLUDGE BASED ON ULTRASONIK WAVES AND ARDUINO MICROCONTROLLER

Name

: MOCHAMAD SUEB

NRP

: 2411 031 019

Supervisor

: Detak Yan pratama, ST, MSc.

ABSTRACT

In the industrial world, there are water tanks (reservoirs) that serves as supplay water for power generation. In the rainy season the water naturally shelters will suffer as a result of sedimentation silting mud settles and causes silting of reservoirs that would affect changes in reservoir capacity of the reservoir. Therefore, tools are needed that can measure the height of the sediment in the water reservoir. In the final project titled design sludge sedimentation measurement system at the shelter as a reservoir water level of cost efficiency efforts and time. With the design of sedimentation sludge measurement system using Arduino microcontroller as well as control data processing on HC SR04 ultrasonic sensor and a potentiometer 10k barrier. measuring instrument can measure the sedimentation of mud above the water surface to the top surface of the sediment. Measurement is done by displaying the measurement results of sedimentation, sediment mud gauge has two ultrasonic measuring devices namely HC SR04 and Potentiometer 10k, of these two devices have the accuracy that has been accounted for, such as HC SR04 ultrasonic accuracy error is 0.75% and the accuracy of the potentiometer 10k is 0.85%.

Keywords: Sedimentation, Potentiometers, Ultrasonic and Microcontroller.

KATA PENGANTAR



Dengan memanjatkan puji dan syukur kehadirat Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat, taufiq serta hidayah-Nya, dan juga mengucapkan salawat dan salam pada Nabi Muhammad SAW yang telah menuntun ke jalan yang terang sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan tugas akhir yang berjudul **“Kajian Eksperimental terhadap Natrium Silikat Berbasis Nanosilika dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi pada *Ductile Cast Iron*”** ini tepat pada waktunya.

Tugas Akhir ini merupakan salah satu persyaratan yang harus dipenuhi setiap mahasiswa sebelum menyelesaikan pendidikannya di program studi S-1 jurusan Teknik Fisika FTI-ITS. Dengan terangkainya beberapa ilmu yang telah didapatkan dan digunakan dalam tugas akhir ini diharapkan untuk mampu mengaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari.

Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Ir. Totok Soehartanto, DEA selaku Ketua Jurusan Teknik Fisika.
2. Ibu Dr-Ing Doty Dewi Risanti ST, MT serta ibu Lizda Johar Mawarani, ST, MT selaku dosen pembimbing yang telah memberikan saran serta bimbingannya.
3. Ir. Zulkifli, M.Sc selaku kepala Laboratorium Rekayasa Bahan atas segala fasilitas laboratorium yang diberikan.
4. Ir. Ronny Dwi N M.Kes selaku dosen wali yang telah memberikan motivasi kepada penulis untuk senantiasa bersemangat dalam belajar.
5. Seluruh keluarga besar Laboratorium Rekayasa Bahan atas segala bantuan yang telah diberikan.

Dalam penyusunan laporan tugas akhir ini tentunya masih banyak kekurangan baik menyangkut isi maupun bahasa yang digunakan sehingga tidak menutup kemungkinan bagi penulis untuk menerima kritik maupun saran yang membangun demi tersempurnakannya laporan tugas akhir ini. Besar harapan kami semoga tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Surabaya, 22 Juli 2014

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
ABSTRAK.....	v
ABSTRACT.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	4
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 5
2.1 Bahanan Nanosilika dan Aplikasinya.....	5
2.2 Potensi Mineral di Dalam Lumpur Lapindo	6
2.3 Korosi pada Larutan Garam.....	7
2.4 Pencegahan Korosi pada Larutan Garam.....	7
2.5 Prinsip Dasar Korosi Logam.....	11
2.6 Inhibitor sebagai Pengendali Korosi.....	18
2.7 Pengaruh pH dalam Laju Korosi Paduan Logam.....	20
2.8 Ductile Cast Iron.....	21
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	 23
3.1 Persiapan Alat dan Bahan.....	24
3.2 Ekstraksi Senyawa Nanosilika (SiO_2).....	24
3.3 Sintesis Senyawa Natrium Silikat (Na_2SiO_3).....	31
3.4 Pengujian Korosi.....	33
3.5 Pengujian Sampel.....	40

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	43
4.1 Analisis Nanosilika dengan FTIR dan XRD.....	43
4.2 Analisis Ukuran Partikel.....	45
4.3 Hasil Uji Korosi.....	46
4.4 Hasil Uji Komposisi Produk Korosi.....	49
4.5 Analisis Hasil Korosi dengan Mikroskop.....	51
4.6 Kinerja Inhibitor Natrium Silikat pada Larutan Garam.....	53
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	61
5.1 Kesimpulan.....	61
5.2 Saran.....	61
DAFTAR PUSTAKA.....	63
LAMPIRAN A PERUBAHAN Ph AKIBAT PENAMBAHAN Na_2SiO_3 PADA LARUTAN GARAM	
LAMPIRAN B HASIL PRODUK UJI KOROSI PADA LARUTAN GARAM	
LAMPIRAN C PERHITUNGAN JARAK ANTAR ATOM O-Si DARI NANOSILIKA	
LAMPIRAN D HASIL UJI SEM SAMPEL PASCA UJI KOROSI	
LAMPIRAN E ASTM G31-72	
LAMPIRAN F ASTM G1-03	
LAMPIRAN G NACE RP0775-2005	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	XRD silika referensi dan komersial	6
Gambar 2.2	Gugus nitrogen pada kafeina mendonorkan elektronnya pada ion besi (II)	10
Gambar 2.3	Jenis-jenis korosi	14
Gambar 2.4	Pembentukan lapisan tipis pada mekanisme penghambatan korosi menggunakan inhibitor korosi	20
Gambar 2.5	Pengaruh pH terhadap laju korosi	21
Gambar 2.6	Mikrostruktur dari ductile cast iron/nodular cast iron	21
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian	23
Gambar 3.2	Proses preparasi lumpur Lapindo	25
Gambar 3.3	Proses ekstraksi silika	26
Gambar 3.4	Bragg's law	27
Gambar 3.5	Skema kerja FTIR	29
Gambar 3.6	Prinsip kerja SEM	30
Gambar 3.7	Sintesis natrium silikat metode A	32
Gambar 3.8	Proses sintesis natrium silikat	33
Gambar 3.9	Sampel uji korosi	34
Gambar 3.10	Proses pengamplasan sampel	35
Gambar 3.11	Proses pemolesan sampel	36
Gambar 3.12	NaCl SAP sebagai bahan pembuatan larutan NaCl 3,5%	36
Gambar 3.13	Penimbangan sampel menggunakan timbangan Mettler Toledo MS104S	38
Gambar 3.14	Prinsip kerja mikroskop	42
Gambar 4.1	Pengujian FTIR silika hasil ekstraksi dengan silika komersial dan silika referensi	43
Gambar 4.2	Pengujian XRD natrium silikat dan silika ekstraksi	44
Gambar 4.3	Perbandingan XRD silika ekstraksi, komersial dan referensi	44

Gambar	4.4	Bentuk morfologi SEM nanosilika ekstraksi	46
Gambar	4.5	Sampel pasca perendaman	48
Gambar	4.6	Produk korosi pada larutan NaCl 3,5% dengan inhibitor natrium silikat metode A	50
Gambar	4.7	Produk korosi pada larutan NaCl 3,5% dengan inhibitor natrium silikat metode M1	51
Gambar	4.8	Produk korosi pada larutan NaCl 3,5% dengan inhibitor natrium silikat metode M2	51
Gambar	4.9	Permukaan sampel	52
Gambar	4.10	Perubahan massa yang terjadi sesuai penambahan inhibitor	53
Gambar	4.11	Volume inhibitor terhadap perubahan pH	54
Gambar	4.12	Pengaruh pH larutan terhadap laju korosi	55
Gambar	4.13	Volume inihibitor terhadap efisiensi pada larutan garam	56
Gambar	4.14	Hubungan ukuran partikel dengan efisiensi inhibitor	57
Gambar	4.15	Permukaan sampel setelah dietsa	58

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Konstanta Laju Korosi dalam Berbagai Unit	17
Tabel 3.1	Variasi Volume Inhibitor	37
Tabel 4.1	Hasil XRD Nilai FWHM	45
Tabel 4.2	Hasil Uji Korosi pada Larutan Garam	48

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Silika atau dikenal dengan silikon dioksida (SiO_2) merupakan senyawa yang banyak ditemui dalam bahan galian melalui proses penambangan pasir kuarsa, dimana didalam pasir kuarsa tersebut terdiri atas kristal-kristal silika dan mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Seiring dengan perkembangan teknologi, aplikasi penggunaan silika pada industri juga semakin meningkat, terutama dalam penggunaan ukuran partikel dari ukuran mikro sampai ukuran nano. Silika biasanya dimanfaatkan untuk berbagai keperluan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, cat, pasta gigi, dan lain-lain (Fadli, 2013)

Tragedi lumpur Lapindo beberapa tahun silam masih menyisakan polemik yang berkepanjangan. Selain menjadi bencana ekologis nasional namun juga banyak mendatangkan gagasan tertentu yang bermanfaat guna mengurangi dampak yang dihasilkan. Adapun beberapa gagasan teknologi yang telah dilakukan antara lain sebagai bahan *paving block*, bahan baku porselin juga sebagai bahan pasta pada baterai (kompas.com, 6 Agustus 2012).

Dari penelitian yang telah dilakukan Dr. Ir. Aristanto dari Balai Besar Keramik Bandung, didapatkan bahwa kandungan silika pada lumpur lapindo mencapai 53,08%. Kadar silika yang cukup besar dalam lumpur Sidoarjo memungkinkan untuk menjadikan lumpur Sidoarjo sebagai sumber silika di Indonesia. Kegunaan silika dalam dunia industri sangat banyak, antara lain sebagai industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, cat, film, pasta gigi dan lain-lain (Fernandez, 2012). Selain itu jika senyawa silika jika direaksikan dengan natrium menjadi natrium silikat (Na_2SiO_3) akan menghasilkan manfaat yang banyak di bidang industri, antara lain sebagai bahan inhibitor korosi. Secara umum suatu inhibitor

adalah suatu zat kimia yang dapat menghambat atau memperlambat suatu reaksi kimia. Sedangkan inhibitor korosi adalah suatu zat kimia yang bila ditambahkan ke dalam suatu lingkungan, dapat menurunkan laju penyerangan korosi lingkungan itu terhadap suatu logam (Dalimunthe, Indra 2004). Adapun Natrium silikat sebagai inhibitor korosi bekerja dengan membentuk sebuah lapisan pelindung dari ion silikat yang kemudian akan mencegah serangan dari ion alkali (Gao dkk, 2011).

Pada penelitian sebelumnya (Aditya, 2014) didapatkan bahwa natrium silikat hasil sintesis hanya mampu meningkatkan ketahanan sampel besi terhadap korosi pada larutan NaCl sebesar 76%. Nilai ini lebih rendah daripada hasil yang juga dilakukan pada natrium silikat komersial yang mencapai 83%. Kondisi ukuran partikel inhibitor yang diperkecil menjadi berukuran nanopartikel akan memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan (*surface area*) dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran lebih besar. Dengan *surface area* dari silika ekstraksi yang lebih besar tersebut diharapkan lebih mampu memberikan performansi ketahanan terhadap korosi yang lebih baik. Hal ini sebagaimana inhibitor yang bekerja dengan metode adsorpsi dan kemudian menghasilkan lapisan pasif yang melindungi permukaan logam dari serangan korosi.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, maka perumusan masalah penelitian ini antara lain :

- a. Bagaimana metode sintesis nanosilika dari bahan lumpur lapindo dengan metode kopresipitasi?
- b. Bagaimana performansi inhibitor korosi senyawa natrium silikat nanopartikel hasil sintesis dibandingkan natrium silikat komersial?

1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai pada penelitian tugas akhir ini adalah untuk membuat silika nanopartikel dari lumpur lapindo dengan metode kopresipitasi. Hasil sintesis tersebut kemudian dijadikan inhibitor korosi berupa natrium silikat dan diuji performansi inhibitor hasil sintesis tersebut dalam larutan NaCl.

1.4 Batasan Masalah

Untuk memfokuskan penyelesaian masalah pada penelitian tugas akhir ini dan mencapai tujuan yang diinginkan, maka batasan masalah yang diambil adalah sebagai berikut.

- a. Lumpur Lapindo yang digunakan adalah lumpur yang diambil pada jarak 2 km dari lokasi pusat semburan.
- b. Spesimen uji korosi yang digunakan adalah *ductile cast iron* dari pipa besi PDAM.
- c. Silika komersial dan natrium silikat komersial yang digunakan adalah produksi PT. Bratako.



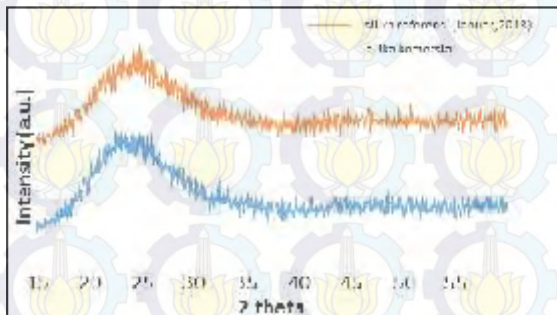
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bahan Nanosilika dan Aplikasinya

Silika atau dikenal dengan silikon dioksida (SiO_2) merupakan senyawa yang banyak ditemui dalam bahan galian yang disebut pasir kuarsa, terdiri atas kristal-kristal silika (SiO_2) dan mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Silika biasanya dimanfaatkan untuk berbagai keperluan dengan berbagai ukuran tergantung aplikasi yang dibutuhkan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, cat, film, pasta gigi, dan lain-lain (Fernandez, 2012).

Dalam penelitian sebelumnya (Januar, 2013) bentuk pola difraksi silika komersial memiliki puncak pada sudut $2\theta = 24^\circ$. Akan tetapi untuk silika hasil ekstraksi lumpur lapindo memiliki nilai 2θ berbeda-beda antara 24° - 29° seiring dengan semakin kecil pH akhir larutan serta campuran unsur lain didalamnya sebagaimana yang ditunjukkan oleh gambar 2.1.



Gambar 2.1 XRD silika referensi dan komersil (Januar, 2013)

Saat ini dengan perkembangan teknologi mulai banyak aplikasi penggunaan silika pada industri semakin meningkat terutama dalam penggunaan silika pada ukuran partikel yang kecil sampai skala mikron atau bahkan nanosilika. Beberapa tahun

terakhir pemanfaatan nanosilika yang dibuat nanokomposit menjadi kandidat bahan bioaktif yang menjanjikan untuk aplikasi perbaikan jaringan tulang (Zhongkui, 2009), sebagai pembuatan rubber airbag untuk aplikasi peluncuran kapal dari galangan (Siswanto, 2012), serta aplikasi di industri yang berkaitan dengan produksi pigmen, *pharmaceutical*, keramik, dan katalis (Nozawa, 2005).

Kondisi ukuran partikel bahan baku yang diperkecil membuat produk memiliki sifat yang berbeda yang dapat meningkatkan kualitas. Adapun dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar yaitu :

- a) Memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain;
- b) Ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Abdullah, 2008)

2.2 Potensi Mineral di Dalam Lumpur Lapindo

Berdasarkan berbagai penelitian, lumpur lapindo mengandung kadar silika yang cukup tinggi. Didalam lumpur Lapindo terkandung senyawa silika yang cukup besar yaitu sekitar 53% (Arisanto, 2006). Dengan jumlah silika yang cukup tinggi dan didukung dengan volume lumpur Lapindo yang cukup besar, lumpur Lapindo memiliki prospek untuk dapat digunakan sebagai sumber utama produksi silika di Indonesia selain pasir silika.

Selain itu kandungan senyawa lain dalam lumpur lapindo seperti Fe_2O_3 (hematit) serta Al_2O_3 (alumina) juga cukup tinggi yaitu sebesar 6% dan 18%. Potensi sumber hematit dalam lumpur lapindo tersebut jika diteliti lebih jauh dapat dimanfaatkan dalam industri besi. Selain itu, potensi penggunaan alumina dalam industri juga sangat banyak antara lain sebagai bahan pembuatan komponen dalam industri elektronik, sebagai *armor plating* pada

tank dan helikopter dalam bidang militer, serta sebagai biomaterial dalam dunia medis (Davis, 2010).

2.3 Korosi pada Larutan Garam

Dalam lingkungan air garam akan menyebabkan laju korosi logam lebih cepat. Salah satu contoh senyawa garam yang memiliki sifat korosif yang tinggi adalah NaCl. NaCl atau natrium klorida merupakan senyawa garam yang memiliki ion klorida dimana saat konsentrasi ion klorida ini semakin tinggi maka semakin tinggi pula kecenderungan terjadinya proses korosi. Ion klorida memiliki sifat mudah terserap pada permukaan logam yang selanjutnya mengganggu keberadaan lapisan pasif yang secara natural dimiliki oleh logam. Logam paduan besi akan sangat mudah terkorosi di dalam air yang mengandung ion klorida dalam bentuk korosi seragam. Pada skala laboratorium, larutan NaCl 3,5% sering digunakan sebagai pengganti air laut karena larutan NaCl dengan kadar 3–3,5% memiliki laju korosi tertinggi ('Adziima, 2013). Berikut merupakan persamaan kimia terjadinya korosi pada larutan NaCl dimana sebelumnya telah terbentuk FeCl_2 dari reaksi besi dengan ion Cl^- (Jones, 1996).

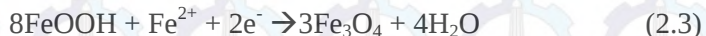


Sedangkan produk korosi pada permukaan terbentuk dari lapisan karat FeOOH .

Reaksi katoda :



Reaksi anoda :



2.4 Pencegahan Korosi pada Larutan Garam

Dengan dasar pengetahuan tentang elektrokimia proses korosi yang dapat menjelaskan mekanisme dari korosi, dapat dilakukan usaha-usaha untuk pencegahan terbentuknya korosi. Banyak cara sudah ditemukan untuk pencegahan terjadinya korosi diantaranya adalah dengan cara proteksi katodik, *coating*, dan penggunaan chemical inhibitor.

- Proteksi katodik (*cathodic protection*)

Untuk mencegah terjadinya proses korosi atau setidaknya untuk memperlambat proses korosi tersebut, maka dipasanglah suatu anoda buatan di luar logam yang akan diproteksi. Perbedaan potensial pada yang terjadi menyebabkan arus elektron akan mengalir dari anoda yang dipasang dan akan menahan melawan arus elektron dari logam yang didekatnya, sehingga logam tersebut berubah menjadi daerah katoda. Inilah yang disebut *Cathodic Protection*. Dalam hal tersebut elektron disuplai kepada logam yang diproteksi oleh anoda buatan sehingga elektron yang hilang dari daerah anoda tersebut selalu diganti, sehingga akan mengurangi proses korosi dari logam yang diproteksi.

- *Coating*

Cara ini sering dilakukan dengan melapisi logam (*coating*) dengan suatu bahan agar logam tersebut terhindar dari korosi. Lapisan pelindung pada permukaan logam dimaksudkan untuk memisahkan media dari logam. Banyak cara pelapisan yang dapat ditempuh, baik berupa cat, selaput organik, vernis, lapisan logam dan enamel. Sejauh ini, pengecatan adalah cara paling lazim digunakan

- *Chemical inhibitor*

Untuk memperlambat reaksi korosi digunakan bahan kimia yang disebut inhibitor corrosion yang bekerja dengan cara membentuk lapisan pelindung pada permukaan metal. Lapisan molekul pertama yang terbentuk mempunyai ikatan yang sangat kuat yang disebut *chemis option*. Inhibitor korosi umumnya berbentuk fluid atau cairan yang diinjeksikan pada *production line*. Karena inhibitor tersebut merupakan masalah yang penting dalam menangani korosi maka perlu dilakukan pemilihan inhibitor yang sesuai dengan kondisinya. Adapun material inhibitor korosi terbagi menjadi dua, yaitu :

- Inhibitor Organik

Inhibitor yang diperoleh dari hewan dan tumbuhan yang mengandung unsur karbon dalam senyawanya. Material dasar dari organik inhibitor antara lain yang pertama yaitu

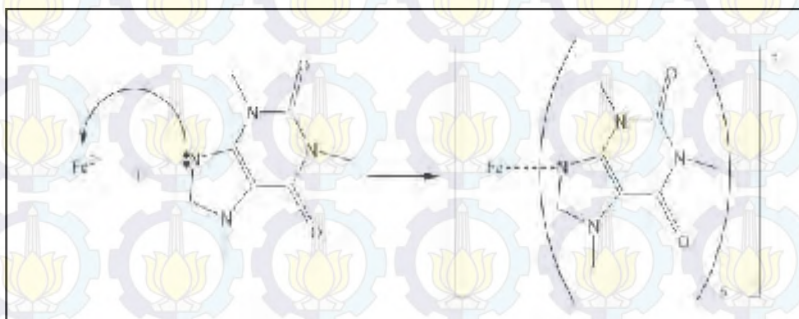
turunan asam lemak alifatik (monoamine, diamine, amida, asetat, oleat, senyawa-senyawa amfoter) serta yang kedua adalah imidazolines dan turunannya.

- Inhibitor Inorganik

Inhibitor yang diperoleh dari mineral-mineral yang tidak mengandung unsur karbon dalam senyawanya. Material dasar dari inorganik inhibitor antara lain kromat, nitrit, natrium silikat, dan pospat.

2.4.2 Kafeina

Sejumlah material sintesis digunakan sebagai inhibitor untuk mencegah korosi, tetapi kebanyakan inhibitor tersebut bersifat racun, maka penggunaan bahan organik sebagai inhibitor korosi menjadi salah satu solusinya. Penggunaan inhibitor dikenal sangat baik, diantara beberapa metode pengendalian dan pencegahan korosi. Kafeina merupakan salah satu senyawa yang mengandung gugus nitrogen yang memiliki pasangan elektron bebas, sehingga kafeina dapat digunakan sebagai *inhibitor* korosi. Gugus nitrogen ini berfungsi sebagai pendonor elektron terhadap besi (II) untuk membentuk senyawa kompleks. Kemudian, terjadi reaksi antara ion besi (II) dengan *inhibitor* kafeina menghasilkan senyawa kompleks. *Inhibitor* kafeina yang mengandung gugus nitrogen mendonorkan sepasang elektronnya pada permukaan logam baja yang dapat dilihat pada Gambar 2.2.



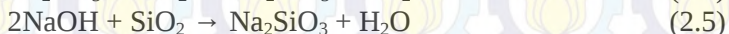
Gambar 2.2 Gugus nitrogen pada kafeina mendonorkan elektronnya pada ion besi (II) (Giat, 2013)

Selanjutnya Inhibitor akan teradsorpsi pada permukaan logam membentuk lapisan tipis yang hidrofobik sehingga mengisolasi permukaan dengan lingkungannya.

2.4.1 Natrium Silikat

Natrium silikat atau yang disebut dengan *water glass* atau *liquid glas*, banyak digunakan dalam bidang industri dan perdagangan. Produk natrium silikat yang dipasarkan umumnya tidak berwarna, transparan, berbentuk serbuk dan juga ada yang terlarut dengan air dalam bentuk larutan kental. Beberapa senyawa ini ada yang mudah larut dan juga ada yang sukar larut.

Senyawa natrium silikat dapat dibuat dengan mereaksikan beberapa unsur kimia yang meliputi silikon (Si), oksigen (O), dan natrium (Na) dimana komposisi yang akan direaksikan dari masing-masing senyawa tersebut akan mempengaruhi tingkat kestabilan dan kemurnian senyawa silikat yang dihasilkan. Untuk mendapatkan senyawa natrium silikat, dapat melalui beberapa reaksi berbeda. Berikut ini adalah beberapa reaksi yang dapat digunakan dalam pembuatan senyawa natrium silikat :



Hasil yang diperoleh juga akan berbeda tergantung pada reaksi dan keadaan lingkungan yang diberikan. Natrium silikat memiliki kegunaan yang cukup banyak didalam kehidupan sehari-hari. Penggunaan senyawa natrium silikat dalam industri yang sering dijumpai adalah dalam indutri sabun, tekstil, pemrosesan kayu, dalam industri pembuatan *silika gel*, campuran pada detergen, pembersih logam, *water treatment*, pelarut tinta, dan inhibitor korosi. Natrium silikat sebagai inhibitor korosi bekerja dengan membentuk sebuah lapisan pelindung dari ion silikat yang kemudian akan mencegah serangan dari ion alkali (Gao dkk, 2011). Natrium silikat sebagai inhibitor berkerja dengan membentuk lapisan pelindung yang kemudian akan menempel pada permukaan logam yang berhubungan langsung dengan lingkungan.

2.5 Prinsip Dasar Korosi Logam

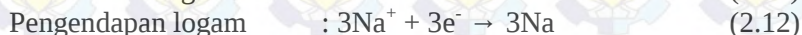
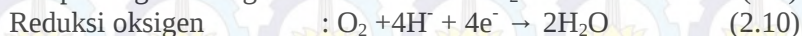
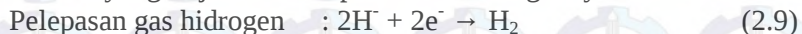
Korosi didefinisikan sebagai perusakan logam akibat dari peristiwa elektrokimia dan biasanya dimulai pada permukaannya. (Callister, 2007). Sedangkan menurut ISO 8044-1986, definisi korosi adalah interaksi fisikokimia antara logam dengan lingkungan yang menyebabkan perubahan sifat logam, selanjutnya akan mengakibatkan kerusakan pada logam, lingkungan, atau bagian sistem yang terkait. Terkorosinya suatu logam dalam lingkungan elektrolit (air) adalah suatu proses elektrokimia. Proses ini terjadi bila ada reaksi oksidasi pada anodik dan reduksi pada katodik. Kedua reaksi ini akan terus berlangsung sampai terjadi kesetimbangan dinamis dimana jumlah elektron yang lepas sama dengan jumlah elektron yang diterima. Reaksi anodik (oksidasi) diindikasikan melalui peningkatan valensi atau produk elektron-elektron, Reaksi anodik yang terjadi pada saat proses korosi logam yaitu :



Proses korosi dari logam M adalah proses oksidasi logam menjadi satu ion (n^{+}) daam pelepasan n elektron. Harga n bergantung dari sifat logam sebagai contoh pada besi :



Reaksi katodik juga berlangsung di proses korosi. Reaksi katodik diindikasikan melalui penurunan nilai valensi atau konsumsi elektron-elektron yang dihasilkan dari reaksi anodik. Reaksi katodik terletak di daerah katoda. Beberapa jenis reaksi katodik yang terjadi selama proses korosi logam yaitu :



Masalah korosi pada logam menjadi salah satu bagian yang penting dalam dunia industri, dimana sekitar 5% dari pendapatan industri nasional digunakan untuk usaha pencegahan korosi serta perawatan dari alat-alat yang terkorosi tersebut (Callister, 2007).

Besarnya kerugian yang terjadi sangat bergantung pada jenis korosi yang terjadi. Adapun korosi yang terjadi pada logam juga beragam tergantung kondisi lingkungan dan perlakuan mekanik dan fisis yang terjadi.

2.5.1 Jenis-jenis korosi

Korosi dapat diklasifikasikan berdasarkan pada bentuk dari hasil korosi yang terbentuk. Terdapat beberapa bentuk yang dapat diidentifikasi, antara lain (Smith, 1990):

a. *Uniform attack corrosion* (korosi seragam)

Korosi seragam terjadi secara merata pada permukaan logam dalam bentuk pengikisan permukaan. Korosi ini biasanya terjadi akibat reaksi kimia karena pH air yang rendah dan udara yang lembab.

b. *Galvanic / two metal corrosion* (korosi galvanik)

Korosi galvanik terjadi pada dua logam berbeda yang letaknya saling berimpitan. Korosi ini terjadi karena adanya perbedaan potensial elektrokimia diantara dua logam tersebut. Untuk menentukan logam-logam sebagai pelindungnya, dapat ditentukan melalui deret volta. Unsur yang bertempat disebelah kiri adalah unsur yang memiliki kereaktifan yang lebih besar dari pada yang berada disebelah kanan.

(Katodik) Pt – Au – C – Ti – Ag – Ni – Cu – Sn – Pb – Cast Iron – Fe – Cd – Al – Zn – Mg (Anodik) (Callister, 2007)

c. *Crevice corrosion* (korosi celah)

Korosi ini sering terjadi pada Korosi ini sering terjadi pada logam yang berdempetan dengan logam lain. Salah satu contoh diantaranya ada celah yang dapat menahan kotoran dan air sehingga timbul produk karat dan masuk ke celah mikroskopis di permukaan.

d. *Pitting corrosion* (korosi sumuran)

Korosi sumuran adalah korosi yang disebabkan karena komposisi logam yang tidak homogen dimana pada daerah batas timbul korosi yang berbentuk sumur. Korosi ini sangat sulit dideteksi karena bentuk sumuran yang berukuran sangat kecil.

e. *Stress-corrosion cracking* (korosi tegang)

Stress-corrosion cracking (SCC) merupakan korosi yang terbentuk yang disebabkan oleh perlakuan mekanik (tegangan-regangan) serta lingkungan yang korosif. SCC ini bisa terbentuk pada logam-logam yang pada saat pembuatannya menggunakan diberikan perlakuan panas dimana memiliki laju pendinginan, desain mekanik, perubahan fase saat pemanasan/pendinginan yang buruk.

f. *Intergranular corrosion* (korosi intergranular)

Korosi intergranular merupakan korosi lokal yang menyerang pada daerah pertumbuhan paduan yang letaknya berada di permukaan logam. Contohnya adalah pada paduan besi pada fase austenitik (18% Cr–8% Ni) saat dipanaskan atau didinginkan secara perlahan pada temperatur sekitar 500–800°C yang kemudian kromium karbida (Cr_{23}C_6) ini mengendap pada permukaan daerah pertumbuhan paduan. Jika kromium karbida ini mengendap pada daerah, paduan ini akan sangat sensitif terhadap korosi.

g. *Erosion corrosion* (korosi erosi)

Korosi ini disebabkan karena keausan dan menimbulkan bagian-bagian yang tajam dan kasar. Korosi erosi sering kali dijumpai pada lekukan dan kerusakan pada permukaan logam lainnya yang berhubungan langsung dengan aliran fluida. Selain itu juga diakibatkan karena fluida yang sangat deras dan dapat mengikis film pelindung pada logam.

h. *Fretting corrosion*

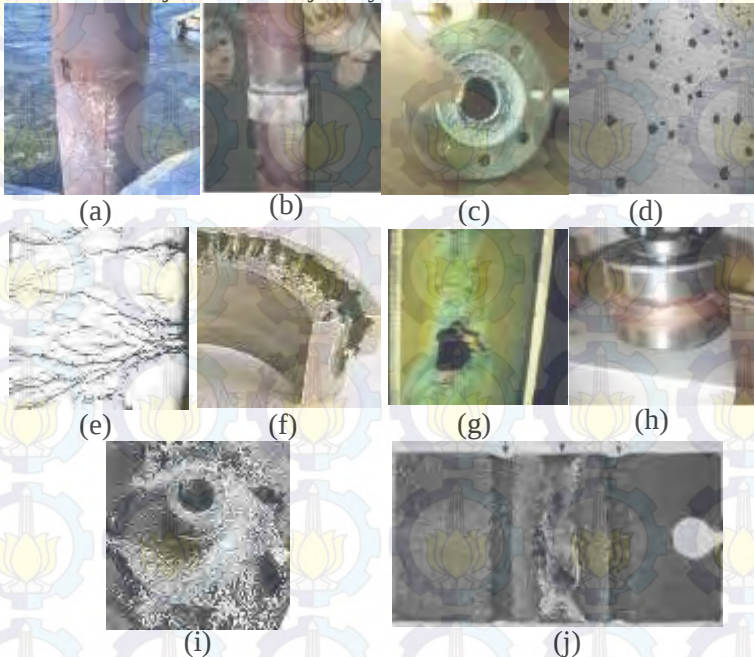
Fretting corrosion terjadi pada permukaan antar material dibawah sebuah beban yang mengakibatkan adanya vibrasi dan slip. Contohnya ada pada gabungan antara *shaft* dengan *bearing* pada mesin.

i. *Cavitation damage* (korosi kavitasi)

Korosi kavitasi mirip dengan korosi erosi perbedaannya adalah pada fluida yang mengenai logam. Untuk korosi kavitasi, korosi disebabkan oleh aliran gelembung-gelembung udara yang bertubrukan dengan permukaan logam.

j. *Selective leaching* (korosi selektif) atau *dealloying*

Dealloying adalah proses pengangkatan suatu unsur didalam paduan padat karena terkena serangan korosi. Korosi yang digunakan dalam metode ini disebut dengan korosi selektif karena hanya menyerang unsur tertentu saja. Seperti unsur pengangkatan unsur *zinc* pada paduan tembaga, karena pada deret volta unsur tersebut letaknya disebelah kiri maka titik tersebut menjadi awal terjadinya korosi.



Gambar 2.3 Jenis-jenis korosi (a) *uniform corrosion* (b) *galvanic corrosion* (c) *crevice corrosion* (d) *pitting corrosion* (e) *SCC* (f) *intergranular corrosion* (g) *erosion corrosion* (h) *cavitation damage* (i) *fretting corrosion* (j) *dealloying* (Callister, 2007)

2.5.2 Faktor-faktor penyebab korosi

Umumnya problem korosi disebabkan oleh air. Akan tetapi ada beberapa faktor selain air yang mempengaruhi laju korosi, diantaranya:

- Faktor gas terlarut.
Oksigen (O_2), adanya oksigen yang terlarut akan menyebabkan korosi pada metal seperti laju korosi pada *mild steel alloys* akan bertambah dengan meningkatnya kandungan oksigen. Kelarutan oksigen dalam air merupakan fungsi dari tekanan, temperatur dan kandungan klorida. Untuk tekanan 1 atm dan temperatur kamar, kelarutan oksigen adalah 10 ppm dan kelarutannya akan berkurang dengan bertambahnya temperatur dan konsentrasi garam. Sedangkan kandungan oksigen dalam kandungan minyak-air yang dapat menghambat timbulnya korosi adalah 0,05 ppm atau kurang. Karbondioksida (CO_2), jika karbondioksida dilarutkan dalam air maka akan terbentuk asam karbonat (H_2CO_3) yang dapat menurunkan pH air dan meningkatkan korosifitas, biasanya bentuk korosinya berupa pitting.
- Faktor temperatur
Penambahan temperatur umumnya menambah laju korosi walaupun kenyataannya kelarutan oksigen berkurang dengan meningkatnya temperatur. Apabila metal pada temperatur yang tidak uniform, maka akan besar kemungkinan terbentuk korosi.
- Faktor pH
Menurut penelitian Whitman dan Russel ternyata pH dari suatu elektrolit sangat mempengaruhi pada proses terjadinya korosi. Larutan pH netral adalah 7, sedangkan $pH < 7$ bersifat asam dan korosif, sedangkan untuk $pH > 7$ bersifat basa juga korosif. Tetapi untuk besi, laju korosi rendah pada pH antara 7 sampai 13. Laju korosi akan meningkat pada $pH < 7$ dan pada $pH > 13$.
- Faktor bakteri pereduksi
Adanya bakteri pereduksi sulfat/*sulfat reducing bacteria* (SRB) akan mereduksi ion sulfat menjadi gas H_2S . Gas H_2S tersebut jika gas tersebut kontak dengan besi akan menyebabkan terjadinya korosi.

- Faktor padatan terlarut

Beberapa faktor senyawa padatan terlarut yang menyebabkan korosi antara lain:

- Klorida (Cl), klorida menyerang *lapisan mild steel* dan *lapisan stainless steel*. Padatan ini menyebabkan terjadinya *pitting*, *crevice corrosion*. Proses korosi juga dapat disebabkan oleh kenaikan konduktivitas larutan garam, dimana larutan garam yang lebih konduktif, laju korosinya juga akan lebih tinggi.
- Karbonat (CO_3), kalsium karbonat sering digunakan sebagai pengontrol korosi dimana film karbonat diendapkan sebagai lapisan pelindung permukaan metal, tetapi dalam produksi minyak hal ini cenderung menimbulkan masalah *scale*.
- Sulfat (SO_4), ion sulfat ini biasanya terdapat dalam minyak. Dalam air, ion sulfat juga ditemukan dalam konsentrasi yang cukup tinggi dan bersifat kontaminan, dan oleh bakteri SRB sulfat diubah menjadi sulfida yang korosif.

2.5.3 Perhitungan laju korosi dengan metode kehilangan berat

Metode yang sering digunakan dalam perhitungan laju korosi adalah *weight loss methode* (metode kehilangan berat). Dimana perhitungan ini pada prinsipnya menggunakan selisih berat logam sebelum dan sesudah terkorosi. Metode ini bila dijalankan dengan waktu yang lama dan *suistainable* dapat dijadikan acuan terhadap kondisi tempat objek diletakkan (dapat diketahui seberapa korosif daerah tersebut) juga dapat dijadikan referensi untuk *treatment* yang harus diterapkan pada daerah dan kondisi tempat objek tersebut. Satuan laju korosi yang digunakan adalah mpy (*mils per year*). Dengan mengacu pada standar ASTM G1-03 dan ASTM G31-72, adapun rata-rata laju korosi melalui metode ini didapatkan melalui persamaan berikut :

$$CR = \frac{K.W}{D.A.t} \quad (2.15)$$

dimana :

CR : *corrosion rate* (laju korosi)

K : konstanta laju korosi (Tabel 2.1)

t : waktu dalam (jam)

A : luas area logam (cm^2)

W : selisih massa setelah dengan sebelum korosi (g)

D : massa jenis (g/cm^3)

Terdapat beberapa konstanta dimana masing-masing memiliki nilai berbeda tergantung pada satuan yang digunakan. Laju korosi tidak memiliki nilai yang tetap terhadap waktu. Akan tetapi, perbedaan laju korosi pada waktu yang berbeda-beda dapat dihubungkan kemiripannya dengan konversi satuannya kedalam satuan yang lainnya seperti tabel dibawah ini.

Tabel 2.1 Konstanta Laju Korosi dalam Berbagai Unit

Laju Korosi dalam Berbagai Unit	Konstanta (K)
<i>Mils per year (mpy)</i>	3.45×10^6
<i>Inches per year (ipy)</i>	3.45×10^3
<i>Inches per month (ipm)</i>	2.87×10^2
<i>Milimetres per year (mm/y)</i>	8.76×10^4
<i>Mikrometres per year ($\mu\text{m/y}$)</i>	8.76×10^7
<i>Picometres per second (pm/s)</i>	2.78×10^6
<i>Grams pre square meter per hour ($\text{g}/\text{m}^2.\text{h}$)</i>	$1.00 \times 10^4 \times D^A$
<i>Miligrams per square decimeter per day (mdd)</i>	$2.40 \times 10^6 \times D^A$
<i>Micrograms per square meter per second ($\mu\text{g}/\text{m}^2.\text{s}$)</i>	$2.78 \times 10^6 \times D^A$

Mekanisme kerja korosi pada suatu logam biasanya menghasilkan selisih berat dari logam sebelum dan pasca peristiwa corosi. Perubahan berat ini dapat berarti berat logam menjadi berkurang (*weight loss*) atau juga malah bertambah (*weight gain*).

- *Weight loss*

Weight loss biasanya disebut juga sebagai *corrosion process*, dimana logam mengalami degradasi bentuk dan massa akibat

proses elektrokimia yang terjadi, sehingga permukaan logam akan terkikis oleh korosi.

- *Weight gain*

Weight gain atau penambahan berat pada sampel biasanya disebut dengan proses pasivasi (*passivation process*). Pasivasi mengacu pada pembentukan lapisan tipis dari produk korosi yang dikenal sebagai *passive film* pada permukaan logam yang bertindak sebagai penghalang proses oksidasi lebih lanjut. Komposisi kimia dan struktur dari *passive film* ini berbeda dari komposisi dasar dari logam itu sendiri. *Passive film* ini berbeda dari lapisan oksida yang terbentuk saat proses pemanasan, dan hanya memiliki tebal beberapa mikrometer. Pasivasi terutama ditentukan oleh faktor-faktor lingkungan dan metalurgi. Efek dari pH larutan dan korosi yang terjadi dalam dilihat dalam diagram Pourbaix.

2.6 Inhibitor sebagai Pengendali Korosi

Suatu inhibitor kimia adalah suatu zat kimia yang dapat menghambat atau memperlambat suatu reaksi kimia. Secara khusus, inhibitor korosi merupakan suatu zat kimia yang bila ditambahkan kedalam suatu lingkungan tertentu, dapat menurunkan laju penyerangan lingkungan itu terhadap suatu logam (Dalimunthe, 2004).. Pada prakteknya, jumlah yang di tambahkan adalah sedikit, baik secara kontinyu maupun periodik menurut suatu selang waktu tertentu.

Adapun beberapa macam mekanisme kerja dari inhibitor, antara lain :

- Inhibitor teradsorpsi pada permukaan logam dan membentuk suatu lapisan yang sangat tipis dengan ketebalan hanya beberapa molekul inhibitor saja. Lapisan tipis ini nantinya akan bekerja sebagai mantel pelindung logam dari serangan korosi.
- Melalui pengaruh lingkungan (misal pH) menyebabkan inhibitor dapat mengendap dan selanjutnya terabsorpsi pada permukaan logam serta melindunginya terhadap korosi. Endapan yang terjadi cukup banyak, sehingga lapisan yang terjadi dapat teramati oleh mata.

- Inhibitor terlebih dahulu mengkorosi permukaan logam yang kemudian membentuk zat kimia yang kemudian melalui peristiwa absorpsi dari produk korosi tersebut membentuk suatu lapisan pasif pada permukaan logamnya.
- Inhibitor menghilangkan elemen agresif penyebab korosi yang ada dalam lingkungannya.

Berdasarkan pada fungsinya, inhibitor dapat diklasifikasikan menjadi tiga jenis yaitu inhibitor anodik, inhibitor katodik, dan inhibitor pengendapan. Beberapa jenis inhibitor ini masing-masing memiliki kinerja dan metode berbeda dalam mengurangi dampak korosi, berikut ini penjelasan dari jenis-jenis inhibitor tersebut (Chodijah & Nugroho, 2008) :

a. Inhibitor anodik

Inhibitor anodik menurunkan laju korosi dengan cara memperlambat reaksi anodik. Inhibitor anodik membentuk lapisan pasif melalui reaksi ion-ion logam yang terkorosi untuk menghasilkan selaput pasif tipis yang akan menutupi anoda (permukaan logam) dan lapisan ini akan menghalangi pelarutan anoda selanjutnya. Lapisan pasif yang terbentuk mempunyai potensial korosi yang tinggi atau inhibitor anodik menaikkan polarisasi anodik. Senyawa yang biasa digunakan sebagai inhibitor anodik adalah: Kromat, Nitrit, Nitrat, Molibdat, Silikat, Fosfat, Borat.

b. Inhibitor katodik

Inhibitor katodik menurunkan laju korosi dengan cara memperlambat reaksi katodik. Inhibitor katodik bereaksi dengan OH^- untuk mengendapkan senyawa-senyawa tidak larut pada permukaan logam sehingga dapat menghalangi masuknya oksigen. Contoh inhibitor tipe ini antara lain: Zn, CaCO_3 , Polifosfat.

c. Inhibitor pengendapan

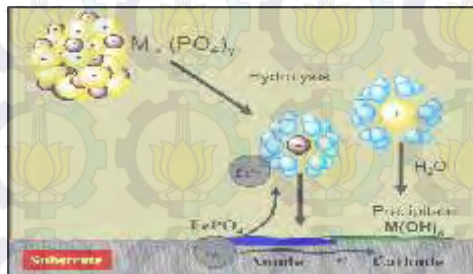
Inhibitor pengendapan adalah inhibitor yang bekerja dengan cara membentuk endapan di seluruh permukaan logam sehingga lapisan ini secara tidak langsung melindungi dan menghambat reaksi anodik dan katodik. Inhibitor pengendapan yang sering dijumpai adalah silikat dan fosfat.

Efektifitas dari inhibitor ini sangat bergantung pada komposisi kimia dari inhibitor itu sendiri, terutama pada sifat afinitasnya terhadap permukaan logam. Pengurangan laju korosi karena adanya penambahan inhibitor menunjukkan efisiensi inhibitor tersebut. Efisiensi inhibitor dapat dihitung dengan perhitungan berikut (Roberge, 2000) :

$$\text{Efisiensi inhibitor (\%)} = \frac{(CR_{\text{non inh}} - CR_{\text{inh}})}{CR_{\text{noninhibitor}}} \times 100\% \quad (2.16)$$

dimana CR adalah laju korosi (*corrosion rate*).

Pada dasarnya, dengan menambah volume atau konsentrasi inhibitor yang digunakan akan meningkatkan efisiensinya. Dengan meningkatnya efisiensi, berarti laju korosi yang terjadi pasti akan menurun pula.

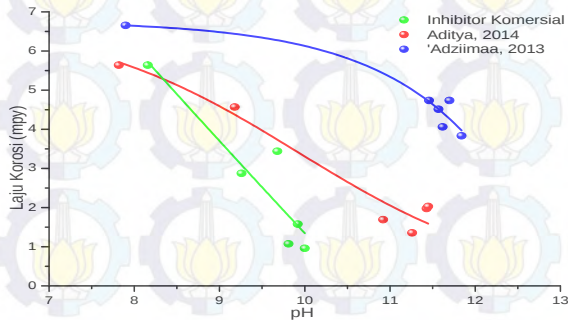


Gambar 2.4 Pembentukan lapisan tipis pada mekanisme penghambatan korosi menggunakan inhibitor korosi (Roberge, 2000)

2.7 Pengaruh pH dalam Laju Korosi Paduan Logam

Nilai pH dan salinitas merupakan salah satu faktor penting yang mempengaruhi proses korosi. Pada umumnya, korosi dalam lingkungan berair semakin meningkat dengan menurunnya pH. pH rendah dapat mengakibatkan korosi yang semakin parah akibat dari ion-ion logam yang mulai terurai saat $\text{pH} < 4$. Sedangkan jika pH tinggi ($\text{pH} 4-10$), laju korosi akan berkurang secara signifikan karena logam akan membentuk lapisan pasifnya. (Aditya, 2014)

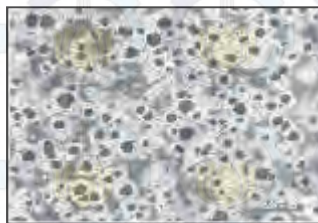
Berdasarkan pada penelitian sebelumnya, pH larutan akan meningkat berbanding lurus dengan volume inhibitor yang digunakan ('Adziimaa, 2013). Adapun hubungan pengaruh pH terhadap laju korosi yang ditunjukkan oleh gambar 2.5 dibawah ini.



Gambar 2.5 Pengaruh pH terhadap laju korosi (a) pada larutan lumpur Lapindo dan (b) pada larutan garam (NaCl 3,5%) ('Adziimaa, 2013)

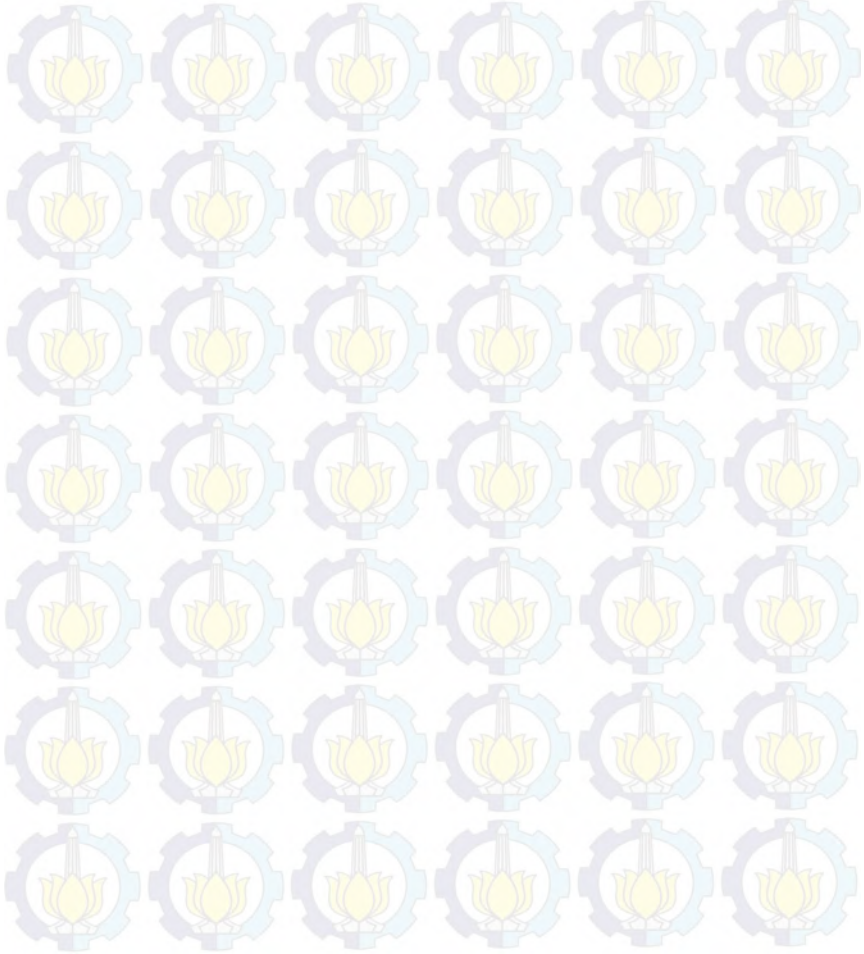
2.8 Ductile Cast Iron

Besi yang digunakan sebagai sampel uji pada penelitian ini adalah jenis *ductile cast iron* yang sering digunakan sebagai bahan untuk perpipaan pada perusahaan PDAM. *Ductile cast iron* atau *nodular cast iron* dibuat dengan menambahkan sedikit unsur magnesium atau serium. Penambahan unsur ini menyebabkan bentuk grafit besi cor menjadi nodular, atau bulat. Adapun bentuk permukaan ductile cast iron dapat dilihat pada gambar 2.6 dibawah ini.

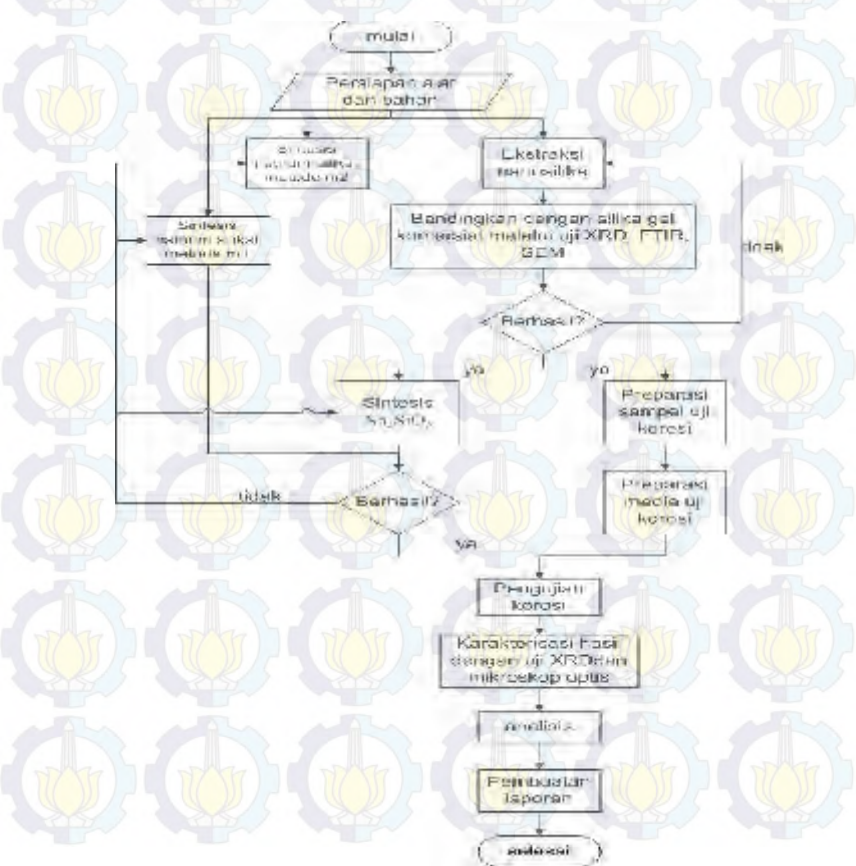


Gambar 2.6 Mikrostruktur dari *ductile cast iron/nodular cast iron* (ductilecastiron.com)

Perubahan bentuk grafit ini diikuti dengan kenaikan keuletannya menjadi 10%-20%. Maka dari itu, *nodular cast iron* disebut juga *ductile cast iron*. Lebih lanjut, *ductile cast iron* memiliki sifat mampu las yang rendah, ketahanan korosi rendah, dan ketahanan aus yang rendah pula.



Pada penelitian tugas akhir ini, terdapat beberapa tahap yaitu ekstraksi nanosilika dari lumpur lapindo, sintesis natrium silikat dan pengujian senyawa natrium silikat hasil sintesis sebagai inhibitor korosi pada sampel *ductile cast iron*. Adapun skema metodologi penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.1 berikut ini.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.1 Persiapan Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian tugas akhir ini antara lain:

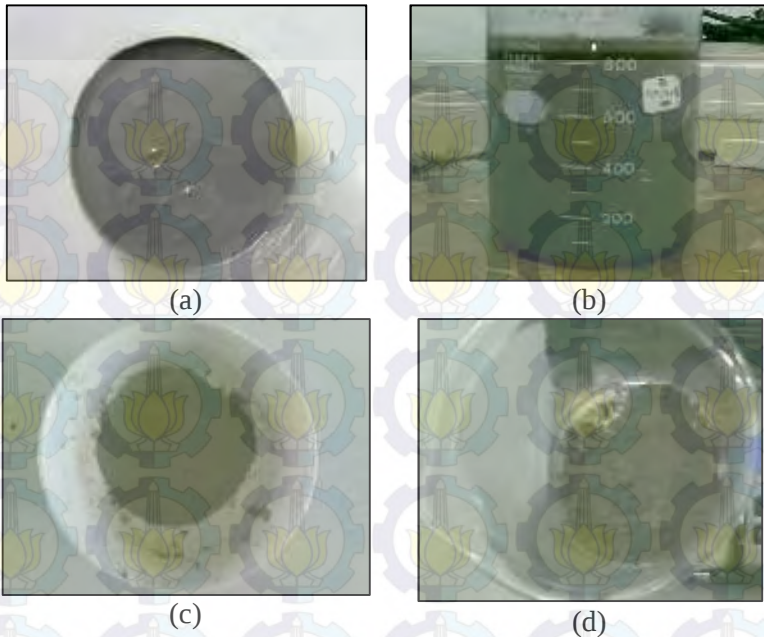
- Mesin gerinda
- *Magnetic steerer*
- Mesin *grinder*
- Mesin *polisher*
- Timbangan digital
- pH meter digital
- Gelas ukur
- Penjepit besi
- *Furnace*
- Kertas saring
- Amplas #220 #400, #600, #800, #1000, #1200, dan #2000
- Gelas *beaker*
- Oven
- Spatula
- *Hairdryer*
- *Ultrasonic cleaner*
- Mortar
- Kain bludru
- Pipet tetes
- Selotip *double tip*
- Oven
- Gunting
- Kamera digital

Sedangkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini antara lain :

- Pipa besi PDAM
- HCl 37%
- NaOH SAP
- NaCl SAP
- Aquades
- Nital
- Lumpur Lapindo Sidoarjo
- Alumina (Al_2O_3)
- *Acetone*
- Natrium bikarbonat (NaHCO_3)
- *Water glass* (Na_2SiO_3)
- Silika gel (SiO_2)

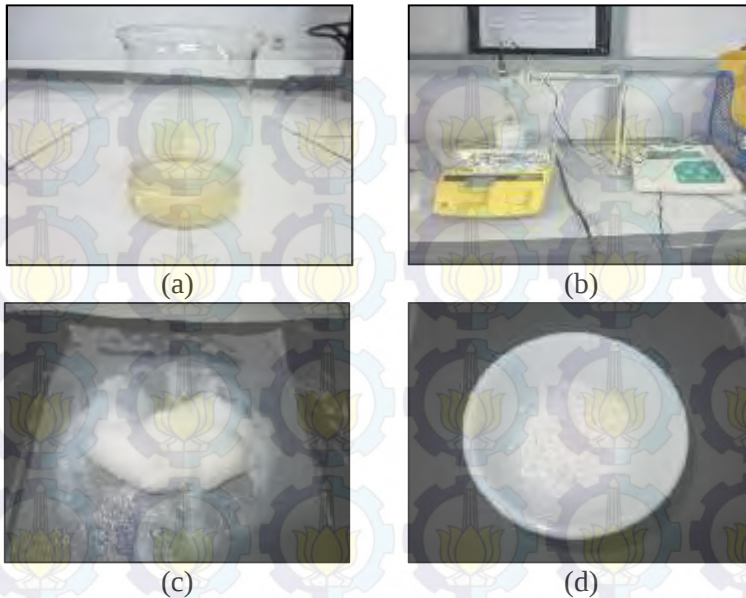
3.2 Ekstraksi Senyawa Nanosilika (SiO_2)

Langkah-langkah yang dilakukan dalam ekstraksi nanosilika dengan metode kopresipitasi (Januar, Ahmad, dkk. 2013) adalah lumpur yang telah dikeringkan digerus hingga 270 mesh, setelah itu direndam dengan larutan HCl 2M 24 jam untuk menghilangkan pengotor-pengotor, kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan, setelah itu digerus kembali hingga 270 mesh sebagaimana ditunjukkan pada gambar 3.2



Gambar 3.2 Proses preparasi lumpur Lapindo (a) lumpur Lapindo basah (b) lumpur Lapindo yang dicuci dengan HCl (c) lumpur Lapindo kering setelah dihaluskan (d) lumpur Lapindo setelah diayak 270 mesh

Lumpur Sidoarjo 10 gr dilarutkan dalam larutan NaOH (7 M) 60 ml sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan temperatur 700 C selama 1 jam, kemudian ditambah aquades 250 ml dan disaring dengan kertas saring. Larutan hasil saringan kemudian ditambahkan HCl 2 M sambil diputar dengan *magnetic stirrer* sampai pH7, setelah terbentuk endapan berwarna putih, dibiarkan selama 24 jam. Kemudian dicuci dengan aquades untuk menghilangkan kadar asam, basa dan garam pada sampel tersebut, setelah itu disaring dan silika gel dikeringkan dengan lampu 100 W (80°C) selama 24 jam. Adapun lebih jelas ditunjukkan pada gambar 3.3.



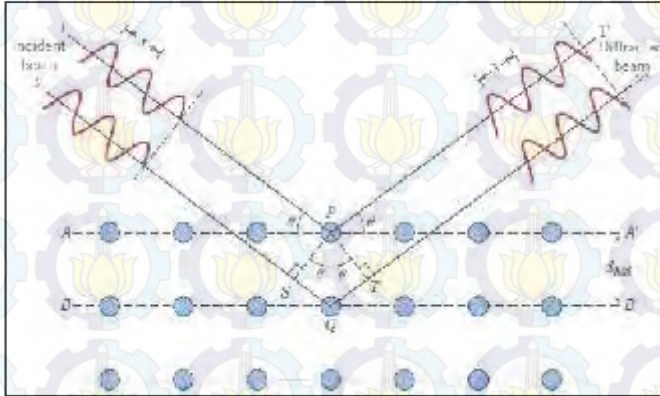
Gambar 3.3 Proses ekstrak silika (a) larutan hasil saringan (b) titrasi larutan hasil saringan (c) endapan gel silika (d) serbuk silika yang telah kering

3.2.1 Pengujian nanosilika dengan menggunakan XRD

Selanjutnya senyawa nanosilika kemudian diuji dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui validitas senyawa silika yang didapatkan. Pengujian juga dilakukan pada silika gel komersial sebagai pembandingan untuk silika hasil ekstraksi. Instrumen XRD digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non-kristalit, sebagai contoh identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fasa (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. Dengan kata lain, teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel (Purbo, 2009).

Prinsip kerja XRD berdasarkan pada Hukum Bragg (*Bragg's Law*). Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas

sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.4.



Gambar 3.4 Bragg's law (spec2000.net)

Adapun hukum bragg, sebagai berikut :

$$n\lambda = 2.d.\sin \theta \quad (3.1)$$

Dimana :

- λ : panjang gelombang sinar-X,
- d : adalah jarak antar kisi kristal,
- θ : sudut datang sinar,
- n : 1, 2, 3, dst adalah orde difraksi.

Sinar yang dipantulkan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian

dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material.

Sinar-X dihasilkan di suatu tabung sinar katode dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron tersebut dipercepat terhadap suatu target dengan memberikan suatu voltase, dan menembak target dengan elektron. Ketika elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam target, karakteristik spektrum sinar-X dihasilkan. Sinar-X ini bersifat *collimated* dan mengarah ke sampel. Saat sampel dan detektor diputar, intensitas Sinar X pantul itu direkam. Ketika geometri dari peristiwa sinar-X tersebut memenuhi persamaan Bragg, interferens konstruktif terjadi dan suatu puncak di dalam intensitas terjadi. Detektor akan merekam dan memproses isyarat penyinaran ini dan mengkonversi isyarat itu menjadi suatu arus yang akan dikeluarkan pada printer atau layar komputer.

Analisis ukuran partikel dapat dilakukan dengan menggunakan hasil XRD dari suatu sampel, yaitu dengan menggunakan persamaan Scherrer. Ukuran partikel dihitung dengan mencari FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak grafik XRD yang dihasilkan. Adapun persamaan Scherrer ditunjukkan sebagai berikut :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cdot \cos\theta} \quad (3.2)$$

Dimana :

D : rata-rata ukuran kristal

K : konstanta shape factor (0.94)

λ : X-ray wavelength (0.154 , anoda material = Cu)

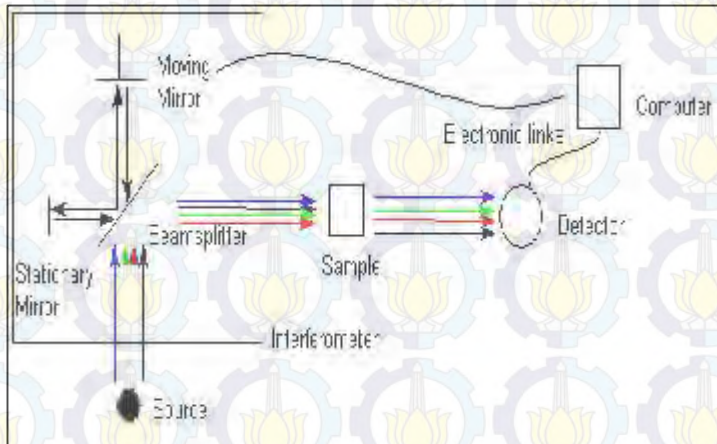
β : Full Width at Half Maximum (radian)

θ : sudut Bragg

3.2.2 Pengujian nanosilika dengan menggunakan FTIR

Silika hasil sintesis kemudian diuji dengan menggunakan FTIR (*Fourier transform infrared spectrometry*) untuk melihat

ikatan yang terbentuk dari setiap bilangan gelombang. Selain itu, pengujian juga dilakukan pada silika gel komersial sebagai pembanding.



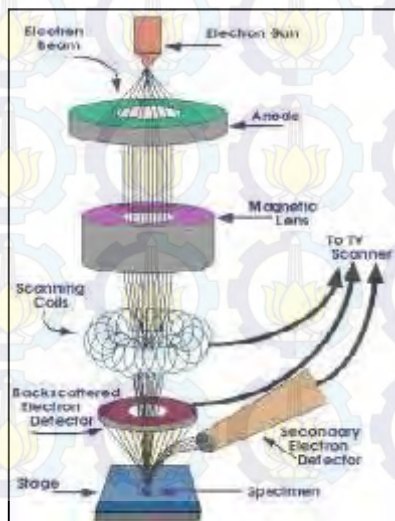
Gambar 3.5 Skema kerja FTIR (Osmania.University/ftir.html)

FTIR merupakan salah satu bagian dari spektrofotometri, yaitu suatu metode pengamatan interaksi molekul dengan menggunakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang tertentu. Sistem optik Spektrofotometer FT-IR seperti pada gambar dibawah ini dilengkapi dengan *moving mirror* dan cermin yang diam (*stationary mirror*). Dengan demikian radiasi inframerah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin *moving mirror* dan jarak *stationary mirror*. Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut yang selanjutnya disebut sebagai retardasi (d). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari Spektrofotometer IR yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik FTIR. Sinar inframerah yang termodulasi melewati sampel gas dan diserap pada panjang gelombang yang berbeda oleh berbagai molekul ini. Kemudian intensitas sinar inframerah

dideteksi oleh detektor dan direpresentasikan melalui monitor komputer. Untuk lebih jelasnya ditunjukkan dalam gambar 3.5.

3.2.3 Pengujian nanosilika dengan menggunakan SEM

Pengujian SEM pada nanosilika ini bertujuan untuk melihat morfologi partikel nanosilika yang diperoleh serta untuk melihat ukuran partikel silika yang dihasilkan apakah berukuran nano atau tidak. *Scanning electron microscope* (SEM) adalah sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk mengamati permukaan objek solid secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10–3.000.000 kali, *depth of field* 4 – 0.4 mm dan resolusi sebesar 1 – 10 nm. Kombinasi dari perbesaran yang tinggi, *depth of field* yang besar, resolusi yang baik, serta kemampuan untuk mengetahui komposisi dan informasi kristalografi membuat SEM banyak digunakan untuk keperluan penelitian dan industri (Prasetyo, 2011). Anonymous (2012) menambahkan, SEM memfokuskan sinar elektron (*electron beam*) di permukaan obyek dan mengambil gambarnya dengan mendeteksi elektron yang muncul dari permukaan obyek.



Gambar 3.6 Prinsip kerja SEM (iastate.edu)

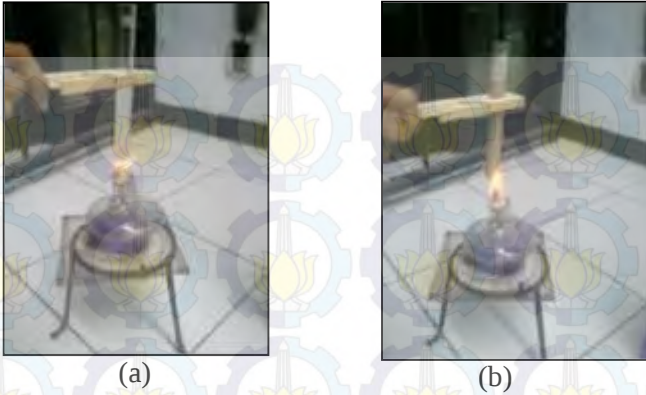
Seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.6, SEM bekerja dengan cara menembakkan elektron berenergi tinggi hingga 30 keV pada suatu material. Elektron berinteraksi dengan atom-atom yang menghasilkan sinyal berisi informasi tentang topografi permukaan sampel, komposisi dan sifat-sifat lainnya seperti konduktivitas listrik. Tumbukan sinar elektron pada sampel akan mengakibatkan kehilangan energi dan menimbulkan adanya emisi sinar x, hamburan elektron sekunder (*secondary electron*) dan hamburan balik elektron (*backscattered electron*). Elektron sekunder merupakan hamburan elektron setelah tumbukan, sedangkan elektron balik adalah elektron berenergi tinggi yang terhambur secara elastis dan memiliki energi yang sama dengan energi elektron primer. Emisi sinar-x yang dihasilkan merupakan karakteristik dari atom-atom sampel dan digunakan sebagai media identifikasi unsur-unsur yang terkandung dalam sampel.

3.3 Sintesis Senyawa Natrium Silikat (Na_2SiO_3)

Sintesis senyawa natrium silikat dibagi menjadi 2 metode yaitu metode A dengan mereaksikan 5 gram lumpur lapindo dengan natrium hidroksida dan metode B dengan mereaksikan 6 gram serbuk silika dengan natrium hidroksida.

a. Metode A

Senyawa natrium silikat (Na_2SiO_3) disintesis dengan mereaksikan silika dari lumpur Lapindo dengan larutan NaOH. NaOH sebanyak 8 gram dilarutkan dalam aquades sebanyak 10 ml dalam tabung reaksi. Setelah NaOH dan aquades bereaksi sempurna kemudian ditambahkan 6 gram silika (SiO_2) hasil ekstraksi ke dalam tabung reaksi. Kemudian tabung reaksi dipanaskan di atas api hingga terjadi reaksi antara NaOH dan silika (SiO_2) dan akhirnya silika larut dalam larutan. Gambar 3.7 merupakan proses sintesis natrium silikat.

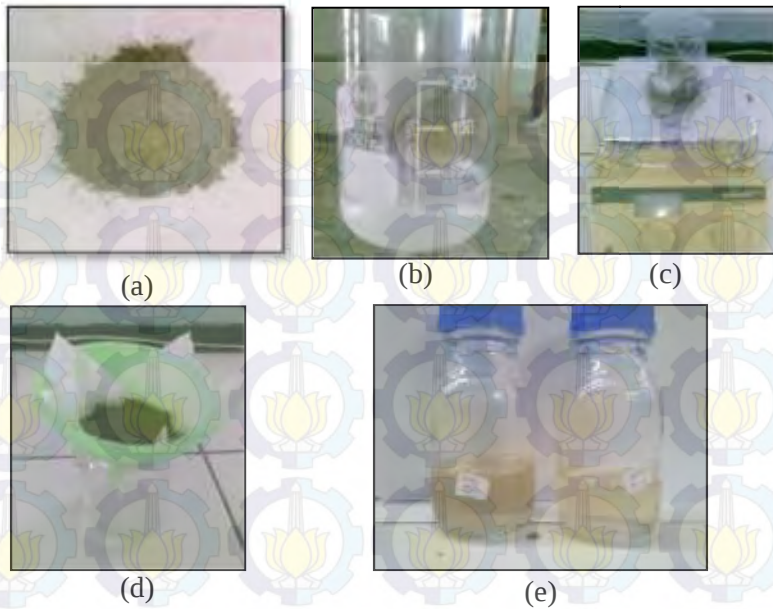


Gambar 3.7 Sintesis natrium silikat metode A (a) proses pencampuran NaOH dan air (b) campuran SiO_2 dan NaOH membentuk senyawa natrium silikat

b. Metode B

Serbuk lumpur Lapindo dengan massa 5 gram direaksikan dengan natrium hidroksida (NaOH) dengan dua metode seperti yang ditunjukkan gambar 3.8 untuk mendapatkan natrium silikat.

- **Metode pertama**, serbuk lumpur direaksikan dengan 50 ml NaOH 7 M dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur 90°C dan kecepatan putaran 1,5 mod selama 1 jam. Larutan hasil pengadukan ini kemudian disaring menggunakan kertas saring dan diambil filtratnya. Filtrat hasil saringan kemudian dibakar dengan *furnace* dengan temperatur 100°C .
- **Metode kedua**, serbuk lumpur dititiasi dengan 50 ml NaOH 10 M dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur 90°C dan kecepatan 1,5 mod selama 1 jam. Kecepatan titrasi adalah 2 ml/menit. Larutan hasil pengadukan kemudian disaring dan diambil filtratnya. Sebagian dari hasil penyaringan kemudian dikeringkan didalam *furnace* dengan temperatur 100°C .



Gambar 3.8 Proses sintesis natrium silikat (a) 5 gram serbuk lumpur Lapindo (b) NaOH cair (c) pengadukan lumpur dengan NaOH dengan *magnetic stirrer* (d) penyaringan menggunakan kertas saring (e) natrium silikat hasil sintesis.

3.4 Pengujian Korosi

Pengujian korosi pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan beberapa tahapan, antara lain :

3.4.1 Preparasi sampel

Preparasi sampel disini tahap persiapan sampel uji berdasarkan beberapa standar yang digunakan, adapun beberapa tahapnya yaitu :

a) Pemotongan sampel

Sampel yang digunakan adalah dari pipa besi PDAM dengan ukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2$ dan ketebalan 3 mm. Dengan data ini diperoleh densitas dari sampel yang dihitung dengan persamaan (3.1).

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (3.3)$$

dengan

$$V = p \times l \times t \quad (3.4)$$

dimana ρ : massa jenis (gr/cm^3)

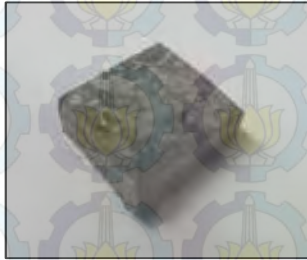
p : panjang (cm)

m : massa sampel (gram)

l : lebar (cm)

V : volume sampel (cm^3)

t : tinggi (cm)



Gambar 3.9 Sampel uji korosi

Berdasarkan perhitungan didapatkan nilai densitas sampel sebagai berikut :

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{2,3379}{0,3} = 7,7930 \text{ gr}/\text{cm}^3$$

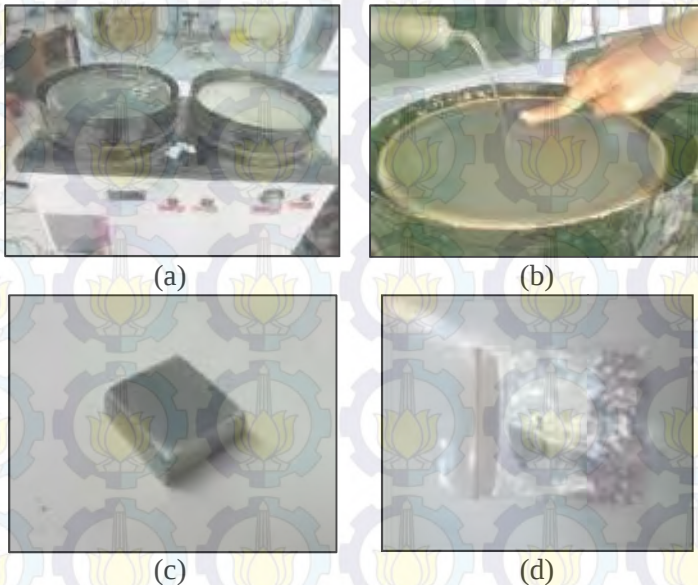
Sedangkan luas permukaan sampel adalah sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Luas permukaan} &= 2 (p \times l) + 2 (p \times t) + 2 (l \times t) \\ &= 2 (1 \times 1) + 2 (1 \times 0,3) + 2 (1 \times 0,3) \\ &= 320 \text{ mm}^2 \end{aligned}$$

b) Pengamplasan sampel

Sampel yang telah dipotong kemudian diampas dengan menggunakan mesin *grinder* dengan menggunakan amplas grit 400, 600, 800, 1000, dan 2000 dengan tujuan untuk meratakan dan menghilangkan cat dan korosi pada permukaan sampel. Mesin *grinder* di atur sehingga bekerja dengan kecepatan putaran mesin 25 rpm sampai lapisan pada permukaan sampel hilang dan tidak ada lagi yang menutupi sampel yang akan di uji korosi. Setiap pergantian

grit ampelas dilakukan tahap pengeringan – pencucian dengan air – pengeringan – ditetesi etanol – dikeringkan dengan *hairdryer*. Setelah dilakukan pengamplasan selanjutnya sampel disimpan dalam plastik klip dengan ditambahkan silika gel yang bertujuan untuk menyerap kelembaban sehingga sampel tidak cepat terserang korosi saat disimpan.



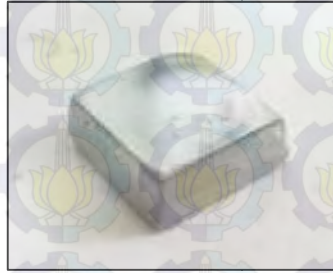
Gambar 3.10 Proses pengamplasan sampel (a) mesin grinder (b) pengamplasan sampel dengan kecepatan putar 25 rpm (c) hasil pengamplasan sampai grit 2000 (d) penyimpanan sampel dalam plastik klip.

- c) Pemolesan dengan alumina
Setelah sampel diampelas secara bertahap dari grit 400 hingga grit 2000, sampel kemudian dipoles menggunakan kain bludru dengan alumina sebagai oksida polesnya. Proses pemolesan dilakukan hingga didapatkan permukaan

sampel yang mengkilap. Tahapan ini dilakukan di Laboratorium Metalurgi Jurusan Teknik Mesin ITS.



(a)



(b)

Gambar 3.11 Proses pemolesan sampel (a) mesin *polisher* Ecomet III (b) hasil pemolesan dengan alumina

3.4.2 Persiapan larutan uji

Larutan uji yang digunakan dalam tugas akhir ini adalah larutan garam (3,5%). Larutan garam dibuat dengan melarutkan NaCl SAP ke dalam aquades. Perhitungan untuk mendapatkan larutan NaCl 3,5% ditunjukkan oleh rumus 3.3 berikut.

$$\text{NaCl 3,5\%} \rightarrow \frac{\text{massa NaCl SAP}}{\text{massa aquades}} \times 100\% = 3,5\% \quad (3.5)$$

Dari persamaan di atas maka dapat dibuat larutan garam NaCl 3,5% dengan mencampurkan 35 gram NaCl ke dalam 1000 gram aquades. Massa jenis dari aquades adalah 1 g/ml, sehingga volume aquades yang dibutuhkan adalah 1000 ml.



Gambar 3.12 NaCl SAP sebagai bahan pembuatan larutan NaCl 3,5%

Berdasarkan ASTM G31-72 untuk uji rendam skala laboratorium, volume larutan uji yang digunakan adalah $0,4 \text{ ml/mm}^2$ dikali luas permukaan sampel. Maka dengan luas permukaan sampel sebesar 320 mm^2 , larutan uji yang digunakan adalah sebanyak :

$$\text{Volume larutan} = 0,4 \text{ ml/mm}^2 \times 320 \text{ mm}^2 = 128 \text{ ml}$$

3.4.3 Perhitungan uji korosi

Sebelum dilakukan uji terhadap laju korosi, terdapat beberapa tahapan yang harus dilakukan, antara lain :

a) Persiapan larutan inhibitor

Larutan yang digunakan sebagai inhibitor adalah senyawa natrium silikat yang disintesis dari lumpur Lapindo dan natrium silikat komersial. Volume inhibitor yang ditambahkan pada masing-masing larutan adalah sebagai berikut :

Tabel 3.1 Variasi Volume Inhibitor

Metode sintesis Na_2SiO_3	Volume Inhibitor (Na_2SiO_3)						
	0 ml	2 ml	4 ml	6 ml	8 ml	10 ml	12 ml
Metode A							
Metode M1							
Metode M2							

Keterangan :

(Larutan Uji yang digunakan larutan NaCl 3,5%)

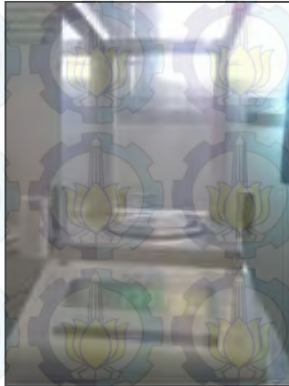
Metode A : Ekstraksi nanosilika metode kopresipitasi (Januar, 2013.) + metode sintesis A (Adizima, 2012).

Metode B : Ekstraksi metode pertama (M1) dan metode kedua (M2) (Aditya, 2014).

b) Pengukuran berat awal

Sebelum diuji korosi, semua sampel ditimbang menggunakan timbangan digital Mettler Toledo MS104S yang ada di laboratorium Kimia Rekayasa Jurusan Teknik

Material dan Metalurgi ITS dengan tingkat keterbacaan 0,0001 gram.



Gambar 3.13 Penimbangan sampel menggunakan timbangan Mettler Toledo MS104S

- c) Perendaman sampel dan pengukuran pH larutan
Sampel yang telah siap digunakan, direndam dalam larutan uji selama 5 hari. Sesaat setelah perendaman, dilakukan pengukuran pH larutan pada masing-masing larutan dengan menggunakan pH meter. Pengukuran pH ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui perubahan pH larutan sebelum dan sesudah ditambahkan inhibitor.
- d) Pembersihan Sampel
Setelah 5 hari lama perendaman, kemudian sampel diangkat dari larutan uji untuk kemudian dibersihkan. Langkah-langkah pembersihan sampel sesuai standar (NACE RP 0775-2005) adalah sebagai berikut:
 - i) Setelah perendaman sampel selama lima hari, sampel dikeluarkan dari larutan uji kemudian dicelupkan ke dalam air sabun dan dibersihkan dengan menggunakan spons. Proses ini diperlukan untuk menghilangkan kandungan minyak atau lemak yang ada pada permukaan sampel.

- ii) Sampel dibilas menggunakan aquades kemudian dicelupkan ke dalam *acetone*. Setelah itu, sampel dikeringkan dengan hembusan udara dari *hairdryer*.
- iii) Setelah kering, sampel dimasukkan ke dalam larutan *pickling* yang dibuat dengan mencampurkan 100 ml HCl teknis dengan 100 ml aquades. Tujuan dari proses ini adalah untuk menghilangkan *scale* yang timbul dari proses korosi. Proses ini dilakukan dalam mesin *ultrasonic cleaner* selama 2 menit.
- iv) Setelah proses penghilangan *scale*, sampel dicelupkan ke dalam larutan Natrium bikarbonat (NaHCO_3) lewat jenuh selama 1 menit untuk menghilangkan suasana asam. Setelah itu, sampel dibilas dengan aquades.
- v) Sampel dicelupkan kembali ke dalam *acetone*, dan dikeringkan menggunakan *hairdryer*. Setelah sampel kering dilakukan penimbangan untuk menghitung berat akhir dari masing-masing sampel.

3.5 Pengujian Sampel

Setelah dilakukan uji korosi selama 5 hari, sampel selanjutnya dilakukan uji korosi pada NaCl 3,5% di uji dengan menggunakan SEM EDX dan XRD untuk dianalisis unsur-unsur produk korosi yang ada didalamnya.

3.5.1 Pengujian hasil korosi dengan menggunakan XRD

Selanjutnya, produk korosi yang terbentuk juga diamati dengan melakukan pengujian SEM. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui struktur benda uji setelah dilakukan pengujian korosi. Secara morfologi akan tampak pola permukaan yang terbentuk, sehingga dapat diketahui unsur-unsur yang terbentuk.

3.5.2 Pengujian hasil korosi dengan metalografi

Metalografi adalah suatu cara mempersiapkan material metal (logam) untuk mengukur secara kuantitatif maupun kualitatif dari segala hal yang terdapat dalam material yang diamati, seperti fasa, butir, komposisi kimia, orientasi butir, jarak

atom, dislokasi, topografi dan sebagainya. Secara garis besar tahapan metalografi yang dilakukan meliputi :

- i. Pemotongan spesimen (*sectioning*)
Proses Pemotongan merupakan pemindahan material dari sampel yang besar menjadi spesimen dengan ukuran yang kecil. Kerusakan pada material pada saat proses pemotongan tergantung pada jenis material yang dipotong, alat yang digunakan untuk memotong, juga kecepatan potong.
- ii. Pembungkaihan (*mounting*)
Pembungkaihan diperlukan pada persiapan spesimen metalografi, meskipun pada beberapa spesimen dengan ukuran yang agak besar namun hal ini tidaklah mutlak. Untuk bentuk yang kecil atau tidak beraturan sebaiknya dibungkai guna memudahkan dalam memegang spesimen pada saat proses pengamplasan dan pemolesan. Sebelum melakukan pembungkaihan, pembersihan spesimen haruslah dilakukan dan dibatasi hanya dengan perlakuan yang sederhana dan detail yang ingin kita lihat tidak hilang. Sebuah perbedaan akan tampak antara bentuk permukaan fisik dan kimia yang bersih. Pembersihan ini bertujuan agar spesimen hasil pembungkaihan tidak retak atau pecah akibat pengaruh kotoran yang ada.
- iii. Penggerindaan, abrasi dan pemolesan (*grinding, abrasion and polishing*)
Pada proses ini dilakukan penggunaan partikel abrasif tertentu yang berperan sebagai alat pengiris secara berulang-ulang. Partikel-partikel abrasif tersebut disatukan dalam lembar kertas yang kita kenal sebagai kertas ampelas. Pengamplasan adalah proses untuk mereduksi permukaan spesimen dengan pergerakan permukaan abrasif yang bergerak kontinyu sehingga mengikis permukaan spesimen. Dari proses pengamplasan yang didapat adalah permukaan yang relatif lebih halus atau goresan yang seragam pada permukaan spesimen. Selanjutnya proses pemolesan menggunakan lembar kain wool untuk menciptakan permukaan yang sangat halus seperti kaca sehingga dapat memantulkan cahaya dengan baik. Pada pemolesan biasanya digunakan pasta gigi,

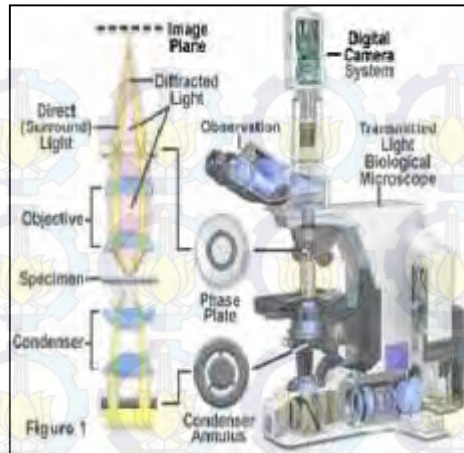
karena pasta gigi mengandung Zn dan Ca yang akan dapat menghasilkan permukaan yang sangat halus.

iv. Pengetsaan (*etching*)

Etsa dilakukan dalam proses metalografi adalah untuk melihat struktur mikro dari sebuah spesimen dengan menggunakan mikroskop optik. Spesimen yang cocok untuk proses etsa harus mencakup daerah poles dengan hati-hati yang bebas dari deformasi plastis karena deformasi plastis akan mengubah struktur mikro spesimen tersebut. Proses etsa untuk mendapatkan mikro struktur kontras dapat diklasifikasikan atas proses etsa tidak merusak (*non desctructive etching*) dan proses etsa merusak (*desctructive etching*). Adapun pada penelitian ini menggunakan etsa kimia (*chemical etching*) yang termasuk *desctructive etching*. Larutan etsa yang digunakan adalah larutan Nital dengan komposisi 98% alkohol dan 2% asam nitrat.

v. Observasi pada mikroskop optik

Pada metalografi, secara umum yang diamati adalah dua hal yaitu *macrostructure* (struktur makro) dan *microstructure* (struktur mikro). Struktur makro adalah struktur dari logam yang terlihat secara makro pada permukaan yang dietsa dari spesimen yang telah dipoles tapi belum dietsa. Sedangkan struktur mikro adalah struktur dari sebuah permukaan logam yang telah dipoles dan dietsa sehingga batas butir terlihat jelas dengan menggunakan perbesaran sedikitnya 25x. Pada penelitian kali ini digunakan mikroskop Olympus BX51M di jurusan teknik material dan metalurgi ITS. Mikroskop ini selain memiliki perbesaran sampai dengan 100x juga dilengkapi dengan sistem kamera digital untuk menangkap gambar untuk selanjutnya dapat dilihat dalam layar komputer menjadi menjadi gambar ukuran 640x480 pixels.



Gambar 3.14 Prinsip kerja mikroskop (olympus-ims.com)

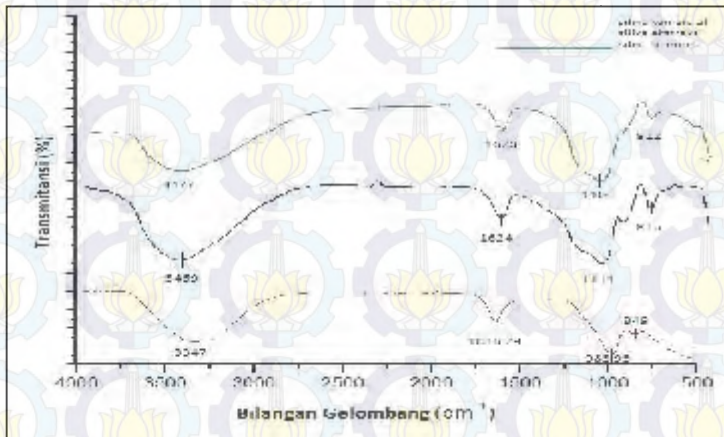
Mikroskop bekerja dengan bantuan lensa obyektif sehingga terbentuk bayangan nyata terbalik dan diperbesar. Sedangkan lensa okuler berfungsi untuk memperbesar bayangan yang dihasilkan oleh lensa obyektif berkisar antara 4 hingga 25 kali. Adapun lensa kondensor, adalah lensa yang berfungsi guna mendukung terciptanya pencahayaan pada obyek yang akan dilihat sehingga dengan pengaturan yang tepat maka akan diperoleh daya pisah maksimal.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Nanosilika dengan FTIR dan XRD

Nanosilika hasil ekstraksi lumpur lapindo selanjutnya diujikan FTIR dan XRD. Gambar 4.1 merupakan hasil pengujian spektrum nanosilika hasil ekstraksi dengan perbandingan nanosilika komersial dan nanosilika referensi (Januar, 2013). Dari pengujian FTIR ini diketahui beberapa gugus fungsi yang terjadi pada rentang bilangan gelombang 500-4000 cm^{-1} melalui setiap puncak (*peak*) yang muncul.

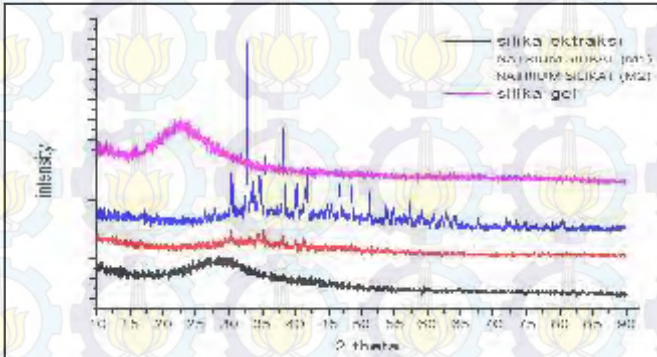


Gambar 4.1 Pengujian FTIR silika hasil ekstraksi dengan silika komersial dan silika referensi (pH1).

Berdasarkan gambar di atas, terlihat pada bilangan gelombang 983,34 merupakan milik Si-O(Na) *stretching*, bilangan 1636 merupakan milik C-O *bending* sedangkan bilangan 849 menandai adanya gugus fungsi O-Si-O. Selain itu, gugus fungsi O-H (molekul air) juga teramati pada bilangan gelombang 3347.

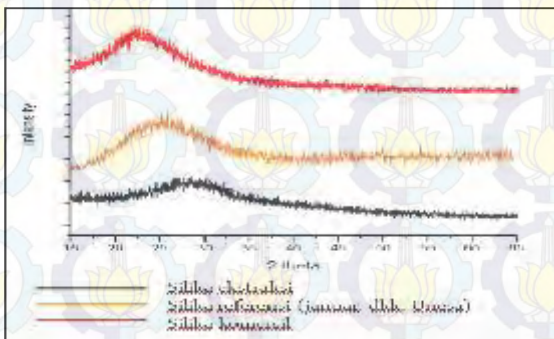
Disamping itu, dilakukan juga uji XRD dengan menggunakan radiasi Cu K- α pada rentang sudut 5°-60° untuk

mengetahui tingkat kemurnian natrium silikat hasil sintesis. Hasil dari pengujian XRD dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Pengujian XRD natrium silikat dan silika ekstraksi.

Berdasarkan pada hasil uji XRD pada Gambar 4.2, senyawa silika memiliki puncak bentuk amorf dengan sudut $2\theta = 24,47^\circ$. Sedangkan untuk natrium silikat hasil ekstraksi metode 1 (M1) dan metode 2 (M2) memiliki hasil yang lebih acak dimana terdapat banyak puncak lain yang mengindikasikan adanya unsur-unsur lain. Selain membandingkan XRD ketiga hasil ekstraksi juga dilakukan perbandingan silika ekstraksi dengan silika komersial dan silika referensi.



Gambar 4.3 Perbandingan XRD silika ekstraksi, komersial dan referensi.

Dari gambar 4.3 terlihat bahwa silika memiliki puncak pada nilai 2θ antara 24° - 28° . Jika dibandingkan dengan silika komersial yang memiliki puncak sekitar posisi $2\theta=24^\circ$ tampak silika ekstraksi memiliki puncak bergeser ke arah kanan dengan $2\theta=26,5^\circ$. Dari lampiran C dapat diketahui pergeseran puncak yang diperoleh ini mengindikasikan bahwa panjang ikatan unsur O-Si silika ekstraksi lebih pendek daripada silika komersial.

4.2 Analisis Ukuran Partikel

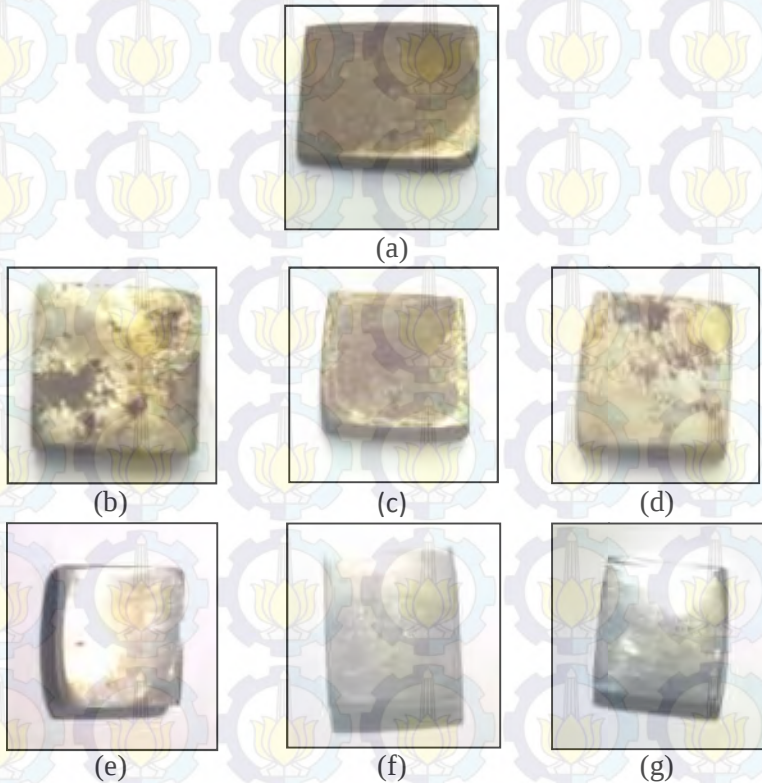
Untuk analisa ukuran partikel nanosilika hasil ekstraksi menggunakan persamaan (3.2) dimana diketahui terlebih dahulu nilai FWHM (*Full width at half maximum*) yang terukur.

Tabel 4.1 Hasil XRD Nilai FWHM.

Senyawa	Pos. [$^\circ 2\theta$.]	FWHM Left [$^\circ 2\theta$.]
Silika komersial	21.7093	0.1224
silika ekstraksi	27.9564	0.0900
Natrium silika sintesis (Aditya,2014)	33.3053	0.0327
Silika ekstraksi referensi ('Adziimaa,2013)	25.8336	0.0254

Sebagai perbandingan, juga dilakukan terhadap silika komersial, natrium silika hasil sintesis dari penelitian (Aditya, 2014) dan silika ekstraksi dari penelitian ('Adziimaa, 2013). Dari tabel 4.1 selanjutnya dapat diketahui ukuran partikel untuk silika komersial 75 nm, untuk silika hasil ekstraksi 95 nm, dan untuk natrium silikat hasil ekstraksi metode III (Aditya, 2014) 263 nm, dan untuk silika ekstraksi referensi ('Adziimaa, 2013) 335 nm. Perubahan ukuran partikel ini dampak dari perubahan ukuran serbuk lumpur lapindo yang dilakukan. Pada penelitian sebelumnya ('Adziimaa, 2013) perlakuan lumpur hanya digerus tanpa memperhatikan ukuran serbuknya dan penelitian setelahnya (Aditya,2014) sebelumnya lumpur digerus hingga berukuran 170

dan sampel dengan penambahan 10 ml inhibitor. Adapun gambar 4.5 menunjukkan kondisi sampel setelah diangkat dari larutan uji.



Gambar 4.5 Sampel pasca perendaman (a) 0 ml inhibitor (b) 2 ml inhibitor M1 (c) 2 ml inhibitor M2 (d) 2 ml inhibitor A (e) 10 ml inhibitor M1 (f) 10 ml inhibitor M2 (g) 10 ml inhibitor A.

Sebelum sampel diangkat dari larutan uji, diukur pH masing-masing larutan uji. Pengukuran pH ini untuk mengetahui perubahan pH yang terjadi saat ditambahkan inhibitor dengan variasi volume yang diberikan. Adapun setelah 5 hari pengujian diperoleh data sebagai berikut.

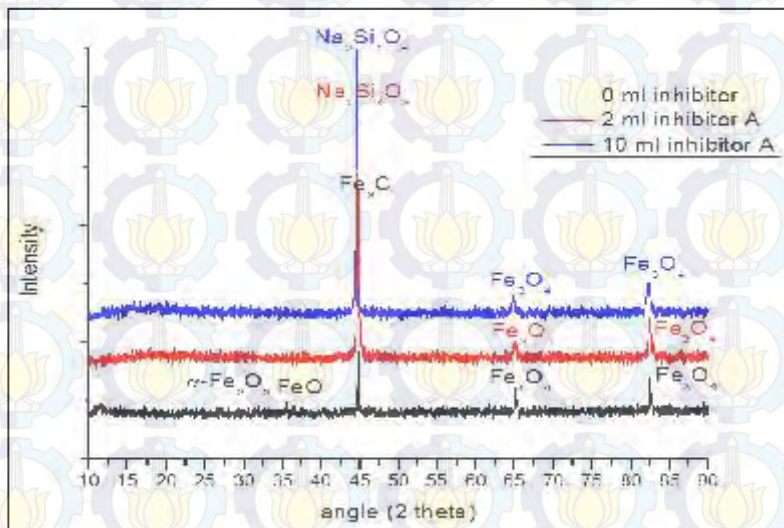
Tabel 4.2 Hasil Uji Korosi pada Larutan Garam

Inhibitor Natrium silikat (M1)			
vol inhibitor (ml)	pH awal	corrosion rate (mpy)	Efisiensi (%)
0	7,21	4,957	0
2	12,03	1,441	70,90
4	12,28	1,326	73,27
6	12,34	0,978	80,23
8	12,355	0,231	95,35
10	12,39	0,692	86,05
12	12,41	0,461	90,70
Inhibitor Natrium silikat (M2)			
	pH awal	corrosion rate (mpy)	Efisiensi (%)
0	7,21	4,957	0
2	11,47	1,211	75,582
4	12,23	0,634	87,209
6	12,31	0,519	89,676
8	12,35	0,231	95,348
10	12,38	0,519	89,535
12	12,42	0,288	94,187
Inhibitor Natrium silikat (A)			
	pH awal	corrosion rate (mpy)	Efisiensi (%)
0	7,21	4,957	0
2	11,87	1,614	67,44
4	11,96	0,807	83,72
6	12,35	0,115	97,67
8	12,41	0,346	93,02
10	12,45	0,231	95,35
12	12,47	0,231	95,35

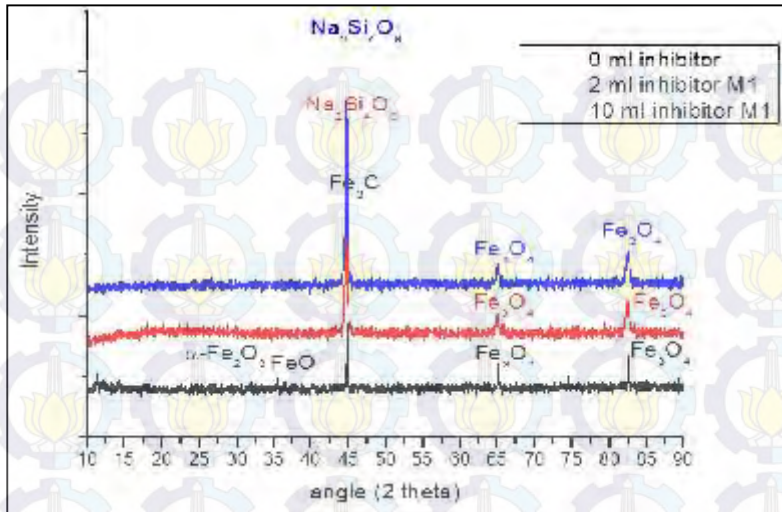
Seiring dengan penambahan inhibitor akan menyebabkan kenaikan pH larutan. Meskipun dengan penambahan inhibitor 2 ml saja mengakibatkan perubahan kenaikan pH yang signifikan, sebagaimana terlihat pada penambahan inhibitor 2 ml sampai dengan 12 ml. Hal ini dikarenakan inhibitor natrium silikat bersifat basa. Setelah 5 hari pengujian korosi, pH larutan mengalami penurunan (lampiran A). Penurunan pH ini terjadi akibat dari inhibitor natrium silikat yang terabsorpsi ke permukaan logam sebagaimana mekanisme kerja inhibitor korosi.

4.4 Hasil Uji Komposisi Produk Korosi

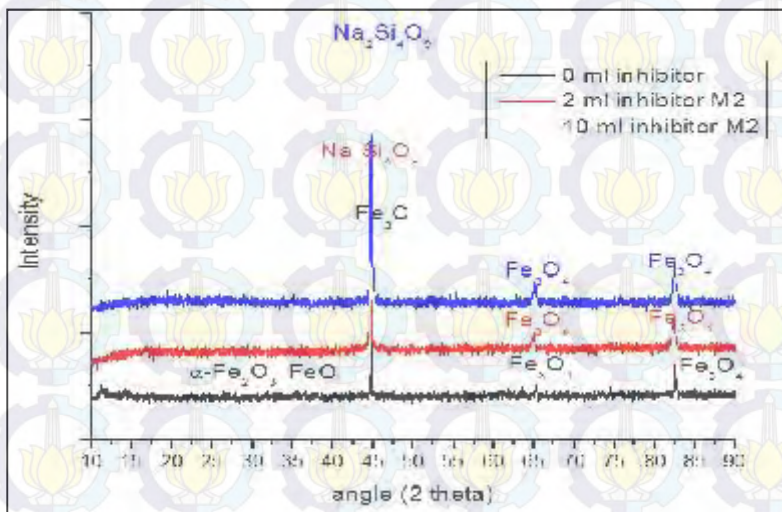
Sampel hasil pengujian, juga diuji menggunakan XRD untuk mengetahui produk korosi yang terjadi. Secara umum, dari hasil pengujian didapatkan berbagai senyawa produk korosi. Gambar 4.6 gambar 4.7 dan gambar 4.8 merupakan representasi dari produk korosi sampel dengan menggunakan inhibitor natrium silikat A, M1 dan M2.



Gambar 4.6 Produk korosi pada larutan NaCl 3,5% dengan inhibitor natrium silikat metode A



Gambar 4.7 Produk korosi pada larutan NaCl 3,5% dengan inhibitor natrium silikat metode M1

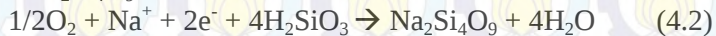


Gambar 4.8 Produk korosi pada larutan NaCl 3,5% dengan inhibitor natrium silikat metode M2

Adanya senyawa besi oksida FeO , Fe_3O_4 dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pada hasil XRD untuk sampel tanpa penambahan inhibitor menunjukkan produk korosi hasil reaksi elektrokimia antara ion-ion pada logam dengan ion oksida di lingkungan sekitar logam. Adapun persamaan reaksi untuk produk korosi berupa Fe_3O_4 dapat dilihat dari persamaan (2.3) dimana Fe_3O_4 terbentuk dari lapisan karat (*rust*) (FeOOH) di permukaan logam (Jones, 1996). Sedangkan untuk $\text{Na}_2\text{Si}_4\text{O}_9$ adalah senyawa yang terbentuk dari hasil reaksi antara logam dan inhibitor natrium silikat selama proses uji korosi. Senyawa tersebut merupakan senyawa pembentuk lapisan pelindung hasil reaksi antara ion-ion pada logam dengan inhibitor. Dimana pada mulanya inhibitor natrium silikat bereaksi dengan air membentuk H_2SiO_3 .

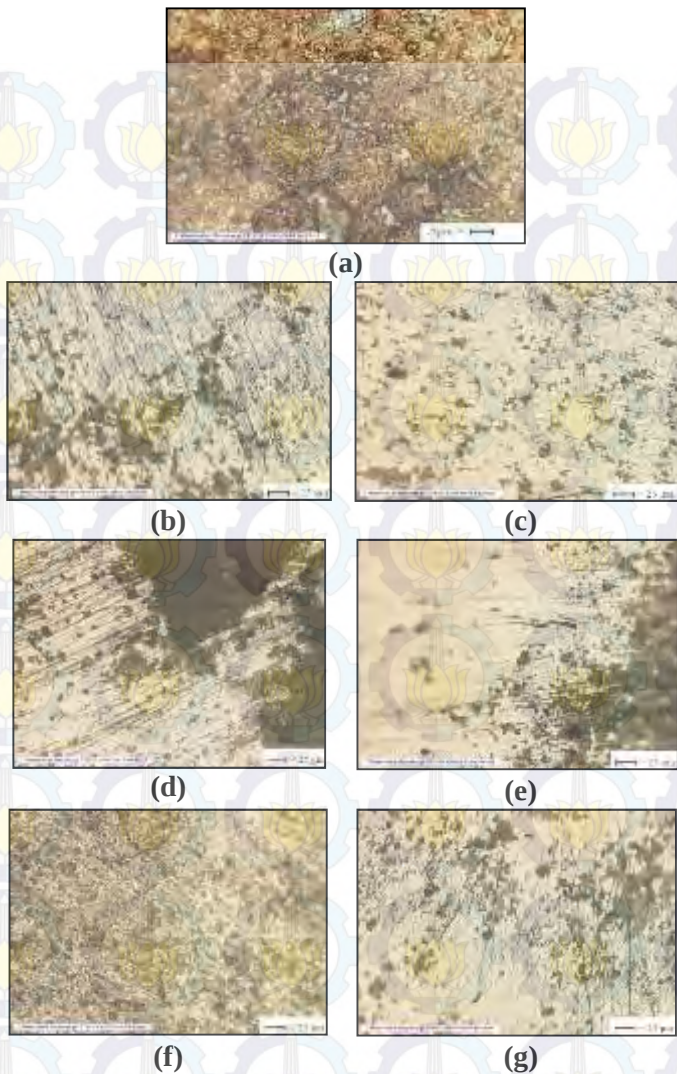


Selanjutnya, H_2SiO_3 ini bereaksi dengan ion Na^+ membentuk lapisan $\text{Na}_2\text{Si}_4\text{O}_9$.



4.5 Analisis Hasil Korosi dengan Mikroskop

Sampel dianalisa permukaannya dengan mikroskop optik, dengan sebelumnya dilakukan pembersihan permukaan sampel dengan kain beludru. Pembersihan ini bertujuan untuk menghilangkan lapisan korosi yang berwarna kuning pada permukaannya. Dari gambar 4.9 terlihat bahwa kondisi sampel tanpa penambahan inhibitor dan dengan penambahan inhibitor sangat jelas. Sampel dengan tanpa ditambahkan inhibitor cenderung lebih banyak cekungan akibat korosi yang terjadi. Disamping itu untuk kondisi dengan penambahan inhibitor 2 ml dan 10 ml hanya sedikit berbeda karena efisiensinya yang nilainya tidak jauh berbeda. Hanya saja pada sampel dengan penambahan inhibitor 2 ml lebih banyak daerah yang terkikis daripada sampel dengan penambahan inhibitor 10 ml.

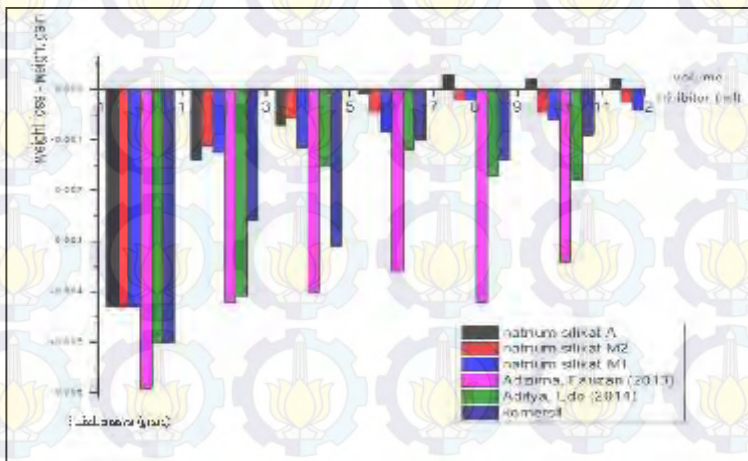


Gambar 4.9 Permukaan sampel (a) 0 ml inhibitor (b) 2 ml inhibitor A (c) 10 ml inhibitor A (d) 2 ml inhibitor M1 (e) 10 ml inhibitor M1 (f) 2 ml inhibitor M2 (g) 10 ml inhibitor M2

Pada umumnya sampel mengalami korosi pada daerah batas Fe_3C tersebut. Dari bentuk morfologi permukaan yang terjadi maka dapat dikatakan bahwa korosi yang terjadi adalah jenis korosi sumuran, sebab korosi ini biasa terjadi pada komposisi logam yang tidak homogen dimana pada daerah batas timbul korosi yang berbentuk sumur. Disamping itu juga karena larutan uji yang digunakan menggunakan larutan yang mengandung unsur klorida maka kecenderungan korosi yang terjadi adalah jenis korosi sumuran

4.6 Kinerja Inhibitor Natrium Silikat pada Larutan Garam

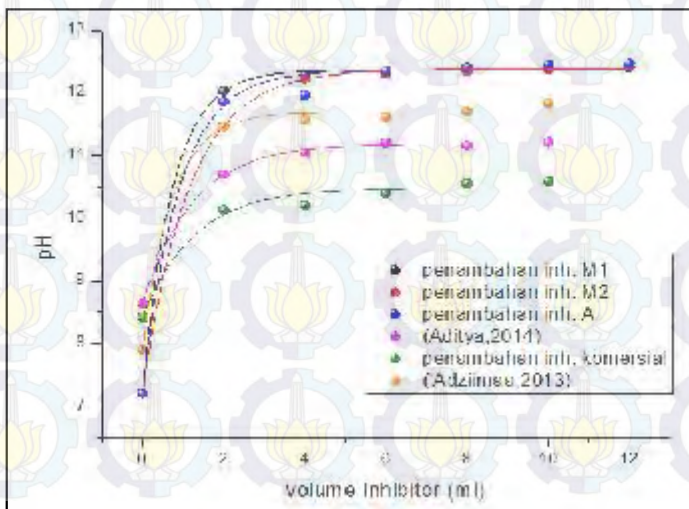
Selama 5 hari perendaman sampel mengalami perubahan massa akibat proses korosi. Terlihat bahwa seiring penambahan volume inhibitor yang diberikan terjadi perubahan penurunan massa (*weight loss*) pada sampel uji. Namun tidak demikian untuk sampel pada penambahan inhibitor A volume 8 ml, 10 ml dan 12 ml dimana terjadi kenaikan massa sampel (*weight gain*) sebesar 0,0002-0,0003 gram seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.10.



Gambar 4.10 Perubahan massa yang terjadi sesuai penambahan volume inhibitor

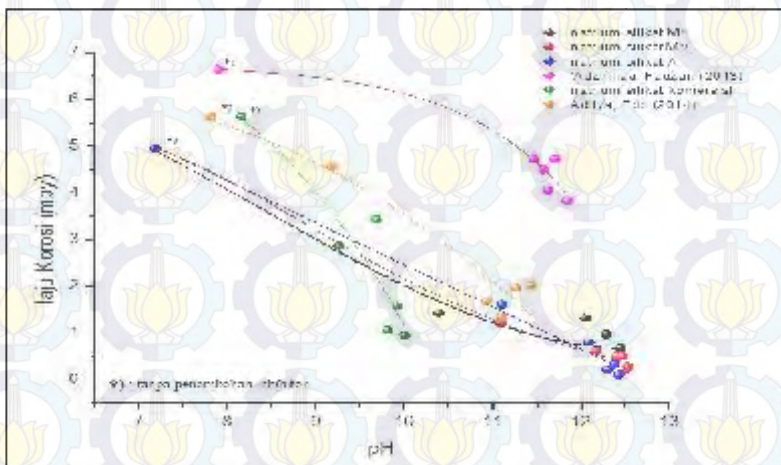
Jika *weight loss* menandakan adanya proses korosi (*corrosion process*), maka *weight gain* tersebut akibat dari *passivation process* yang terbentuk antara lingkungan dengan unsur pada sampel tersebut. Dalam hal ini adalah antara inhibitor dengan sampel ductile cast iron. Disamping itu, tampak bahwa semakin banyak penambahan inhibitor natrium silikat yang diberikan, maka semakin kecil *weight loss* yang terjadi. Hal ini membuktikan bahwa inhibitor telah berhasil menghambat laju korosi (*corrosion rate*) yang terjadi.

Berasarkan grafik hubungan antara penambahan volume inhibitor dengan kenaikan pH sebagaimana gambar 4.11 kenaikan yang signifikan tampak pada kondisi penambahan 2 ml inhibitor. Sedangkan mulai penambahan inhibitor 4 ml keatas perubahan pH yang terjadi semakin kecil. Kenaikan yang cukup besar terjadi pada inhibitor M1, M2 dan A daripada inhibitor natrium silikat komersial dan inhibitor referensi (Aditya,2014) ('Adziimaa,2014) dimana kenaikan nilai pH yang terjadi lebih kecil. Hal ini disebabkan ukuran silika pada penelitian kali ini yang lebih kecil sehingga akan lebih mudah larut dengan air.



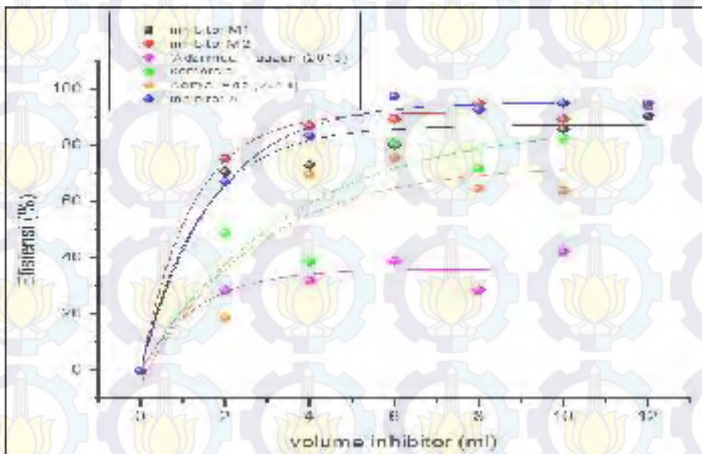
Gambar 4.11 Volume inhibitor terhadap perubahan pH

Selanjutnya, dengan menggunakan persamaan 2.13 diketahui bahwa jumlah volume penambahan inhibitor berbanding terbalik dengan laju korosi yang terjadi. Pada penambahan inhibitor 4 ml mulai mampu menekan laju korosi yang cukup besar yaitu sebesar 1,326 mpy untuk inhibitor M1, 0,634 mpy untuk inhibitor M2 dan 0,807 mpy untuk inhibitor A. Sedangkan dari inhibitor natrium silikat sintesis, mampu menghambat laju korosi paling kecil sebesar 0,115 mpy yaitu pada inhibitor natrium silikat A pada kondisi penambahan inhibitor 6 ml. Disamping itu jika dibandingkan dengan penelitian sebelumnya (Aditya, 2014) dan (Adziimaa, 2013) performansi inhibitor hasil sintesis lebih mampu menahan laju korosi yang lebih baik. Hal ini terlihat bahwa sampel uji dengan penambahan natrium silikat M1, M2 dan A memiliki laju korosi yang lebih kecil. Nilai pH larutan juga mempengaruhi, dimana saat pH bertambah basa maka korosi yang terjadi juga semakin kecil. Adapun hubungan kenaikan pH larutan dengan laju korosi yang terjadi terlihat pada gambar 4.12 dan lebih lengkapnya pada lampiran B.



Gambar 4.12 Pengaruh pH larutan terhadap laju korosi

Dari persamaan 2.14 untuk perhitungan efisiensi inhibitor natrium silikat, selanjutnya dapat diketahui bahwa efisiensi inhibitor cenderung meningkat seiring dengan penambahan volume yang dilakukan. Pada gambar 4.13 tampak bahwa nilai efisiensi pada penambahan volume inhibitor 8 ml–12 ml cenderung memiliki selisih yang sangat kecil, sehingga grafik yang ditunjukkan mulai mendatar.

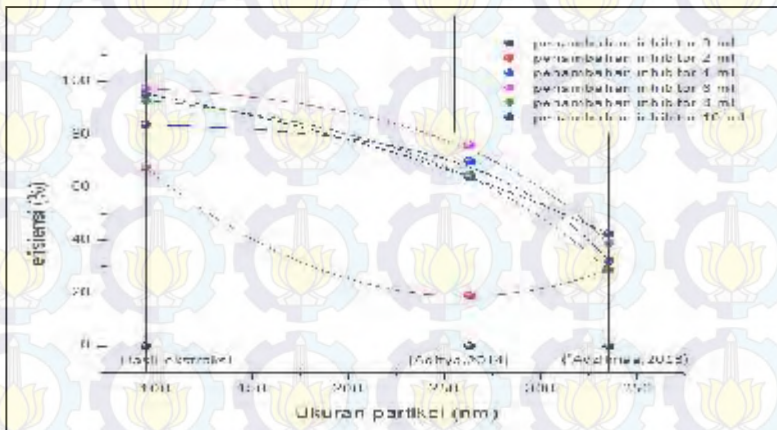


Gambar 4.13 Volume inhibitor terhadap efisiensi pada larutan garam.

Jika pada penelitian sebelumnya (Aditya, 2014) efisiensi inhibitor sintesis pada larutan garam lebih kecil daripada efisiensi natrium silikat komersial, maka pada penelitian kali ini efisiensi inhibitor sintesis metode M1, M2 dan A memiliki nilai yang lebih tinggi daripada natrium silikat komersial. Hal ini terlihat bahwa pada untuk kondisi yang sama pada penambahan inhibitor 10 ml, efisiensi inhibitor M1 90%, inhibitor M2 94% dan inhibitor A 95%. Sedangkan efisiensi inhibitor dengan natrium silikat komersial hanya sebesar 85% dan inhibitor dari penelitian (Aditya,2014) sebesar 60%. Sedangkan efisiensi terbesar dari inhibitor natrium silikat sintesis yaitu sebesar 97,67% pada kondisi penambahan inhibitor 6 ml. Dari hasil uji korosi yang

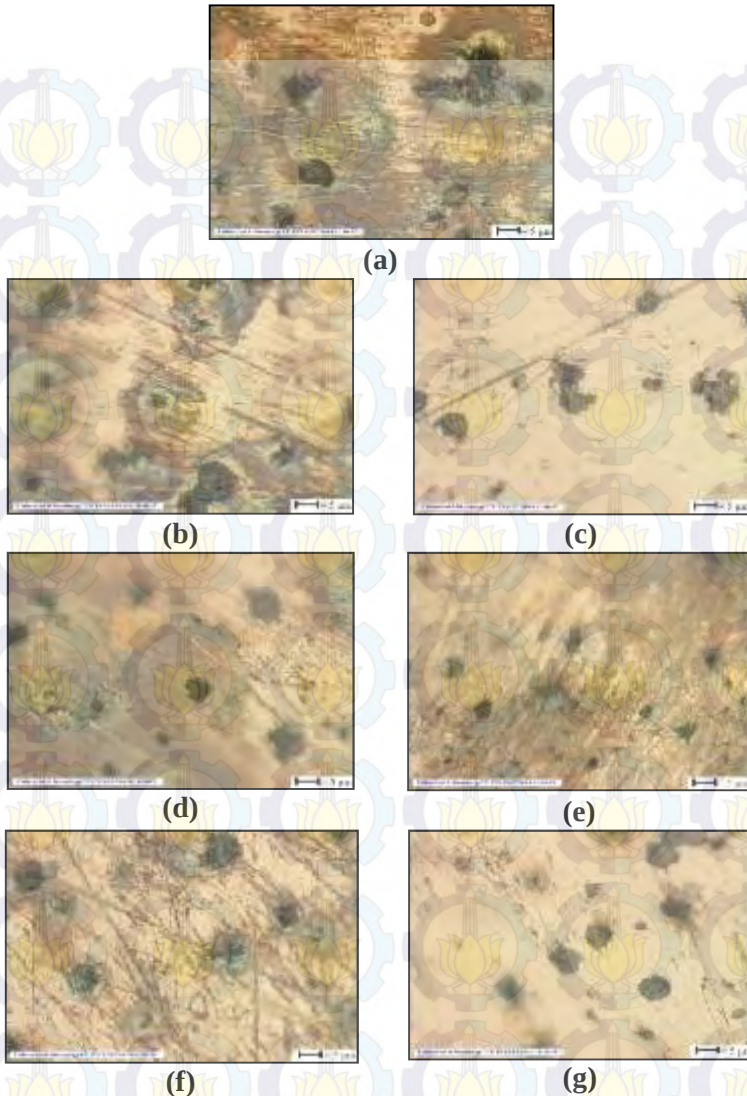
telah dilakukan dengan menggunakan inhibitor dari ketiga metode, diperoleh bahwa hanya butuh 2 ml inhibitor untuk mencapai efisiensi yang sama dengan inhibitor natrium silikat komersial dengan volume 6 ml, dan 8 ml untuk inhibitor referensi (Aditya,2014).

Selain itu jika ditinjau lebih lanjut mengenai perbedaan ukuran partikelnya, silika pada penelitian ini memiliki perbandingan ukuran sebesar 1:2,5 jika dibandingkan penelitian sebelumnya (Aditya,2014) dan jika dibandingkan penelitian ('Adziima,2013) memiliki perbandingan ukuran 1:3,5. Karena ukuran partikel dari silika dalam natrium silikat itu sendiri yang diperkecil menyebabkan luas permukaannya menjadi lebih besar, sehingga mampu menjadi inhibitor korosi dengan melapisi permukaan sampel lebih tertutup. Hal inilah yang menyebabkan efisiensi dari inhibitor itu sendiri lebih baik. Adapun lebih lanjut dapat dilihat pada gambar 4.14 di bawah ini.



Gambar 4.14 Hubungan ukuran partikel dengan efisiensi inhibitor

Dari hasil metalografi yang telah dilakukan, tampak pada gambar 4.15 yang menunjukkan hasil mikroskop (perbesaran 100x). Daerah hitam pada sekitar permukaan menunjukkan bekas reaksi antara logam di permukaan dengan larutan etsa.



Gambar 4.15 Permukaan sampel setelah di etsa (a) 0 ml inhibitor (b) 2 ml inhibitor A (c) 10 ml inhibitor A (d) 2 ml inhibitor M1 (e) 10 ml inhibitor M1 (f) 2 ml inhibitor M2 (g) 10 ml inhibitor M2

Dari gambar 4.15 tampak bahwa pada tepi Fe_3C pada *ductile cast iron* terdapat korosi. Korosi yang terjadi cenderung menyerang bulatan Fe_3C daripada tepi yang lain. Hal ini ditunjukkan dengan bentuk Fe_3C yang sedikit berubah. Pada sampel dengan tanpa inhibitor umumnya terlihat lebih banyak terdapat korosi dan telah menyebar ke sekelilingnya. Adapun untuk sampel dengan penambahan inhibitor 2 ml juga terdapat korosi, namun lebih sedikit daripada dengan tanpa inhibitor. Sedangkan untuk sampel dengan penambahan inhibitor 10 ml terlihat lebih bersih diantara yang lain. Hal ini berlaku untuk sampel dengan variasi inhibitor A, M1 dan M2.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan beberapa hal sebagai berikut:

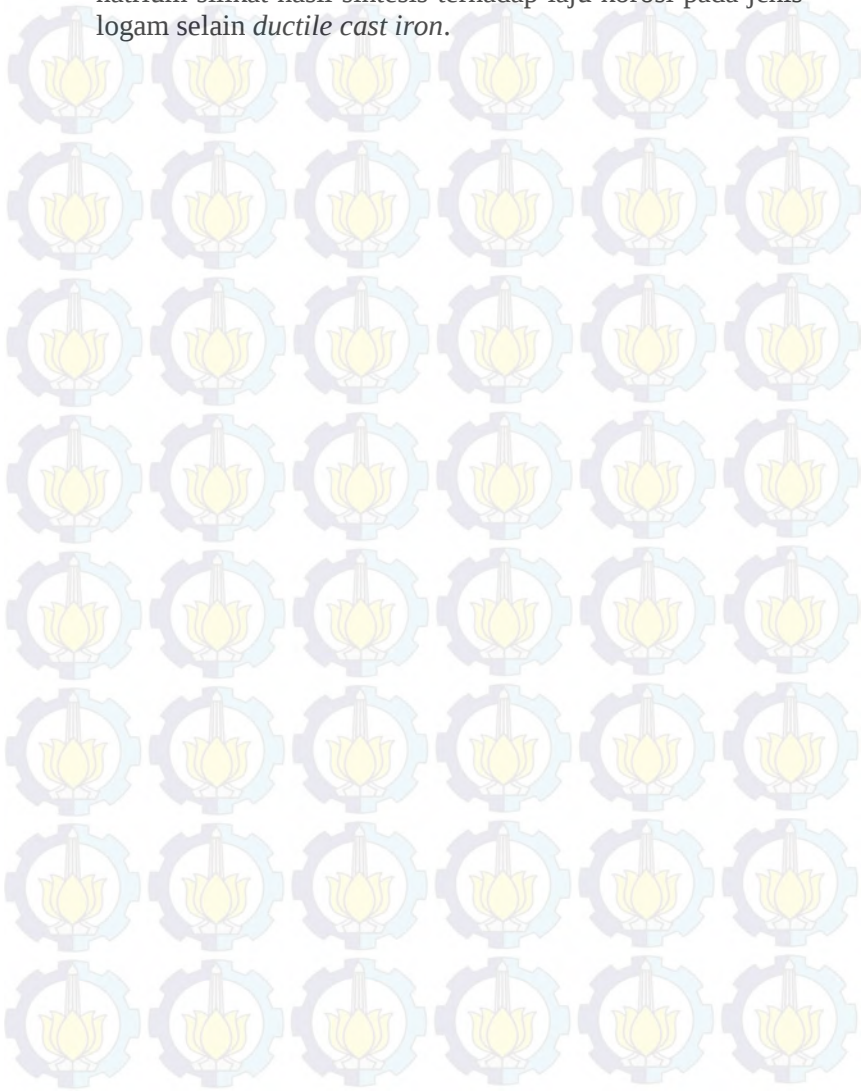
- Silika hasil ekstraksi telah berhasil berukuran nano, yaitu sebesar 95 nm dengan analisi perhitungan menggunakan persamaan Scherrer dan 3,19 nm dari pengujian menggunakan SEM dan analisis *software image-J*.
- Inhibitor natrium silikat sintesis mampu menahan laju korosi sampai 0,115 mpy, dengan efisiensi inhibitor natrium silika hasil sintesis tertinggi yaitu sebesar 95,35% dengan metode sintesis silika dan NaOH .
- Berdasarkan pengujian korosi dengan media air garam (NaCl 3.5%) diperoleh bahwa hanya perlu 2 ml inhibitor natrium silikat hasil sintesis untuk mencapai efisiensi yang sama dengan 6 ml inhibitor natrium silikat komersial dan 8 ml inhibitor referensi (Aditya, 2014).
- Metode terbaik untuk menghasilkan natrium silikat dengan efisiensi tertinggi adalah dengan mengekstraksi nanosilika dari hasil pelarutan lumpur lapindo dalam NaOH (7M) untuk kemudian disintesis menjadi natrium silikat dari 6 gr silika ekstraksi dengan NaOH 8 gr dalam 10 ml aquades.

5.2 Saran

Untuk mendapatkan hasil penelitian yang lebih baik, disarankan beberapa hal sebagai berikut :

- Agar mendapat hasil nanosilika yang lebih banyak maka disarankan agar saat penyaringan larutan natrium silikat dilakukan penyaringan lagi karena masih banyak silika yang masih ada di dalam endapan tersebut.

- Dapat dilakukan penelitian terhadap pengaruh inhibitor natrium silikat hasil sintesis terhadap laju korosi pada jenis logam selain *ductile cast iron*.



DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. dkk. 2008. *Review : Sintesis Nanomaterial*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. Vol 1. No. 2, Institut Teknologi Bandung.
- Aditya, E. 2014. *Penentuan Metode Ekstraksi dan Uji performansi Inhibitor Natrium Silikat pada Ductile Cast Iron*. Tugas Akhir, Jurusan Teknik Fisika ITS.
- Anonim. 2004. *Metallography and Microstructures* vol. 9. ASM handbook. ASM International.
- Aristianto, 2006, *Pemeriksaan Pendahuluan Lumpur Panas Lapindo Sidoarjo*, Tidak diterbitkan, Balai Besar Keramik Departemen Perindustrian, Bandung.
- 'Adziimaa, A. F. 2013. *Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi*. Tugas Akhir, Jurusan Teknik Fisika ITS.
- Callister, William. 2007. *Materials Science and Engineering*. Department of Metallurgical Engineering The University of Utah: John Wiley & Sons, Inc.
- Dalimunthe, Indra Surya. 2004. *Kimia Dari Inhibitor Korosi*. Program Studi Teknik Kimia. Universitas Sumatera Utara.
- Fadli, A. F. dkk. 2013. *Ekstraksi Silika dalam Lumpur Lapindo Menggunakan Metode Kontinyu*. Kimia.Student Journal Vol. 1, No. 2, pp 182-187. Universitas Brawijaya Malang.
- Gao, H. dkk. 2011. *Study of the Corrosion Inhibition Effect of Sodium Silicate on AZ91D Magnesium Alloy*: Elseiver Corrosion Science 53 (2011) 1401-1407.
- Giat, Sulistioso, dkk. 2010. *Pengaruh Inhibitor Kafeina pada Lajju Korosi dan Struktur Mikro baja Karbon KS01 dan AISI 1045 dalam Media Air Laut*. Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), BATAN.
- Haleem A. H., Jabar, F., Mohammed, N. *Corrosion Behavior of Cast Iron in Different Aqueous Salt Solution*. Babylon Uneversity-College of Material Enginering. Iraq.

- Januar, Ahmad, Arifudin, Ahmad, Munasir. 2013. *Pengaruh pH Akhir Larutan pada Sintesis Nanosilika dari Bahan Lusi dengan Metode Kopresipitasi*. Jurnal Inovasi Fisika Indonesia Vol. 02 No. 03 (2013). 7 – 10.
- Jones, Denny. A. 1996. *Principles and Prevention of Corrosion*. Department of Chemical and Metallurgical Engineering. University of Nevada.
- Kurniawan, Candra. dkk. 2011. *Analisis Ukuran Partikel Menggunakan Free Software Image-J*. Pusat Penelitian Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Kawasan PUSPITEK. Serpong.
- Roberge, Pierre R. 2007. *Corrosion Inspection and Monitoring*. Royal military College of Canada. Ontario. Canada
- Utomo, Budi. 2009. Jenis-jenis Korosi dan Penanggulangannya. Jurnal KAPAL, Vol. 6, No. 2, Universitas Diponegoro.

LAMPIRAN A
PERUBAHAN pH AKIBAT PENAMBAHAN Na_2SiO_3 PADA
LARUTAN GARAM

vol inhibitor (ml)	pH awal	pH akhir	perubahan pH
Inhibitor Natrium silikat (M1)			
0	7,21	7,18	0,03
2	12,03	10,38	1,65
4	12,28	12,04	0,24
6	12,34	12,27	0,07
8	12,355	12,390	0,04
10	12,39	12,43	0,04
12	12,41	12,49	0,08
Inhibitor Natrium silikat (M2)			
0	7,21	7,18	0,03
2	11,47	11,09	0,38
4	12,23	12,16	0,07
6	12,31	12,39	0,08
8	12,35	12,46	0,11
10	12,38	12,49	0,11
12	12,42	12,53	0,11
Inhibitor Natrium silikat (A)			
0	7,21	7,185	0,03
2	11,87	11,1	0,77
4	11,96	12,08	0,12
6	12,35	12,29	0,06
8	12,41	12,37	0,04
10	12,45	12,42	0,03
12	12,47	12,45	0,03

LAMPIRAN B

HASIL UJI PRODUK KOROSI PADA LARUTAN GARAM

Perhitungan *corrosion rate* sampel uji pada larutan garam dan inhibitor Na_2SiO_3 (M1).

vol inhibitor (ml)	Massa awal (gr)	Massa akhir (gr)	weight loss (gr)	rata-rata weight loss	corrosion rate (mpy)
0	1,5608	1,5565	0,0043	0,0043	4,957
	1,7295	1,7252	0,0043		
2	1,5772	1,5758	0,0014	0,00125	1,441
	1,5334	1,5323	0,0011		
4	1,4601	1,4593	0,0008	0,00115	1,326
	1,9742	1,9727	0,0015		
6	1,5180	1,5176	0,0004	0,00085	0,978
	1,8117	1,8104	0,0013		
8	1,6533	1,6532	0,0001	0,0002	0,231
	1,9310	1,9307	0,0003		
10	2,0076	2,0067	0,0009	0,0006	0,692
	1,6735	1,6732	0,0003		
12	2,2881	2,2876	0,0005	0,0004	0,461
	1,5514	1,5511	0,0003		

B2

Perhitungan *corrosion rate* sampel uji pada larutan garam dan inhibitor Na_2SiO_3 (M2).

vol inhibitor (ml)	Massa awal (gr)	Massa akhir (gr)	weight loss (gr)	rata-rata weight loss	corrosion rate(mpy)
0	1,5608	1,5565	0,0043	0,0043	4,957
	1,7295	1,7252	0,0043		
2	1,7867	1,7857	0,0010	0,0011	1,211
	1,6880	1,6869	0,0011		
4	2,0564	2,0563	0,0001	0,00055	0,634
	18060	1,8050	0,0010		
6	1,7771	1,7769	0,0002	0,00045	0,519
	1,8115	1,8108	0,0007		
8	1,4796	1,4794	0,0001	0,0002	0,231
	1,5987	1,5984	0,0003		
10	1,5452	1,5445	0,0007	0,00045	0,519
	1,4427	1,4425	0,0002		
12	1,7625	1,7623	0,0002	0,00025	0,288
	2,0439	2,0436	0,0003		

Perhitungan *corrosion rate* sampel uji pada larutan garam dan inhibitor Na_2SiO_3 (A).

vol inhibitor (ml)	Massa awal (gr)	Massa akhir (gr)	weight loss/gain* (gr)	corrosion rate(mpy)
0	1,5608	1,5565	0,0043	4,957
2	1,4695	1,4681	0,0014	1,614
4	1,6241	1,6234	0,0007	0,807
6	1,5532	1,5530	0,0001	0,115
8	1,9236	1,9239	0,0003*	0,346
10	1,6379	1,6381	0,0002*	0,231
12	1,6367	1,6369	0,0002*	0,231

Laju korosi dan efisiensi inhibitor metode M1, M2 dan metode A.

inhibitor	M1		M2		A	
Volume (ml)	CR (mpy)	efisiensi (%)	CR (mpy)	efisiensi (%)	CR (mpy)	efisiensi (%)
0	4,957	0	4,957	0	4,957	0
2	1,441	70,90	1,211	75,582	1,614	67,44
4	1,326	73,27	0,634	87,209	0,807	83,72
6	0,980	80,23	0,512	89,676	0,115	97,67
8	0,231	95,35	0,231	95,348	0,346	93,02
10	0,692	86,05	0,519	89,535	0,231	95,35
12	0,461	90,70	0,288	94,187	0,231	95,35

LAMPIRAN C

PERHITUNGAN JARAK ANTAR ATOM O-Si DARI NANOSILIKA

Dari persamaan (3.1) dapat diketahui jarak antar kisi kristal dari silika komersial dengan $2\theta = 24^\circ$

$$\begin{aligned} n\lambda &= 2 \cdot d \cdot \sin \theta \\ (1)(0,154 \text{ nm}) &= 2 \cdot d \cdot \sin(12) \\ d &= \frac{0,154}{2 \times 0,208} \\ d &= 0,37 \text{ nm} \end{aligned}$$

Selanjutnya untuk jarak antar atom (a) dari ikatan O-Si, dapat dicari dengan persamaan :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{C.1})$$

Dengan nilai (h, k, l) untuk tetrahedral silika bernilai $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$

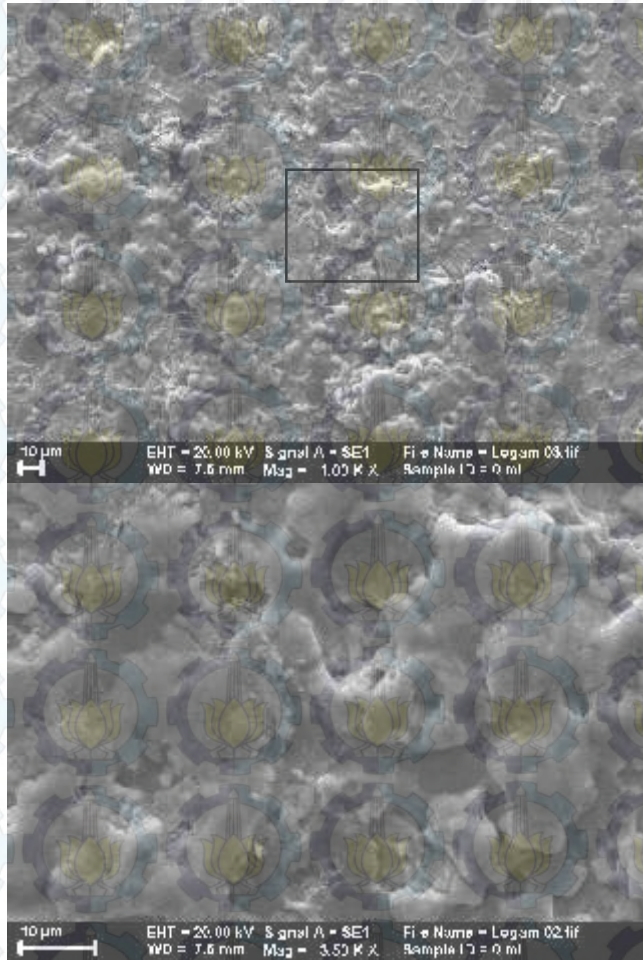
$$\begin{aligned} 0,37 &= \frac{a}{\sqrt{(\frac{1}{4})^2 + (\frac{1}{4})^2 + (\frac{1}{4})^2}} \\ a &= 0,37 \times 0,432 \\ a &= 0,16 \text{ nm} \end{aligned}$$

Adapun untuk silika hasil ekstraksi yang memiliki $2\theta = 26,5^\circ$ dapat dicari nilai jarak antar atom (a) dengan cara serupa.

$$(1)(0,154 \text{ nm}) = 2 \cdot d \cdot \sin(13,25)$$

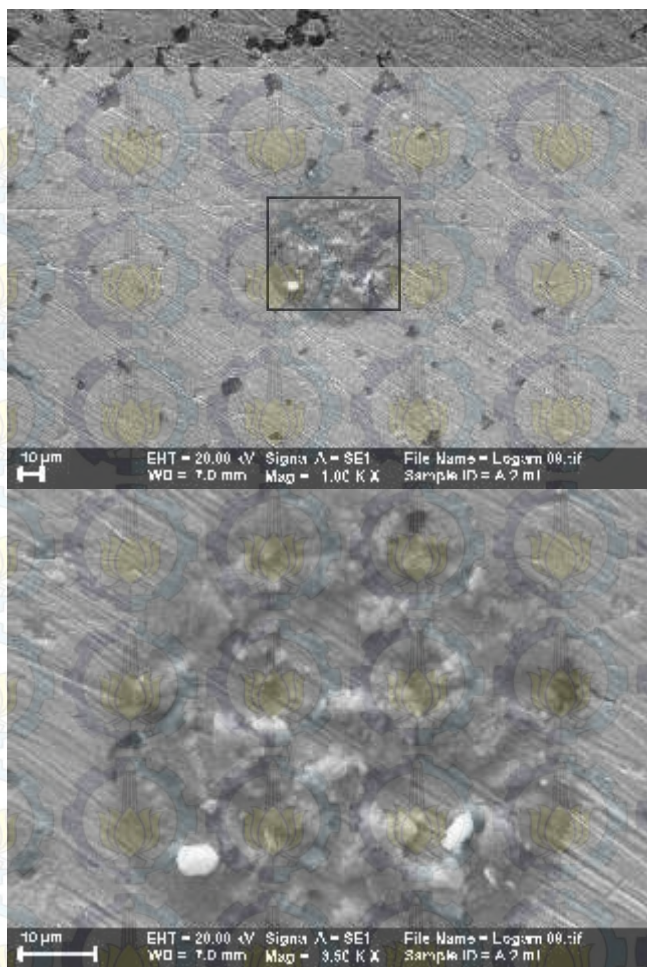
$$\begin{aligned} d &= \frac{0,154}{2 \times 0,229} \\ d &= 0,336 \text{ nm} \\ 0,336 &= \frac{a}{\sqrt{(\frac{1}{4})^2 + (\frac{1}{4})^2 + (\frac{1}{4})^2}} \\ a &= 0,336 \times 0,432 \\ a &= 0,145 \text{ nm} \end{aligned}$$

LAMPIRAN D
HASIL UJI SEM SAMPEL PASCA UJI KOROSI

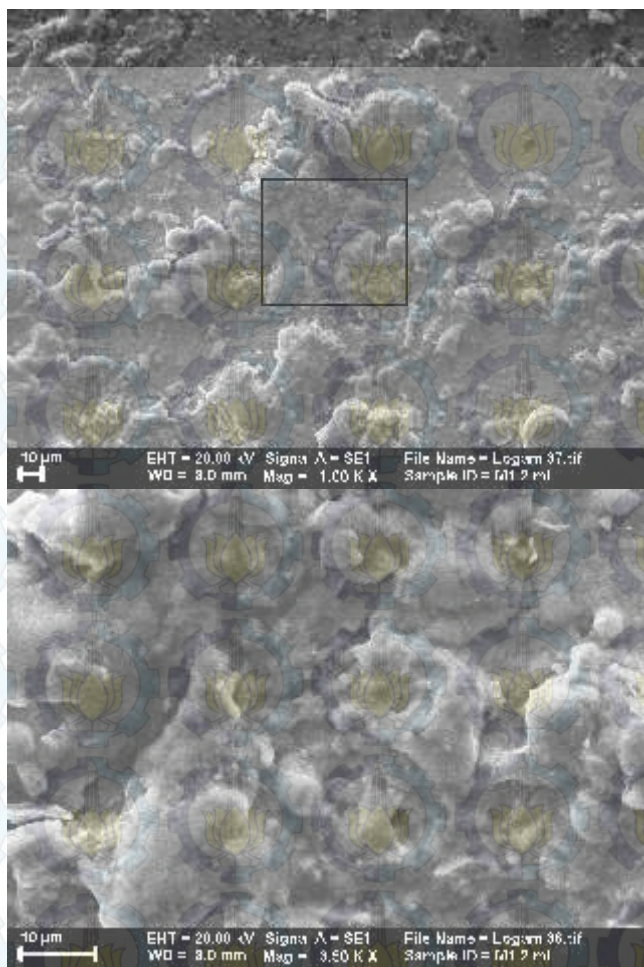


Gambar D.1 Topologi sampel tanpa penambahan inhibitor

D2

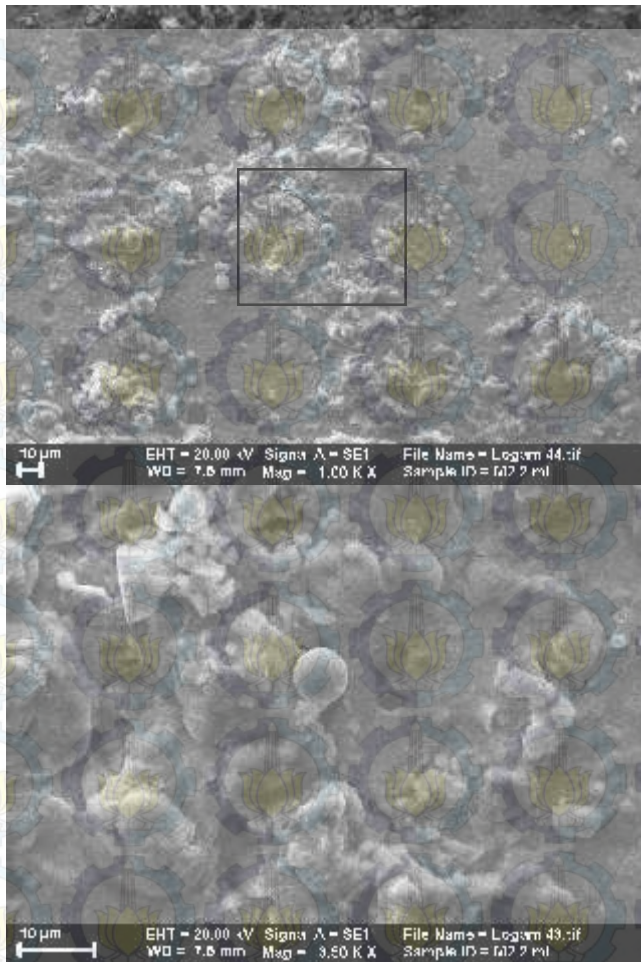


Gambar D.2 Topologi sampel dengan penambahan 2 ml inhibitor metode A



Gambar D.3 Topologi sampel dengan penambahan 2 ml inhibitor metode M1

D4



Gambar D.4 Topologi sampel dengan penambahan 2 ml inhibitor metode M2



LAMPIRAN E ASTM G31-72

Standard Practice for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals¹

This standard is subject to revision without notice. If the standard is revised, it will be designated by the year of revision. In the case of a major revision, the year of revision will be placed in parentheses after the year of issue. A superscripted letter will be used to indicate a technical amendment to the standard.

1. Scope

1.1 This practice describes accepted procedures for and factors that influence laboratory immersion corrosion tests, particularly mass loss tests. These factors include specimen preparation, apparatus, test conditions, methods of cleaning specimens, evaluation of results, and calculation and reporting of corrosion rates. This practice also emphasizes the importance of recording all pertinent data and provides a checklist for reporting test data. Other ASTM procedures for laboratory corrosion tests are tabulated in the Appendix. (Warning—In many cases the corrosion product on the reactive metals titanium and zirconium is a hard and tightly bonded oxide that defies removal by chemical or ordinary mechanical means. In many such cases, corrosion rates are established by mass gain rather than mass loss.)

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.3 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

- A 262 Practice for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels
- E 8 Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials
- G 1 Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens
- G 4 Guide for Conducting Corrosion Coupon Tests in Field Applications

G 16 Guide for Applying Statistics to Analysis of Corrosion Data

G 45 Guide for Examination and Evaluation of Pitting Corrosion

3. Significance and Use

3.1 Corrosion testing by its very nature precludes complete standardization. This practice, rather than a standardized procedure, is presented as a guide so that some of the pitfalls of such testing may be avoided.

3.2 Experience has shown that all metals and alloys do not respond alike to the many factors that affect corrosion and that "accelerated" corrosion tests give indicative results only, or may even be entirely misleading. It is impractical to propose an inflexible standard laboratory corrosion testing procedure for general use, except for material qualification tests where standardization is obviously required.

3.3 In designing any corrosion test, consideration must be given to the various factors discussed in this practice, because these factors have been found to affect greatly the results obtained.

4. Interference

4.1 The methods and procedures described herein represent the best current practices for conducting laboratory corrosion tests as developed by corrosion specialists in the process industries. For proper interpretation of the results obtained, the specific influence of certain variables must be considered. These include:

4.1.1 Metal specimens immersed in a specific hot liquid may not corrode at the same rate or in the same manner as in equipment where the metal acts as a heat transfer medium in heating or cooling the liquid. If the influence of heat transfer effects is specifically of interest, specialized procedures (in which the corrosion specimen serves as a heat transfer agent) must be employed (1).³

4.1.2 In laboratory tests, the velocity of the environment relative to the specimens will normally be determined by convection currents or the effects induced by aeration or boiling or both. If the specific effects of high velocity are to be studied, special techniques must be employed to transfer the

¹ This practice revises the previous ASTM Committee G01 on Corrosion of Metals and its direct responsibility of Subcommittee G01.05 on Laboratory Corrosion Tests.

Current edition approved May 1, 2003. Published May 2003. Originally approved in 1972; last previous edition approved in 1994 as G 31-72 (G01.05).

This practice is based upon NACE Standard TM 0169, "Standard Method for Laboratory Immersion Testing of Metals for the Presence of Intergranular Corrosion" (1994), which is available in the ASTM Handbook on Corrosion Testing, Vol. 13, 2nd Edition, G 31-72 and G 45-72.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards voluntary information, refer to the standard's document summary page on the ASTM website.

³ For further studies in this area, refer to the list of references at the end of this practice.

environment through rotating specimens or to move it rapidly past the plane face of a corrosion coupon (2). Alternatively, the coupon may be rotated through the environment, although it is then difficult to evaluate the velocity quantitatively because of the stirring effects incurred.

4.1.3 The behavior of certain metals and alloys may be profoundly influenced by the presence or absence of oxygen. If this is a factor to be considered in a specific test, the solution should be completely aerated or deaerated in accordance with 8.7.

4.1.4 In some cases, the rate of corrosion may be governed by other minor constituents in the solution. In which case they will have to be continually or intermittently replenished by changing the solution in the test.

4.1.5 Corrosion products may have undesirable effects on a chemical product. The amount of possible contamination can be estimated from the loss in mass of the specimen, with proper application of the expected relationships among (1) the area of corroding surface, (2) the mass of the chemical product handled and (3) the duration of contact of a unit of mass of the chemical product with the corroding surface.

4.1.6 Corrosion products from the coupon may influence the corrosion rate of the metal itself or of different metals exposed at the same time. For example, the accumulation of cupric ions in the testing of copper alloys is immediate; strengths of sulfuric acid will accelerate the corrosion of copper alloys, as compared to the rate that would be obtained if the corrosion products were continually removed. Cupric ions may also exhibit a passivating effect upon stainless steel coupons exposed at the same time. In practice, only alloys of the same general type should be exposed in the testing apparatus.

4.1.7 Coupon corrosion testing is predominantly designed to investigate general corrosion. There are a number of other special types of phenomena of which one must be aware in the design and interpretation of corrosion tests.

4.1.7.1 Galvanic corrosion may be investigated by special devices which couple one coupon to another in electrical contact. The behavior of the specimens in this galvanic couple are compared with that of insulated specimens exposed on the same holder and the galvanic effects noted. It should be observed, however, that galvanic corrosion can be greatly affected by the area ratios of the respective metals, the distance between the metals and the resistivity of the electrolyte. The coupling of corrosion coupons then yields only qualitative results, as a particular coupon reflects only the relationship between these two metals at the particular area ratio involved.

4.1.7.2 Crevice corrosion or concentration cell corrosion may occur where the metal surface is partially blocked from the corroding liquid by a spacer or supporting block. It is necessary to evaluate this localized corrosion separately from the overall mass loss.

4.1.7.3 Selective corrosion at the grain boundaries (for example, intergranular corrosion of sensitized austenitic stainless steels) will not be readily observable in mass loss measurements unless the attack is severe enough to cause grain dropping, and often requires microscopic examination of the coupons after exposure.

4.1.7.4 Deaerating or "pitting" corrosion is a condition in which one constituent is selectively removed from an alloy, as in the dezincification of brass or the graphitization of cast iron. Close attention and a more sophisticated evaluation than a simple mass loss measurement are required to detect this phenomenon.

4.1.7.5 Certain metals and alloys are subject to a highly localized type of attack called pitting corrosion. This cannot be evaluated by mass loss alone. The reporting of nonuniform corrosion is discussed below. It should be appreciated that pitting is a statistical phenomenon and that the incidence of pitting may be directly related to the area of metal exposed. For example, a small coupon is not as prone to exhibit pitting as a large one and it is possible to miss the phenomenon altogether in the corrosion testing of certain alloys, such as the AISI Type 300 series stainless steels in chloride contaminated environments.

4.1.7.6 All metals and alloys are subject to stress-corrosion cracking under some circumstances. This cracking occurs under conditions of applied or residual tensile stress, and it may or may not be visible to the unaided eye or upon casual inspection. A metallographic examination may confirm the presence of stress-corrosion cracking. It is imperative to note that this usually occurs with no significant loss in mass of the test coupon, although certain refractory metals are an exception to these observations. Generally, if cracking is observed in the coupon, it can be taken as positive indication of susceptibility, whereas failure to effect this phenomenon simply means that it did not occur under the duration and specific conditions of the test. Separate and special techniques are employed for the specific evaluation of the susceptibility of metals and alloys to stress-corrosion cracking (see Ref. (3)).

5. Apparatus

5.1 A versatile and convenient apparatus should be used, consisting of a kettle or flask of suitable size (usually 500 to 5000 mL), a reflux condenser with atmospheric seal, a stirrer (for controlling atmosphere or aeration), a thermometer and temperature-regulating device, a heating device (mantle, hot plate, or bath), and a specimen support system. If agitation is required, the apparatus can be modified to accept a suitable stirring mechanism, such as a magnetic stirrer. A typical test setup for this type test is shown in Fig. 1.

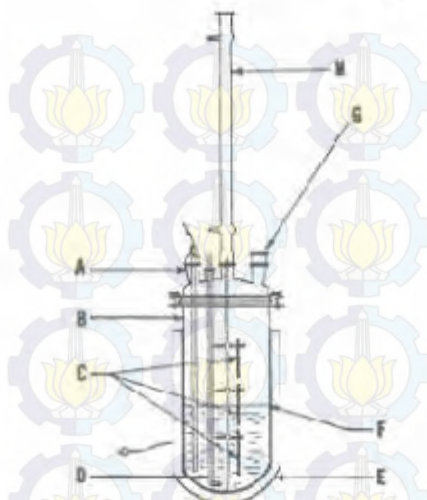
5.2 The suggested components can be modified, simplified, or made more sophisticated to fit the needs of a particular investigation. The suggested apparatus is basic and the apparatus is limited only by the judgment and ingenuity of the investigator.

5.2.1 A glass reaction kettle can be used where the configuration and size of the specimen will permit entry through the narrow kettle neck (for example, 45/50 ground-glass joint). For solutions corrosive to glass, suitable metallic or plastic vessels may be employed.

5.2.2 In some cases a wide-mouth jar with a suitable closure is sufficient when simple immersion tests at ambient temperatures are to be investigated.

5.2.3 Open-heater tests should not be used because of evaporation and contamination.

G 31 – 72 (2004)



Note 1—The flask can be used as a variable and convenient apparatus to conduct simple immersion tests. Configuration of up to flask is such that enough immersion apparatus can be added as required by the specimen test being conducted. A = thickness, B = main flask, C = specimen being on supporting device, D = test cell, E = holding medium, F = liquid interface, G = gasket or flask for additional apparatus that may be required, and H = other specimen.

FIG. 1 Typical Test Fixture

5.2.4 In most complex tests, provisions might be needed for continuous flow or replenishment of the corrosive liquid, while simultaneously maintaining a controlled atmosphere.

6. Sampling

6. The bulk sampling of products is outside the scope of this practice.

7. Test Specimen

7.1 In laboratory tests, uniform corrosion rates of duplicate specimens are usually within $\pm 10\%$ under the same test conditions. Occasional exceptions in which a large difference is observed, can occur under conditions of borderline passivity of metals or alloys that depend on a passive film for their resistance to corrosion. Therefore, at least duplicate specimens should initially be exposed in each test.

7.2 If the effects of corrosion are to be determined by changes in mechanical properties, untested duplicate specimens should be preserved in a noncorrosive environment at the same temperature as the test environment for comparison with the corroded specimens. The mechanical property commonly used for comparison is the tensile strength. Measurement of percent elongation is a useful index of embrittlement. The procedures for determining these values are shown in detail in Test Methods E 8.

7.3 The size and shape of specimens will vary with the purpose of the test, nature of the material, and apparatus used. A large surface-to-mass ratio and a small ratio of edge area to total area are desirable. These ratios can be achieved through the use of square or circular specimens of minimum thickness. Molding may also be used to achieve the desired area ratios but may cause crevice corrosion problems. Circular specimens should preferably be cut from sheet and not bar stock, to minimize the exposed end grain. Special coupons (for example, sections of welded tubing) may be employed for specific purposes.

7.3.1 A circular specimen of about 34-mm (1.5-in.) diameter is a convenient shape for laboratory corrosion tests. With a thickness of approximately 3 mm (0.125-in.) and an 8-mm (5/16-in.) or 11-mm (7/16-in.) diameter hole for mounting, these specimens will readily pass through a 45/50 ground-glass joint of a distillation flask. The total surface area of a circular specimen is given by the following equation:

$$A = \pi D^2 + \pi d^2 + \pi dL \quad (1)$$

where:

t = thickness,

D = diameter of the specimen, and

d = diameter of the mounting hole.

7.3.1.1 The hole is completely covered by the mounting support, the last term (third) in the equation is omitted.

7.3.2 Strip coupons 50 by 25 by 1.6 to 3 mm (2 by 1 by 1/16 to 1/8 in.) may be perforated corrosion specimens, particularly if interface or liquid line effects are to be studied by the laboratory tests (see Fig. 6), but the evaluation of such specific effects are beyond the scope of this practice.

7.3.3 All specimens should be measured carefully to permit accurate calculation of the exposed area. A geometric area calculation accurate to $\pm 1\%$ is usually adequate.

7.4 Most uniform results may be expected if a substantial layer of metal is removed from the specimen to eliminate variations in condition of the original metallic surface. This can be done by chemical treatment (pickling), electrolytic removal, or by grinding with a coarse abrasive paper or cloth such as No. 50, (using care not to work harden the surface (see section 5.7)). At least 0.0025 mm (0.0001 in.) or 0.0155 to 0.023 mm (0.0006 to 0.0009 in.) should be removed (final all specimens are to be used, special attention must be given to ensure that excessive metal is not removed.) After final preparation of the specimen surface, the specimens should be stored in a desiccator until exposure. If they are not used immediately. In special cases (for example, for aluminum and certain copper alloys), a minimum of 24-h storage in a desiccator is recommended. The choice of a specific treatment must be considered on the basis of the alloy to be tested and the reasons for testing.

A commercial surface may sometimes yield the most significant results. Too much surface preparation may remove segregated elements, surface contamination and so forth, and therefore not be representative.

7.5 Exposure of sheared edges should be avoided unless the purpose of the test is to study effects of the shearing operation. It may be desirable to test a surface representative of the material and metalurgical conditions used in practice.

7.6 The specimen can be stamped with an appropriate identifying mark. If immediate contamination of the stamped area may influence the corrosion behaviour, chemical cleaning must be employed to remove any traces of foreign particles from the surface of the coupon (for example, by immersion of stainless steel coupons in dilute nitric acid following stamping with steel dies).

7.6.1 The stamp besides identifying the specimen, introduces stresses and cold-work in the specimen that could be responsible for localized corrosion or stress-corrosion cracking, if both.

7.6.2 Stress-corrosion cracking at the identifying mark is a positive indication of susceptibility to such corrosion. However, the absence of cracking should not be interpreted as indicating resistance (see 4.1.7.6).

7.7 Final surface treatment of the specimens should include finishing with 240, 420 abrasive paper or cloth or the equivalent, unless the surface is to be used in the mill finished condition. This resurfacing may cause some surface work hardening, to an extent which will be determined by the vigor of the surfacing operation, but is not ordinarily significant. The surface finish to be encountered in service may be more appropriate for some testing.

7.7.1 Coupons of different alloy compositions should never be ground on the same cloth.

7.7.2 Wet grinding should be used on alloys which work harden quickly, such as the austenitic stainless steels.

7.8 The specimens should be finally degreased by scrubbing with bleach-free soaming powder, followed by thorough rinsing in water and in a suitable solvent (such as acetone, methanol, or a mixture of 50 % methanol and 50 % ether), and air dried (for relatively soft metals (such as aluminum, magnesium, and copper), scrubbing with abrasive powder is not always needed and can mar the surface of the specimen. Proper ultrasonic procedures are an acceptable alternative. The use of solvents for drying may introduce an error through contamination of the specimens with grease or fat).

7.9 The dried specimens should be weighed on an analytical balance in an enclosure of at least 0.5 mg. If cleaning deposits (for example, soot or powder) remain or lack of complete dryness is suspected, then vacuuming and drying is performed until a constant mass is obtained.

7.10 The method of specimen preparation should be described when reporting test results, to facilitate interpretation of data by other persons.

7.11 The use of welded specimens is sometimes desirable because some welds may be cathodic or anodic to the parent metal and may affect the corrosion rate.

7.11.1 The heat-affected zone is also of importance but should be studied separately, because welds on coupons do not faithfully reproduce heat input or size effects of full-size weldments.

7.11.2 Corrosion of a welded coupon is best reported by description and thickness measurements rather than a millimetre per year (mils per year) rate, because the attack is normally localized and not representative of the entire surface.

7.11.3 A complete discussion of corrosion testing of welded coupons or the effect of heat treatment on the corrosion resistance of a metal is not within the scope of this practice.

8. Test Conditions

8.1 Selection of the conditions for a laboratory corrosion test will be determined by the purpose of the test.

8.1.1 If the test is to be a guide for the selection of a material for a particular purpose, the limits of the controlling factors in service must be determined. These factors include oxygen concentration, temperature, rate of flow, pH value, composition, and other important characteristics of the solution.

8.2 An effort should be made to duplicate all pertinent service conditions in the corrosion test.

8.3 It is important that test conditions be controlled throughout the test in order to ensure reproducible results.

8.4 The spread in corrosion rate values for duplicate specimens in a given test probably should not exceed $\pm 10\%$ of the average when the attack is uniform.

8.5 Composition of Solution

8.5.1 Test solutions should be prepared accurately from chemicals conforming to the Specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society and distilled water, except in those cases where naturally occurring solutions or those taken directly from some plant process are used.

8.5.2 The composition of the test solutions should be controlled to the full extent possible and should be described as completely and as accurately as possible when the results are reported.

8.5.2.1 Minor constituents should not be overlooked, because they often affect corrosion rates.

8.5.2.2 Chemical content should be reported as percentage by weight of the solution. Molarity and normality are also helpful in defining the concentration of chemicals in some test solutions.

8.5.3 If problems are suspected, the composition of the test solutions should be checked by analysis at the end of the test to determine the extent of change in composition, such as might result from evaporation or depletion.

8.5.4 Evaporation losses can be controlled by a constant level device or by frequent addition of appropriate solution to maintain the original volume within $\pm 1\%$. Preferably, the use of a reflux condenser ordinarily precludes the necessity of adding to the original kettle charge.

8.5.5 In some cases, composition of the test solution may change as a result of catalytic decomposition or by reaction with the test coupons. These changes should be determined if possible. Where required, the exhausted constituents should be added or a fresh solution provided during the course of the test.

8.5.6 When possible, only one type of metal should be exposed in a given test (see 4.1.6).

ASTM International, American Chemical Society, American Society for Testing and Materials, American Nuclear Society, Inc. are signatories to the strong statement issued by the American Chemical Society on Analytical Reagents for Laboratory Chemicals, 400 M Street, N.W., Washington, D.C. and the United States Pharmacopoeial Convention February 11th, 1990, "Pharmaceutical Chemicals for USP/FP, Nephthelene, 304".

8.6 Temperature of Solution

8.6.1 Temperature of the corroding solution should be controlled within $\pm 1^\circ\text{C}$ ($\pm 1.8^\circ\text{F}$) and must be stated in the report of test results.

8.6.2 If no specific temperature, such as boiling point, is required or if a temperature range is to be investigated, the selected temperatures used in the test, and their respective duration, must be reported.

8.6.3 For tests at ambient temperature, the tests should be conducted at the highest temperature anticipated for stagnant storage in summer months. This temperature may be as high as from 40 to 43°C (104 to 111°F) in some areas. The variation in temperature should be reported also (for example, $40 \pm 2^\circ\text{C}$).

8.7 Aeration of Solution

8.7.1 Unless specified, the solution should not be aerated. Most tests related to process equipment should be run with the nature, atmosphere inherent in the process, such as the vapors of the boiling liquid.

8.7.2 If aeration is employed, the specimen should not be located in the direct air stream from the sparger. Entrapment effects can be encountered if the air stream impinges on the specimens.

8.7.3 If exclusion of dissolved oxygen is necessary, specific techniques are required, such as prior heating of the solution and sparging with an inert gas (usually nitrogen). A liquid atmospheric seal is required on the test vessel to prevent further contamination.

8.7.4 If oxygen saturation of the test solution is desired, this can best be achieved by sparging with oxygen. For other degrees of aeration, the solution should be sparged with air or synthetic mixtures of air or oxygen with an inert gas. Oxygen saturation is a function of the partial pressure of oxygen in the gas.

8.8 Solution Velocity

8.8.1 The effect of velocity is not usually determined in normal laboratory tests, although specific tests have been designed for this purpose.

8.8.2 Tests at the boiling point should be conducted with the minimum possible heat input, and boiling chips should be used to avoid excessive turbulence and bubble impingement.

8.8.3 In tests below the boiling point, thermal convection generally is the only source of liquid velocity.

8.8.4 In test solutions with high viscosity, supplemental controlled stirring with a magnetic stirrer is recommended.

8.9 Volume of Test Solution

8.9.1 The volume of the test solution should be large enough to avoid any appreciable change in its conductivity during the test, either through exhaustion of corrosive constituents or by accumulation of corrosion products that might affect further corrosion.

8.9.2 Two examples of a minimum "solution volume-to-specimen area" ratio are $0.25 \text{ mL}/\text{in}^2$ ($125 \text{ mL}/\text{m}^2$) of specimen surface (fracture A 263), and $0.40 \text{ mL}/\text{in}^2$ ($250 \text{ mL}/\text{m}^2$).

8.9.3 When the test objective is to determine the effect of a metal or alloy on the characteristics of the test solution (for example, to determine the effects of metals on dyes), it is desirable to reproduce the ratio of solution volume to exposed

metal surface that exists in practice. The actual time of contact of the metal with the solution must also be taken into account. Any necessary deviation of the test conditions must be considered when interpreting the results.

8.10 Method of Supporting Specimens

8.10.1 The supporting device and contactor should not be affected by or cause contamination of the test solution.

8.10.2 The method of supporting specimens will vary with the apparatus used for conducting the test, but should be designed to insulate the specimens from each other physically and electrically and to insulate the specimens from any metallic container or supporting device used within the apparatus.

8.10.3 Shape and form of the specimen support should ensure free contact of the specimen with the corroding solution, the liquid line, or the vapor phase as shown in Fig. 1. If clad alloys are exposed, special procedures will be required to ensure that only the cladding is exposed, unless the purpose is to test the ability of the cladding to protect cut edges in the test solution.

8.10.4 Some common supports are glass or ceramic rods, glass saddles, glass hooks, fluorocarbon plastic strings, and various insulated or coated metallic supports.

8.11 Duration of Test

8.11.1 Although duration of any test will be determined by the nature and purpose of the test, an excellent procedure for evaluating the effect of time on corrosion of the metal and also on the corrosiveness of the environment in laboratory tests has been presented by Wachter and Treider (14). This technique is called the "planned interval test," and the procedure and evaluation of results are given in Table 1. Other procedures that require the removal of solid corrosion products between exposure periods will not measure accurately the normal changes of corrosion with time.

8.11.2 Materials that experience severe corrosion generally do not continuously reveal lengthy tests to obtain accurate corrosion rates. However, there are cases where this assumption is not valid. For example, lead exposed to sulfuric acid corrodes at an extremely high rate at first, while building a protective film; then the mass decreases considerably so that further corrosion is negligible. The phenomenon of forming a protective film is observed with many corrosion-resistant materials. Therefore, short tests on such materials would indicate a high corrosion rate and be completely misleading.

8.11.3 Short-time tests also can give misleading results on alloys that form passive films, such as stainless steels. With oxidizing conditions, a prolonged test may be needed to permit breakdown of the passive film and subsequent more rapid attack. Consequently, tests run for long periods are considerably more realistic than those conducted for short durations. This statement must be qualified by stating that corrosion should not proceed to the point where the original specimen size or the exposed area is drastically reduced or where the metal is perforated.

8.11.4 If anticipated corrosion rates are moderate or low the following equation gives the suggested test duration:

$$\text{Hours} = 20000(\text{corrosion rate in mpy}) \quad (2)$$

TABLE 1 Planned Interval Corrosion Test
(Adapted by permission from Chemical Engineering Progress, June 1947)

Identical specimens are placed in the same corrosive fluid, exposed continuously at this test temperature for entire time T . Letters, A, A', A'', A''', B, represent corrosion damage experienced by each test specimen. A_1 is calculated by subtracting A_0 from A_2 .

Occurrence Daily Corrosion Test			Given
Local corrosion	unchanged	decreased	$A_1 = 2$ $B > A_1$ $A_1 < B$
Mass solubility	unchanged	increased	$A_1 = 2$ $A_1 = B$ $B < A_1$
Continuous Evaluation			
Local corrosion	Mass solubility	Given	
1. unchanged	unchanged	$A_1 = A_2 = B$	
2. unchanged	decreased	$A_1 = A_2 < B$	
3. unchanged	increased	$A_1 = A_2 > B$	
4. decreased	unchanged	$A_1 = B < A_2$	
5. decreased	decreased	$A_1 = B < A_2$	
6. decreased	increased	$A_1 = B < A_2$	
7. increased	unchanged	$A_1 = A_2 > B$	
8. increased	decreased	$A_1 = A_2 > B$	
9. increased	increased	$A_1 = A_2 > B$	

Example: Corrosion. Duplicate series of investigation, each 10 to 20 min (10 to 20 sec) immersed in 200 cc of 10% (30% 30% HCl) mixture through which dried HCl gas was passed under atmospheric pressure. Temperature 30°C.

Interval, days	Mass Loss, mg	Penetration, mm (in.)	Apparent Corrosion Rate, mm/yr (in/yr)
A_0	0-5	1080	0.02 (0.0008)
A_1	0-5	1470	0.03 (0.0012)
A_2	0-5	1480	0.03 (0.0012)
A_3	0-5	70	0.005 (0.0002)
A_4	0-5	30	0.002 (0.0001)

Example: $A_1 = B < A_2$

$$OCV = 309 \times 0.02 (0.0008) \times 0.1 = 0.0018$$

Therefore, apparent corrosion rate decreased to 0.0018 mm/yr, and formation of partially protective scale on the steel was indicated.

where mm/yr means per year (see 11.2.1 and Note 1 for conversion to other units).

8.11.4.1 Example—Where the corrosion rate is 0.25 mm/yr (10 mpy), the test should run for at least 200 h.

8.11.4.2 This method of estimating test duration is useful only as an aid in deciding, after a test has been made, whether or not it is desirable to repeat the test for a longer period. The most common testing periods are 48 to 168 h (2 to 7 days).

8.11.5 In some cases it may be necessary to know the degree of contamination caused by the products of corrosion. This can be accomplished by analysis of the solution after corrosion has occurred. The corrosion rate can be calculated from the concentration of the metallic metal found in the solution and it can be compared to that determined from the mass loss of the specimens. However, some of the corrosion products usually adhere to the specimen as a scale and the corrosion rate calculated from the metal content in the solution is not always correct.

8.12 The design of corrosion testing programs is further discussed in Guide G 16.

9. Methods of Cleaning Specimens after Test

9.1 Before specimens are cleaned, their appearance should be observed and recorded. Location of deposits, variations in type of deposits, or variations in corrosion products are extremely important in evaluating localized corrosion, such as pitting and concentration cell attack.

9.2 Cleaning specimens after the test is a vital step in the corrosion test procedure and if not done properly, can cause misleading results.

9.2.1 Generally, the cleaning procedure should remove all corrosion products from specimens with a minimum removal of sound metal.

9.2.2 Set rules cannot be applied to specimen cleaning, because procedures will vary, depending on the type of metal being cleaned and on the degree of adherence of corrosion products.

9.3 Cleaning methods can be divided into three general categories: mechanical, chemical, and electrolytic.

9.3.1 Mechanical cleaning includes scrubbing, scraping, brushing, mechanical shock, and ultrasonic procedures. Scrubbing with a bristle brush and mild abrasive is the most popular of these methods. The others are used principally as a supplement to remove heavily encrusted corrosion products before scrubbing. Care should be used to avoid the removal of sound metal.

9.3.2 Chemical cleaning implies the removal of material from the surface of the specimen by dissolution in an appropriate chemical solution. Solvents such as acetone, carbon tetrachloride, and alcohol are used to remove oil, grease, or resin and are usually applied prior to other methods of cleaning. Chemicals are chosen for application to a specific material. Methods for chemical cleaning after testing of specific metals and alloys are described in Practice G 1.

9.3.3 Electrolytic cleaning should be preceded by scrubbing to remove loosely adhering corrosion products. A method of electrolytic cleaning is described in Practice G 1.

9.3.3.1 Precautions must be taken to ensure good electrical contact with the specimen, to avoid contamination of the solution with easily reducible metal ions, and to ensure that inhibitor decomposition has not occurred.

9.4 Whatever treatment is used to clean specimens after a corrosion test, its effect in removing metal should be determined and the mass loss should be corrected accordingly. A "blank" specimen should be weighed before and after exposure to the cleaning procedure to establish this mass loss (see also Practice G 1). Careful observation is needed to ensure that pitting does not occur during cleaning.

9.4.1 Following removal of all scale, the specimen should be tested as discussed in 5.6.

9.4.2 The description of the cleaning method should be included with the data reported.

10. Interpretation of Results

10.1 After corroded specimens have been cleaned, they should be reweighed with an accuracy corresponding to that of the original weighing. The mass loss during the test period can be used as the principal measure of corrosion.

10.2 After the specimens have been reweighed, they should be examined carefully for the presence of any pits. If there are any pits, the average and maximum depths of pits are determined with a pit gage or a calibrated microscope which can be focused first on the sides and then on the bottoms of the pits. The degree of lateral spreading of pits may also be noted.

10.2.1 Pit depths should be reported in millimetres or thousandths of an inch for the test period and not interpolated or extrapolated to millimetres per year, thousandths of an inch per year, or any other arbitrary period because rarely, if ever, is the rate of initiation or propagation of pits uniform.

10.2.2 The size, shape, and distribution of pits should be noted. A distinction should be made between those occurring underneath the supporting device (concentration cells) and those on the surfaces that were freely exposed to the test solution (see Guide G 46).

10.3 If the material being tested is suspected of being subject to conflicting forms of corrosion such as dezincification or to intergranular attack, a cross section of the specimen should be microscopically examined for evidence of such attack.

10.4 The specimen may be subjected to simple bending tests to determine whether any embrittlement attack has occurred.

10.5 It may be desirable to make quantitative mechanical tests, comparing the exposed specimens with unexposed specimens reserved for the purpose, as described in 7.2.

11. Calculating Corrosion Rates

11.1 Calculating corrosion rates requires several pieces of information and several assumptions:

11.1.1 The use of corrosion rates implies that all mass loss has been due to general corrosion and not to localized corrosion such as pitting or intergranular corrosion of sensitized areas on welded coupons. Localized corrosion is reported separately.

11.1.2 The use of corrosion rates also implies that the material has not been internally attacked as by dezincification or intergranular corrosion.

11.1.3 Internal attack can be expressed as a corrosion rate if desired. However, the calculations must not be based on mass loss (except in qualification tests such as Practices A-262), which is usually small, but on microsections which show depth of attack.

11.2 Assuming that localized or internal corrosion is not present or is recorded separately in the report, the average corrosion rate can be calculated by the following equation:

$$\text{Corrosion rate} = (K \times W) / (A \times T \times D) \quad (1)$$

where:

K = a constant (see below)

T = time of exposure in hours to the nearest 0.01 hr

A = area in cm^2 to the nearest 0.01 cm^2

W = mass loss (g), to nearest 1 mg (corrected for any loss during cleaning (see 9.4)), and

D = density in g/cm^3 (see Appendix XI of Practice G 1).

11.2.1 Many different units are used to express corrosion rates. Using the above units for T , A , W , and D , the corrosion rate can be calculated in a variety of units with the following appropriate value of K :

Corrosion Rate Units Desired	Constant (K) in Equation
mm per year (mmp)	3.45×10^3
mm/dec (mm/dec)	3.45×10^2
mm/yr (mm/yr)	3.45×10^1
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^0
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-1}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-2}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-3}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-4}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-5}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-6}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-7}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-8}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-9}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-10}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-11}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-12}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-13}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-14}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-15}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-16}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-17}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-18}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-19}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-20}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-21}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-22}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-23}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-24}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-25}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-26}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-27}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-28}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-29}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-30}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-31}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-32}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-33}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-34}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-35}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-36}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-37}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-38}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-39}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-40}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-41}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-42}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-43}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-44}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-45}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-46}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-47}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-48}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-49}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-50}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-51}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-52}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-53}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-54}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-55}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-56}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-57}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-58}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-59}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-60}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-61}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-62}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-63}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-64}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-65}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-66}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-67}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-68}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-69}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-70}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-71}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-72}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-73}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-74}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-75}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-76}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-77}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-78}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-79}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-80}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-81}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-82}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-83}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-84}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-85}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-86}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-87}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-88}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-89}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-90}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-91}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-92}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-93}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-94}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-95}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-96}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-97}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-98}
mm/century (mm/century)	3.45×10^{-99}
mm/decade (mm/decade)	3.45×10^{-100}

* Density is not needed to calculate the corrosion rate in these units. The density is the factor K equals and the density is the corrosion rate equation.

Note 1.—If desired, these constants may also be used to convert corrosion rates from one set of units to another. To convert a corrosion rate in units X to a rate of units Y , multiply by K_X/K_Y for example:

$$15 \text{ mpy} = 15 \times (3.45 \times 10^3 / 3.45 \times 10^1) \text{ mm/yr}$$

$$= 15 \text{ mm/yr}$$

141

12. Report

12.1 The importance of reporting all data as completely as possible cannot be overemphasized.

12.2 Expansion of the testing program in the future or correlating the results with tests of other investigators will be possible only if all pertinent information is properly recorded.

12.3 The following checklist is a recommended guide for reporting all important information and data.

12.3.1 Corrosive media and concentration (any changes during test).

12.3.2 Volume of test solution.

12.3.3 Temperature (maximum, minimum, average).

12.3.4 Aeration (describe conditions or technique).

12.3.5 Agitation (describe conditions or technique).

12.3.6 Type of apparatus used for test.

12.3.7 Duration of each test.

12.3.8 Chemical composition or trade name of metals tested.

12.3.9 Form and metallurgical conditions of specimens.

12.3.10 Exact size, shape, and area of specimens.

12.3.11 Treatment used to prepare specimens for test.

12.3.12 Number of specimens of each material tested, and whether specimens were tested separately or which specimens tested in the same container.

12.3.13 Method used to clean specimens after exposure and the extent of any error expected by this treatment.

12.3.14 Initial and final masses and actual mass losses for each specimen.

12.3.15 Evaluation of attack if other than general, such as crevice corrosion under support rod, pit depth and distribution, and results of microscopical examination or bend tests.

12.3.16 Corrosion rates for each specimen.

Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens¹

This standard is made mandatory by the designation G 1. The number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript (1) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This practice covers suggested procedures for preparing bare, solid metal specimens for tests, for removing corrosion products after the test has been completed, and for evaluating the corrosion damage that has occurred. Emphasis is placed on procedures related to the evaluation of corrosion by mass loss and pitting measurements. (Warning—In many cases the corrosion product on the reactive metals titanium and zirconium is a hard and tightly bonded oxide that defies removal by chemical or ordinary mechanical means. In many such cases, corrosion rates are established by mass gain rather than mass loss.)

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* For specific precautionary statements, see 1 and 7.2.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- A 262 Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels²
- D 1193 Specification for Reagent Water
- D 1384 Test Method for Corrosion Test for Engine Coolants in Glassware³
- D 2776 Test Methods for Corrosivity of Water in the Absence of Heat Transfer (Electrical Methods)⁴
- G 13 Terminology Relating to Corrosion and Corrosion Testing⁵
- G 16 Guide for Applying Statistics to Analysis of Corrosion Data⁶

- G 31 Practice for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals⁷
- G 33 Practice for Recording Data from Atmospheric Corrosion Tests of Metallic-Coated Steel Specimens⁸
- G 46 Guide for Examination and Evaluation of Pitting Corrosion⁹
- G 50 Practice for Conducting Atmospheric Corrosion Tests on Metals¹⁰
- G 78 Guide for Crevice Corrosion Testing of Iron Base and Nickel-Base Stainless Alloys in Seawater and Other Chloride-Containing Aqueous Environments¹¹

3. Terminology

- 3.1 See Terminology G 13 for terms used in this practice.

4. Significance and Use

4.1 The procedures given are designed to remove corrosion products without significant removal of base metal. This allows an accurate determination of the mass loss of the metal or alloy that occurred during exposure to the corrosive environment.

4.2 These procedures, in some cases, may apply to metal coatings. However, possible effects from the substrate must be considered.

5. Reagents and Materials

5.1 *Purity of Reagents*—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society where such specifications are available.¹² Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

5.2 *Purity of Water*—Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean reagent water as defined by Type IV of Specification D 1193.

¹ This practice is under the jurisdiction of ASTM Committee G01 on Corrosion of Metals and is the direct responsibility of Subcommittee G01.05 on Laboratory Corrosion Tests.

Current edition approved October 1, 2003. Published January 2004. Originally approved in 1995. Last previous edition approved in 1996 as G 1-96 (1994).

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 9.4.15.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.01.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.05.

⁵ Discontinued, replaced by Guide G130. See 1998 Annual Book of ASTM Standards, Vol 09.02.

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 09.02.

¹² Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Annual Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopoeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

6. Methods for Preparing Specimens for Test

6.1 For laboratory corrosion tests that simulate exposure to service environments, a commercial surface, closely resembling the one that would be used in service, will yield the most meaningful results.

6.2 It is desirable to mark specimens used in corrosion tests with a unique designation during preparation. Several techniques may be used depending on the type of specimen and test.

6.2.1 *Stencil or Stamp*—Most metallic specimens may be marked by stenciling, that is, imprinting the designation code into the metal surface using hardened steel stencil stamps hit with a hammer. The resulting imprint will be visible even after substantial corrosion has occurred. However, this procedure introduces localized stressed regions and the possibility of superficial iron contamination in the marked area.

6.2.2 Electric engraving by means of a vibratory marking tool may be used when the extent of corrosion damage is known to be small. However, this approach to marking is much more susceptible to having the marks lost as a result of corrosion damage during testing.

6.2.3 Edge notching is especially applicable when extensive corrosion and accumulation of corrosion products is anticipated. Long term atmospheric tests and sea water immersion tests on steel alloys are examples where this approach is applicable. It is necessary to develop a code system when using edge notches.

6.2.4 Drilled holes may also be used to identify specimens when extensive metal loss, accumulation of corrosion products, or heavy scaling is anticipated. Drilled holes may be simpler and less costly than edge notching. A code system must be developed when using drilled holes. Drilled holes should not be used as they introduce residual strain.

6.2.5 When it is undesirable to deform the surface of specimens after preparation procedures, for example, when testing coated surfaces, tag may be used for specimen identification. A metal or plastic wire can be used to attach the tag to the specimen and the specimen identification can be stamped on the tag. It is important to ensure that neither the tag nor the wire will corrode or degrade in the test environment. It is also important to be sure that there are no galvanic interactions between the tag, wire and specimen.

6.3 For more searching tests of either the metal or the environment, standard surface finishes may be preferred. A suitable procedure might be:

6.3.1 Degrease in an organic solvent or hot alkaline cleaner (See also Practice G 1.1.)

Note 1—Hot alkaline and chromic acid solutions may attack some metals.

Note 2—Ultrasonic cleaning may be helpful in both pretest and post-test cleaning procedures.

6.3.2 Pickle in an appropriate solution if oxides or tarnish are present. In some cases the chemical cleaners described in Section 6 will suffice.

Note 3—Pickling may cause localized corrosion on some materials.

6.3.3 Abrade with a slurry of an appropriate abrasive or with an abrasive paper (see Practices A 262 and Test Method

D 1384). The edges as well as the faces of the specimens should be abraded to remove burrs.

6.3.4 Rinse thoroughly, blot air dry, and store in desiccator.

6.4 When specimen preparation changes the metallurgical condition of the metal, other methods should be chosen or the metallurgical condition must be corrected by subsequent treatment. For example, bearing a specimen to size will cold work and may possibly fracture the edges. Edges should be machined.

6.5 The clean, dry specimens should be measured and weighed. Dimensions determined to the third significant figure and mass determined to the fifth significant figure are suggested. When more significant figures are available on the measuring instruments, they should be recorded.

7. Methods for Cleaning After Testing

7.1 Corrosion product removal procedures can be divided into three general categories: mechanical, chemical, and electrolytic.

7.1.1 An ideal procedure should remove only corrosion products and not result in removal of any base metal, to determine the mass loss of the base metal when removing corrosion products, replicate uncorroded control specimens should be cleaned by the same procedure being used on the test specimen. By weighing the control specimen before and after cleaning, the extent of metal loss resulting from cleaning can be utilized to correct the corrosion mass loss.

Note 4—It is desirable to scrape samples of corrosion products before using any chemical techniques to remove them. These scrapings can then be subjected to various forms of analysis, including perhaps X-ray diffraction to determine crystal form as well as chemical analysis to look for specific corrosion products such as chlorides. All of the chemical techniques that are discussed in Section 7 tend to destroy the corrosion products and thereby lose the information contained in these corrosion products. Care must be exercised so the uncorroded metal is not treated with the corrosion products.

7.1.2 The procedure given in 7.1.1 may not be reliable when heavily corroded specimens are to be cleaned. The application of replicate cleaning procedures to specimens with corroded surfaces will often, even in the absence of corrosion products, result in continuing mass losses. This is because a corroded surface, particularly of a multiphase alloy, is often more susceptible than a freshly machined or polished surface to corrosion by the cleaning procedure. In such cases, the following method of determining the mass loss due to the cleaning procedure is preferred.

7.1.2.1 The cleaning procedure should be repeated on specimens several times. The mass loss should be determined after each cleaning by weighing the specimen.

7.1.2.2 The mass loss should be plotted as a function of the number of equal cleaning cycles as shown in Fig. 1. Two lines will be obtained: AB and BC. The latter will correspond to corrosion of the metal after removal of corrosion products. The mass loss due to corrosion will correspond approximately to point B.

7.1.2.3 To minimize uncertainty associated with corrosion of the metal by the cleaning method, a method should be chosen to provide the lowest slope (near to horizontal) of line BC.

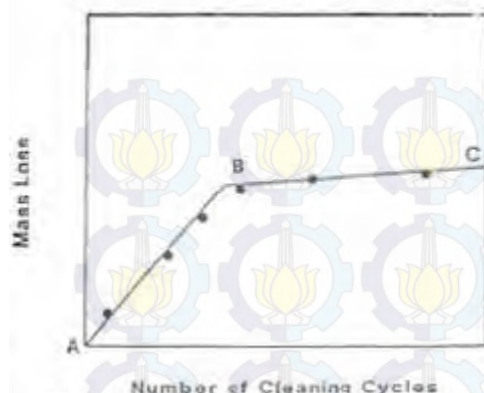


FIG. 1 Mass Loss of Corroded Specimens Resulting from Repetitive Cleaning Cycles

7.1.3 Repeated treatment may be required for complete removal of corrosion products. Removal can often be confirmed by examination with a low-power microscope (for example, $7\times$ to $30\times$). This is particularly useful with pitted surfaces, when corrosion products may accumulate in pits. This repeated treatment may also be necessary because of the requirements of 7.1.2.1. Following the final treatment, the specimens should be thoroughly rinsed and immediately dried.

7.1.4 All cleaning solutions shall be prepared with water and reagent grade chemicals.

7.2 Chemical procedures involve immersion of the corrosion test specimen in a specific solution that is designed to remove the corrosion products with minimal dissolution of any base metal. Several procedures are listed in Table A1.1. The choice of chemical procedure to be used is partly a matter of trial and error to establish the most effective method for a specific metal and type of corrosion product scale. **(Warning—These methods may be hazardous to personnel.)**

7.2.1 Chemical cleaning is often preceded by light brushing (non-metallic bristle) or ultrasonic cleaning of the test specimen to remove loose, bulky corrosion products.

7.2.2 Immersion removal of specimens from the cleaning solution for light brushing or ultrasonic cleaning can often facilitate the removal of tightly adherent corrosion products.

7.2.3 Chemical cleaning is often followed by light brushing or ultrasonic cleaning in reagent water to remove loose products.

7.3 Electrolytic cleaning can also be utilized for removal of corrosion products. Several useful methods for corrosion test specimens of iron, cast iron, or steel are given in Table A2.1.

7.3.1 Electrolytic cleaning should be preceded by brushing or ultrasonic cleaning of the test specimen to remove loose, bulky corrosion products. Brushing or ultrasonic cleaning should also follow the electrolytic cleaning to remove any loose slime or deposits. This will help to minimize any redeposition of metal from reducible corrosion products that would reduce the apparent mass loss.

7.4 Mechanical procedures can include scraping, scrubbing, brushing, ultrasonic cleaning, mechanical shocking, and impact blasting (for example, grit blasting, water-jet blasting, and so forth). These methods are often utilized to remove heavily encrusted corrosion products. Scrubbing with a nonmetallic bristle brush and a mild abrasive-distilled water slurry can also be used to remove corrosion products.

7.4.1 Vigorous mechanical cleaning may result in the removal of some base metal; therefore, care should be exercised. These should be used only when other methods fail to provide adequate removal of corrosion products. As with other methods, correction for metal loss due to the cleaning method is recommended. The mechanical forces used in cleaning should be held as nearly constant as possible.

8. Assessment of Corrosion Damage

8.1 The initial total surface area of the specimen (making corrections for the areas associated with mounting holes) and the mass lost during the test are determined. The average corrosion rate may then be obtained as follows:

$$\text{Corrosion Rate} = (W/A) \times (T/F) \quad (1)$$

where:

K = a constant (see 8.1.2),

T = time of exposure in hours,

A = area in cm^2 ,

W = mass loss in grams, and

D = density in g/cm^3 (see Appendix X.3).

8.1.1 Corrosion rates are not necessarily constant with time of exposure. See Practice G.3 for further guidance.

8.1.2 Many different units are used to express corrosion rates. Using the units in 7.3.1 for T , A , W , and D , the corrosion rate can be calculated in a variety of units with the following appropriate value of K :

Corrosion Rate Units Desired	Constant (K) in Corrosion Rate Equation
mils per year (mpy)	3.45×10^3
inches per year (ipy)	3.45×10^4
inches per month (ipm)	2.87×10^2
micrometers per year (μm/y)	8.76×10^2
micrometers per year (mm/y)	8.76×10^4
microns per second (pm/s)	2.78×10^2
grams per square meter per day (g/m ² /d)	$1.05 \times 10^2 = D$
milligrams per square decimeter per day (mg/dm ² /d)	$2.82 \times 10^2 = D$
micrograms per square meter per second (μg/m ² /s)	$2.78 \times 10^6 = D$

Note 5—If desired, these constants may also be used to convert corrosion rates from grams, cubic decimeters, or milliliters. To convert a corrosion rate in units A to a rate in units B , multiply by K_1/K_2 , for example:

$$15 \text{ mpy} = 15 \times (2.78 \times 10^6 / 3.45 \times 10^3) \text{ pm/s} \quad (2)$$

8.1.3 In the case of sacrificial alloy coatings for which there is preferential corrosion of a component whose density differs from that of the alloy, it is preferable to use the density of the corroded component instead of the initial alloy density for calculating average thickness loss rate by use of Eq. 1. This is done as follows: (1) cleaning to remove corrosion products only and determine the mass loss of the corroded component; (2) stripping the remaining coating to determine the mass of the uncorroded component; (3) chemical analysis of the stripping solution to determine the composition of the uncorroded

component; (4) performing a mass balance to calculate the composition of the corroded component; (5) using the mass and density of the corroded component to calculate the average thickness loss rate by use of Eq 1. An example of this procedure is given in Appendix X2.

The procedure described above gives an average penetration rate of the coating, but the maximum penetration for a multiphase alloy may be larger when the corroded phase is not uniformly distributed across the surface. In such cases, it is generally considered good practice to obtain a cross section through the corroded surface for microscopic examination. This examination will reveal the extent of selective corrosion of particular phases in the coating, and help in understanding the mechanism of attack.

8.2 Corrosion rate calculated from mass losses can be misleading when deterioration is highly localized, as in pitting or crevice corrosion. If corrosion is in the form of pitting, it may be measured with a depth gage or micrometer calipers with pointed anvils (see Guide G 46). Microscopical methods will determine pit depth by focusing from top to bottom of the pit when it is viewed from above (using a calibrated focusing knob) or by examining a section that has been etched and metallographically polished. The pitting factor is the ratio of the deepest metal penetration to the average metal penetration (as measured by mass loss).

Note 8.—See Guide G 16 for guidance in evaluating degree of pitting.

Note 9.—See Guide G 18 for guidance in evaluating crevice corrosion.

8.3 Other methods of assessing corrosion damage are:

8.3.1 **Appearance**—The degradation of appearance by rusting, tarnishing, or oxidation. (See Practice G 33.)

8.3.2 **Mechanical Properties**—An apparent loss in tensile strength will result if the cross-sectional area of the specimen (measured before exposure to the corrosive environment) is reduced by corrosion. (See Practice G 50.) Loss in tensile strength will result if compositional change, such as dealloying, takes place. Loss in tensile strength and elongation will result from localized attack, such as cracking or intergranular corrosion.

8.3.3 **Electrical Properties**—Loss in electrical conductivity can be measured when metal loss results from uniform corrosion. (See Test Methods D 2776.)

8.3.4 **Microscopical Examination**—Discoloring, exfoliation, cracking, or intergranular attack may be detected by metallographic examination of suitably prepared sections.

9. Report

9.1 The report should include the compositions and sizes of specimens, their metallurgical conditions, surface preparations, and cleaning methods as well as measures of corrosion damage, such as corrosion rates (calculated from mass losses), maximum depths of pitting, or losses in mechanical properties.

10. Precision and Bias

10.1 The factors that can produce errors in mass loss measurements include improper balance calibration and standardization. Generally, modern analytical balances can determine mass values to ± 0.2 mg, with ease and balances are available that can obtain mass values to ± 0.02 mg. In general, mass measurements are not the limiting factor. However, inadequate corrosion product removal or overcleaning will affect precision.

10.2 The determination of specimen area is usually the least precise step in corrosion rate determinations. The precision of calipers and other length measuring devices can vary widely. However, it generally is not necessary to achieve better than $\pm 1\%$ for area measurements for corrosion rate purposes.

10.3 The exposure time can usually be controlled to better than $\pm 1\%$ in most laboratory procedures. However, in field exposures, corrosive conditions can vary significantly and the estimation of how long corrosive conditions existed can present significant opportunities for error. Furthermore, corrosion processes are not necessarily linear with time, so that rate values may not be predictive of the future deterioration, but only are indications of the past exposure.

10.4 Regression analysis on results as are shown in Fig. 1, can be used to obtain specific information on precision. See Guide G 16 for more information on statistical analysis.

10.5 Bias can result from inadequate corrosion product removal or metal removal caused by overcleaning. The use of repetitive cleaning steps, as shown in Fig. 1, can minimize both of these errors.

10.5.1 Corrosion penetration estimations based on mass loss can seriously underestimate the corrosion penetration caused by localized processes, such as pitting, cracking, crevice corrosion, and so forth.

11. Keywords

11.1 cleaning; corrosion product removal; evaluation; mass loss; metals; preparation; specimens



ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. CHEMICAL CLEANING PROCEDURES

TABLE A1.1 CHEMICAL CLEANING PROCEDURES FOR REMOVAL OF CORROSION PRODUCTS

Designation	Material	Solvent	Time	Temperature	Remarks
C.1.1	Aluminum and Alu- minum Alloys	50 mL phosphoric acid (H_3PO_4 , sp gr 1.18) 20 g chromium trioxide (CrO_3) Residual water to make 1000 mL Nitrilic acid (HNO ₃ , sp gr 1.43)	5 to 30 min	60°C to boiling	If corrosion product film remains, treat then follow with nitric acid procedure (C.1.2).
C.1.2			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	100 mL hydrochloric acid (HCl, sp gr 1.19) Residual water to make 1000 mL	1 to 5 min	20 to 25°C	Continuation of solution with purified nitrogen will minimize base metal removal.
C.2.2		4 g sodium cyanide (NaCN) Residual water to make 1000 mL	1 to 5 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_2SO_4 , sp gr 1.84) Residual water to make 1000 mL	1 to 5 min	20 to 25°C	Remove bulky corrosion products before immersion to minimize copper redissolution on specimen surface.
C.2.4		120 mL sulfuric acid (H_2SO_4 , sp gr 1.84) 30 g sodium dichromate dihydrate ($Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$) Residual water to make 1000 mL	5 to 10 min	20 to 25°C	Removes adherent copper resulting from sulfuric acid treatment.
C.2.5		54 mL sulfuric acid (H_2SO_4 , sp gr 1.84) Residual water to make 1000 mL	30 to 60 min	40 to 50°C	Dissolve solution with nitrogen. Spitting of base specimens to remove corrosion products followed by immersion for 3 to 4 h is recommended.
C.3.1	Iron and Steel	1000 mL hydrochloric acid (HCl, sp gr 1.19) 50 g antimony trioxide (Sb_2O_3) 50 g stannous chloride ($SnCl_2$) 50 g sodium hydroxide (NaOH)	1 to 25 min	20 to 25°C	Solution should be vigorously stirred or specimen should be tumbled. Longer times may be required in certain instances.
C.3.2		250 g granulated zinc or zinc chips Residual 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 Residual water to make 1000 mL	30 to 40 min	60 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		250 g stannous chloride ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) Residual water to make 1000 mL	20 min	75 to 90°C	Depending upon the composition of the specimen product, attack of base metal may occur.
C.3.5		500 mL hydrochloric acid (HCl, sp gr 1.18) 3.5 g hexamethylenetetramine Residual water to make 1000 mL	10 min	20 to 25°C	Longer times may be required in certain instances.
C.3.6		Alkaline caustic soda (NaOH) with 1.5-2.0 % sodium hydroxide (NaOH)	1 to 20 min	370°C	For details refer to Technical Information Bulletin (SP26-37), "Clifford Sodium Hydroxide Describing Possible Quantity Instructions."
C.4.1	Lead and Lead Alloys	10 mL acetic acid (CH_3COOH) Residual water to make 1000 mL	5 min	Boiling	
C.4.2		50 g ammonium acetate (CH_3COONH_4) Residual water to make 1000 mL	10 min	60 to 70°C	
C.4.3		250 g ammonium acetate (CH_3COONH_4) Residual water to make 1000 mL	6 min	60 to 70°C	
C.5.1	Magnesium and Mag- nesium Alloys	150 g chromium trioxide (CrO_3) 10 g silver nitrate ($AgNO_3$) Residual water to make 1000 mL	1 min	Boiling	The silver salt is present to precipitate oxides.
C.5.2		200 g chromium trioxide (CrO_3) 10 g silver nitrate ($AgNO_3$) 50 g barium nitrate ($Ba(NO_3)_2$) Residual water to make 1000 mL	1 min	20 to 25°C	The barium salt is present to precipitate oxides.
C.6.1	Nickel and Nickel Alloys	100 mL hydrochloric acid (HCl, sp gr 1.19) Residual water to make 1000 mL	1 to 5 min	20 to 25°C	
C.6.2		100 mL sulfuric acid (H_2SO_4 , sp gr 1.84) Residual water to make 1000 mL	1 to 5 min	20 to 25°C	
C.7.1	Stainless Steels	100 mL nitric acid (HNO_3 , sp gr 1.42) Residual water to make 1000 mL	20 min	60°C	

TABLE A1.1 *Continued*

Designation	Material	Solution	Time	Temperature	Remarks
G-72		150 g diethylene glycol ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) Reagent water to make 1000 mL	10 to 60 min	30 °C	
G-73		100 g citric acid ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) 50 mL sulfuric acid (H_2SO_4 , sp. gr. 1.84) 2 g triethoxycarbonyl sodium borate quintidine-ethylalcohol or isopropanol alcohol-free Reagent water to make 1000 mL	3 min	60 °C	
G-74		200 g sodium hydroxide (NaOH) 30 g potassium permanganate (KMnO_4) Reagent water to make 1000 mL Filtered by 100 g diethylene glycol ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$)	3 min	Boiling	
G-75		Reagent water to make 1000 mL 100 mL nitric acid (HNO_3 , sp. gr. 1.42) 20 mL hydrofluoric acid (HF , sp. gr. 1.155-1.16)	5 to 30 min	20 to 25 °C	
G-76		Reagent water to make 1000 mL 200 g sodium hydroxide (NaOH) 50 g zinc powder	20 min	Boiling	Caution should be exercised in the use of any zinc dust: spontaneous ignition upon exposure to air can occur
G-81	Tin and Tin Alloy	Reagent water to make 1000 mL 100 g triethoxycarbonyl sodium borate ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$) Reagent water to make 1000 mL 50 mL hydrofluoric acid (HF , sp. gr. 1.16)	10 min	Boiling	
G-82		Reagent water to make 1000 mL 100 mL potassium hydroxide (KOH) sp. gr. 0.90	3 min	20 to 25 °C	
G-83	Zinc and Zinc Alloy	Reagent water to make 1000 mL 50 g chromium trioxide (CrO_3) 10 g silver nitrate (AgNO_3) Reagent water to make 1000 mL	15 to 20 s	Boiling	The silver nitrate should be dissolved in water and added to the boiling chromic acid to prevent excessive crystallization of silver nitrate. The chromic acid must be added last to avoid attack of the zinc from the bath.
G-84		100 g antimony chloride (SbCl_3) Reagent water to make 1000 mL	2 to 5 min	70 °C	
G-85		200 g chromium trioxide (CrO_3) Reagent water to make 1000 mL	1 min	90 °C	Excessive contamination of the chrome acid from corrosion products formed in a salt environment should be avoided to prevent attack of the zinc base metal.
G-86		35 mL hydrobromic acid (HBr , sp. gr. 1.5) Reagent water to make 1000 mL	15 s	20 to 25 °C	Some zinc base metal may be removed. A control specimen (G-1.1) should be employed.
G-87		100 g ammonium persulfate ($\text{NH}_4\text{S}_2\text{O}_8$) Reagent water to make 1000 mL	5 min	25 to 25 °C	Particularly recommended for galvanized steel.
G-88		100 g ammonium acetate ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) Reagent water to make 1000 mL	2 to 5 min	70 °C	

A2. ELECTROLYTIC CLEANING PROCEDURES**TABLE A2.1** **ELECTROLYTIC CLEANING PROCEDURES FOR REMOVAL OF CORROSION PRODUCTS**

Designation	Material	Solution	Time	Temperature	Remarks
E-1.1	Iron, Cast Iron, Steel	75 g sodium hydroxide (NaOH) 25 g sodium sulfate (Na_2SO_4) 75 g sodium carbonate (Na_2CO_3) Reagent water to make 1000 mL	20 to 40 min	25 to 25 °C	Cathodic treatment with 100 to 200 A/m^2 current density. Use carbon, platinum or stainless steel anode.

TABLE A2.1 Continued

Designation	Material	Solution	Time	Temperature	Remarks
E.1.2		28 mL sulfuric acid (H_2SO_4 , sp gr 1.84) 0.5 g inhibitor (diethyldithiocarbamate or sulfuric ethylamide or tetraacetylthiol (sp gr 1.84))	3 min	25°C	Cathodic treatment with 2000 A/m^2 current density. Use carbon, platinum or lead anode.
E.1.3		Reagent water to make 1000 mL 100 g potassium chloride (KCl) (EN 12454:2015)	3 min	20 to 25°C	Cathodic treatment with 100 A/m^2 current density. Use carbon or platinum anode.
E.2.1	Aluminum and Aluminum Alloys	Reagent water to make 1000 mL 28 mL sulfuric acid (H_2SO_4 , sp gr 1.84) 0.5 g inhibitor (diethyldithiocarbamate or sulfuric ethylamide or tetraacetylthiol (sp gr 1.84))	3 min	25°C	Cathodic treatment with 2000 A/m^2 current density. Use carbon, platinum or lead anode.
E.3.1	Copper and Copper Alloys	Reagent water to make 1000 mL 7.5 g potassium chloride (KCl)	1 to 3	20 to 25°C	Cathodic treatment with 100 A/m^2 current density. Use carbon or platinum anode.
E.4.1	Zinc and Cadmium	Reagent water to make 1000 mL 10 g lithium sodium phosphate ($NaLiPO_4$)	3 min	20°C	Cathodic treatment with 100 A/m^2 current density. Specimens must be immersed prior to immersion. Use carbon, platinum or stainless steel anode.
E.4.2		100 g sodium hydroxide ($NaOH$) Reagent water to make 1000 mL	1 to 2 min	20 to 25°C	Cathodic treatment with 100 A/m^2 current density. Specimens must be immersed prior to immersion. Use carbon, platinum or stainless steel anode.
E.5.1	General (including Aluminum, Magnesium and Ti Alloys)	20 g sodium hydroxide ($NaOH$) Reagent water to make 1000 mL	3 to 10 min	20 to 25°C	Cathodic treatment with 300 A/m^2 current density. A 321600 stainless steel anode may be used.

APPENDICES

(Nonmandatory Information)

XI. DENSITIES FOR A VARIETY OF METALS AND ALLOYS

TABLE X1.1 DENSITIES FOR A VARIETY OF METALS AND ALLOYS

NOTE 1—All UNS numbers that include the letter X are listed in a variety of X numbers under this category.

NOTE 2—An asterisk indicates that a UNS number was available.

UNS Number	Aluminum Alloy	Density, g/cm^3
A91100	1.330	2.71
A91199	1.366	2.70
A92024	2.624	2.78
A92035	2.719	2.84
A93003	3.003	2.79
A93004	3.004	2.72
A93005	3.005	2.70
A93050	3.050	2.88
A93052	3.052	2.88
A93081	3.081	2.96
A93082	3.082	2.96
A93154	3.154	2.88
A93257	3.257	2.89
A94404	3.404	2.88
A94406	3.456	2.94
A96061	6.061	3.70
A96062	6.062	3.70
A96070	6.070	3.71
A96101	6.101	3.70
A97075	7.075	3.81
A97079	7.079	3.75
A97178	7.178	3.89
	Stainless Steels	
S30100	Type 301	2.94
S30200	Type 302	2.94
S30400	Type 304	2.94
S30400	Type 304	2.94

LAMPIRAN G
NACE RP0775-2005**Preparation, Installation, Analysis, and Interpretation of
Corrosion Coupons in Oilfield Operations**

This NACE International standard represents a consensus of those individual members who have reviewed this document, its scope, and provisions. Its acceptance does not in any respect preclude anyone, whether he or she has adopted the standard or not, from manufacturing, marketing, purchasing, or using products, processes, or procedures not in conformance with this standard. Nothing contained in this NACE International standard is to be construed as granting any right, by implication or otherwise, to manufacture, sell, or use in connection with any method, apparatus, or product covered by Letters Patent, or as indemnifying or protecting anyone against liability for infringement of Letters Patent. This standard represents minimum requirements and should in no way be interpreted as a restriction on the use of better procedures or materials. Neither is this standard intended to apply in all cases relating to the subject. Unpredictable circumstances may negate the usefulness of this standard in specific instances. NACE International assumes no responsibility for the interpretation or use of this standard by other parties and accepts responsibility for only those official NACE International interpretations issued by NACE International in accordance with its governing procedures and policies which preclude the issuance of interpretations by individual volunteers.

Users of this NACE International standard are responsible for reviewing appropriate health, safety, environmental, and regulatory documents and for determining their applicability in relation to this standard prior to its use. This NACE International standard may not necessarily address all potential health and safety problems or environmental hazards associated with the use of materials, equipment, and/or operations detailed or referred to within this standard. Users of this NACE International standard are also responsible for establishing appropriate health, safety, and environmental protection practices, in consultation with appropriate regulatory authorities if necessary, to achieve compliance with any existing applicable regulatory requirements prior to the use of this standard.

CAUTIONARY NOTICE: NACE International standards are subject to periodic review and may be revised or withdrawn at any time without prior notice. NACE International requires that action be taken to reaffirm, revise, or withdraw this standard no later than five years from the date of initial publication. The user is cautioned to obtain the latest edition. Purchasers of NACE International standards may receive current information on all standards and other NACE International publications by contacting the NACE International FirstService Department, 1440 South Creek Drive, Houston, Texas 77084-4906 (telephone +1 281 225-6200).

Reaffirmed 2005-04-07
Revised 1995-05-25
Revised 1991
Revised 1987
Approved 1975

NACE International
1440 South Creek Drive
Houston, TX 77084-4906
+1 281 225-6200
ISBN 1-57540-086-6
©2005, NACE International

Section 1: General

1.1 This standard is presented for the use of corrosion coupons in oilfield drilling, production, and transportation operations. Oilfield operations include oil-, water-, and gas-handling systems, and drilling fluids. (When used in this standard, system denotes a functional unit such as a producing well, flowline, and tank battery; water, oil, or gas collection facility; waste or gas injection facility; or a gas dehydration or sweetening unit.) Corrosion coupon testing consists of the exposure of a small specimen of metal (the coupon) to an environment of interest for a period of time to determine the reaction of the metal to the environment. Corrosion coupons are used to evaluate corrosiveness of various systems, to monitor the effectiveness of corrosion-mitigation programs, and to evaluate the suitability of different metals for specific systems and environments. The coupons may be installed in the system itself or in a special test loop or apparatus. Corrosion rates shown by coupons and most other corrosion-monitoring devices seldom duplicate the actual rate of corrosion on the system piping and vessels. Accurate system corrosion rates can be determined by nondestructive measurement methods or failure frequency curves. Data furnished by corrosion coupons and other types of monitors must be related to system requirements. High corrosion rates on coupons may be used to verify the need for corrective action. If a corrosion-mitigation program is initiated and subsequent coupon data indicate that corrosion has been reduced, the information can be used to approximate the effectiveness of the mitigation program. This standard does not contain information on monitoring for intergranular corrosion, stress corrosion cracking (SCC), or sulfide stress cracking (SSC). The latter aspects are discussed elsewhere.

1.2 This standard describes preparation and handling techniques for metal coupons prior to and following exposure. Corrosion rate calculations and a typical form for recording data are also included.

1.3 Coupon size, metal composition, surface condition, and coupon holders may vary according to the test system design or the user's requirements. Coupons are often

installed in pairs for simultaneous removal and average mass-loss determination. Coupons may be used alone but they should be used in conjunction with other monitoring methods such as test ripples, hydrogen probes, galvanic probes, polarization instruments, resistance-type corrosion monitors, chemical analysis of process streams and nondestructive metal thickness measurements, caliper surveys, and corrosion failure records.

1.4 Corrosion coupons used as recommended in this standard measure the total metal loss during the exposure period. They show corrosion that has already occurred. A single coupon cannot be used to determine whether the rate of metal loss was uniform or varying during the exposure period. Information on the change in corrosion rate can be obtained by installing several coupons at one time and removing and evaluating individual coupons at specific short-term intervals. Other monitoring methods mentioned in Paragraph 1.3 can be used to provide more accurate information on short-term rates of corrosion. Data provided by corrosion coupons can provide excellent backup for "event-indicating" corrosion-monitoring instruments.

1.5 In addition to mass loss, important factors to consider in the analysis and interpretation of coupon data include location, time onstream, measured pit depth, surface profile (blistering, erosion), corrosion product and/or scale composition, and operating factors (e.g., downtime, system flow velocities, upsets, or inhibition).

1.6 Coupon corrosion rates in one system should not be compared directly with those in other unrelated systems. However, corrosion rates in similar systems (e.g., two systems handling identical environments) often correlate. Additional information can be obtained within a system by varying one exposure parameter at a time (e.g., location or duration of exposure). For example, corrosion rates can be affected by changes in fluid velocity within a system. Corrosion rates can vary dramatically upstream and downstream from the point of entry of a condensate, such as oxygen.

Section 2: Processing of Corrosion Coupons

2.1 Coupon Preparation. The following procedure should be used to prepare coupons for corrosion testing. Coupons should be new; do not reuse coupons after exposure and analysis.

2.1.1 Choose a method of coupon preparation that does not alter the metallurgical properties of the metal. Grinding operations must be controlled to avoid high surface temperatures that could change the microstructure of the coupon.

2.1.2 Etch or stamp a permanent serial number on the coupon. If it is possible for a coupon or holder to undergo SCC if the conditions in Paragraphs 2.1.2.1 and 2.1.2.2 are met:

2.1.2.1 Exposure to an environment capable of cracking the alloy used for the coupon or holder.

2.1.2.2 Stress sufficiently high to cause cracking. Such stress can result from a combination of

RP0775-2005

residual stress (such as introduced by stamping) and imposed stress.

2.1.2.3 Instances of SOG of carbon steel coupons under oilfield conditions have rarely been reported. Nevertheless, broken pieces of coupons or holders can lodge downstream in valves and interfere with their normal operation.

2.1.3 Machine or polish the edges of the coupon to remove cold-worked metal if the cold-worked edges adversely affect the data. Coupons formed by stamping are less expensive than machined coupons. Stamped coupons are satisfactory without additional machining for most oilfield monitoring.

2.1.4 Ideally, match the surface finish of the coupons with the finish of the metal being investigated, i.e., the pipe or vessel wall. Because this is seldom practical, other surface finishes are applied. No specific surface finish is absolutely essential but uniformity is very important when data from different sets of coupons are being compared. Coupons may be prepared by grinding smooth with 120 grit paper, by tumbling with loose grit, or blasting with abrasive blasting material. A consistent finish may be obtained by blasting with glass beads, but glass beads may not remove mill scale or rust. All abrasives should be free of metallic particles.

2.1.5 After the coupons have been cleaned, handle them by suitable means to prevent contamination of the surface with oils, body salts, and other foreign materials. Clean, lint-free cotton gloves or cloths, disposable plastic gloves, coated tongs, or coated tweezers should normally be used.

2.1.6 Under a ventilated hood, remove any residual oils with a hydrocarbon solvent such as xylene, toluene, or 1,1,1 trichloroethane and rinse with anhydrous isopropyl alcohol. If oils are not present, cleaning with alcohol or acetone should be sufficient.

2.1.7 Dry, measure, and weigh the coupons to within ± 0.1 mg. Record the mass, serial number, and exposed dimensions. Calculate the surface area (including the edges) and record. The areas covered by the coupon holder and shielded areas of flush-mounted coupons must be excluded. (For test nipples or other large corrosion test pieces, see Paragraph 3.6.)

2.1.8 Prior to shipment, store the individually packaged coupons in a closed container with indicating silica gel.¹¹ Coupons may be wrapped in paper or placed in envelopes impregnated with a vapor-phase corrosion inhibitor.

2.2 Procedure for Field Handling of Coupons Before and After Exposure

2.2.1 Prior to coupon installation, record the following information: coupon serial number, installation date, name of system, location of the coupon in the system (including fluid or vapor phase), and orientation of the coupon and holder. A typical corrosion coupon report is shown in Appendix A.

2.2.2 During installation, handle the coupon carefully to prevent contamination of the coupon surface. (See Paragraph 2.1.5.)

2.2.3 When the coupon is removed, record the coupon serial number, removal date, observations of any erosion or mechanical damage, and appearance of scale or corrosion product. Any other pertinent data such as shut-in time and changes in velocity and inhibitor treatment should also be recorded.

The coupon should be photographed immediately after removal, particularly if appearance of the corrosion product or scale is important.

2.2.4 Protect the coupon from contamination by oxidation and handling. Place the coupon in a moisture-proof or special envelope impregnated with volatile corrosion inhibitor and ship immediately to a laboratory for analysis. Do not coat the coupon with grease or otherwise alter it. Gentle blotting with tissue paper or a clean soft cloth may be desirable to remove moisture prior to shipment. Corrosion products or scale deposits should not be removed in the field.

2.3 Laboratory Procedure for Cleaning and Weighing Coupons After Exposure

2.3.1 Record the coupon serial number. If the coupon was not photographed in the field, it should be photographed in the laboratory before and after cleaning. Prior to any cleaning, weigh the coupon to within ± 0.1 mg.

2.3.2 Visually examine the coupon and record observations. Qualitative analysis of adherent scale or foreign material may be performed.

2.3.3 Immerse the coupon in a suitable hydrocarbon solvent, such as clean xylene or toluene, long enough to remove the oil, oil-wet materials, and paraffin. Rinse with isopropyl alcohol or acetone. Handle solvent under a ventilated hood. Dry in a gentle dry air stream and weigh the coupon to within ± 0.1 mg if qualitative analysis of acid-soluble deposits is desired.

¹¹ Silica gel that has become inactive as a result of moisture absorption can be reactivated by heating in an open metal pan in an oven at 119 to 127 °C (246 to 261 °F) for at least 12 h. Reactivated silica gel must be stored in an airtight container. Indicating silica gel impregnated with cobaltous chloride changes color when it becomes saturated with moisture.

2.3.4 Immerse steel coupons in 15% inhibited hydrochloric acid to remove mineral scale and corrosion products. Ultrasonic agitation may be used to accelerate the cleaning process. Numerous commercial inhibitors are available to protect the steel during acid cleaning. The following inhibitor solution has been successful. A stock solution is made of 37.5% HCl to which 10 g/L of 1,3-di-n-butyl-2 thiourea (DBT) has been added.² Immediately prior to use, the stock solution is diluted by slowly adding a measured volume of stock solution to an equal volume of distilled water with stirring. Additional information on cleaning metals other than steel should be consulted.^{4,5,6,7}

2.3.4.1 Coupons that are not coated with hard scale or tightly adhering corrosion products may be cleaned by blasting with glass beads. Mass loss during blast cleaning should be determined by cleaning unexposed coupons in accordance with Paragraph 2.3.7.

2.3.5 After cleaning, immerse the coupon in a saturated solution of sodium bicarbonate for one minute to neutralize the acid. Rinse with distilled water to remove the neutralizer.

2.3.6 Rinse the coupon immediately in isopropyl alcohol or acetone and dry in a stream of dry air. Air lines should be equipped with traps and filters to remove all oil and water. Coupons with tenacious films should be scrubbed with a household cleanser and 000 steel wool prior to drying with alcohol or acetone. Visually examine the coupon and record observations.

2.3.7 Subject a preweighed blank that was not exposed to the corroder to the cleaning process to ensure that mass loss from cleaning is not significant.

2.4 Calculation of the Average Corrosion Rate (CR). The following procedures should be used to calculate the average corrosion rate.

2.4.1 Determine the mass loss of the corrosion coupon and divide the mass loss by the product of the metal density (Table 1), the total exposed surface area, and the exposure time to obtain the average rate of corrosion. The following equations may be used to determine the average corrosion rate depending on the units desired.¹

2.4.1.1 A calculation of average corrosion rate, expressed as a uniform rate of thickness loss per

unit time in millimeters per year or millimeters per annum (mm/y or mm/a), is shown in Equation (1):

$$CR = \frac{W \times 365 \times 1,000}{ATD} = \frac{3.65 \times 10^6 \times W}{ATD} \quad (1)$$

Where:

CR = average corrosion rate, millimeters per year (mm/y or mm/a).

W = mass loss, grams (g).

A = initial exposed surface area of coupon, square millimeters (mm²).

T = exposure time, days (d).

D = density of coupon metal, grams per cubic centimeter (g/cm³).

2.4.1.2 A calculation of average corrosion rate, expressed as a uniform rate of thickness loss per unit time in mils per year (mpy), is shown in Equation (2):

$$CR = \frac{W \times 365 \times 1,000}{ATD \times (2.54)^3} = \frac{2.22 \times 10^6 \times W}{ATD} \quad (2)$$

Where:

CR = average corrosion rate, mils per year (mpy).

W = mass loss, grams (g).

A = initial exposed surface area of coupon, square inches (in²).

T = exposure time, days (d).

D = density of coupon metal, grams per cubic centimeter (g/cm³).

2.4.1.3 A calculation of the average corrosion rate, expressed as a uniform rate of mass loss per unit area per unit time in grams per square meter per day (g/m²/d), is shown in Equation (3):

$$CR = \frac{W}{A \times T} \quad (3)$$

Where:

CR = average corrosion rate, grams per square meter per day (g/m²/d).

W = mass loss, grams (g).

A = initial exposed area of coupon, square meters (m²).

T = exposure time, days (d).

Table 1: Density of Metals^(A)

Material	Density, g/cm ³	Material	Density, g/cm ³
Cast Irons		Copper Alloys	
Gray cast iron	7.15	Admiralty brass	8.53
Malleable iron	7.27	Red brass, 85%	8.75
Steels		Yellowbrass	8.47
Carbon steel	7.86	Bronze—5% Aluminum	8.17
Low-alloy steels	7.85	Bronze-Phosphor 10%	8.78
9 Cr-1 Mo	7.67	Copper-Nickel (90-10)	8.84
5 N	7.98	Cast Al-Bronze	7.80
9 N	8.10	Beryllium Copper	8.35
Stainless steels		Other Materials	
UNS ^(B) S30400 (Type 304)	7.90	Aluminum (Al)	2.70
UNS S31600 (Type 316)	8.00	Magnesium (Mg)	1.74
UNS S32100, S34700 (Types 321, 347)	8.02	Nickel (Ni)	8.90
UNS S41000 (Type 410)	7.70	Zinc (Zn)	7.13
13 Cr	7.70		
17-4 pH	7.80		
22 Cr-5 Ni (duplex)	7.89		

^(A) Alloys are wrought unless otherwise noted. (Source: ASM Handbook, Vol. 1, Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys, 10th ed., 1990, ASM International, 9639 Kinsman Rd., Materials Park, OH 44073-0002)

^(B) Metals and Alloys in the Unified Numbering System (latest revision), a joint publication of ASTM International (ASTM) and the Society of Automotive Engineers Inc. (SAE), 400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA 15096.

2.4.1.4 A calculation of the average corrosion rate, expressed as a uniform rate of mass loss per unit area per unit time in pounds per square foot per year (lb/ft²/y), is shown in Equation (4):

$$CR = \frac{W \times 365 \times 144}{AT \times 453.6} = \frac{W \times 1.159 \times 10^6}{AT} \quad (4)$$

Where:

CR = average corrosion rate, pounds per square foot per year (lb/ft²/y)

W = mass loss, grams (g)

A = initial exposed area of coupon, square inches (in.²)

T = exposure time, days (d)

2.4.1.5 Conversion Factors^{(B)(C)}

1 mm/y = 39.4 mpy

1 μ m/y = 0.0394 mpy (μ m = micrometer)

1 mpy = 0.0254 mm/y

1 mpy = 0.001 in./y (inches per year)

1 mil = 0.001 in.

2.5 Calculation of the Maximum Pitting Rate (PR). The following procedure should be used to calculate the maximum pitting rate.

2.5.1 Determine the depth of the deepest pit and divide by the exposure time. The following Equations (5) and (6) may be used to determine the maximum pitting rate depending on the units desired.

$$PR(mmv/y) = \frac{\text{depth of deepest pit (mm)} \times 365}{\text{exposure time (days)}} \quad (5)$$

$$PR(mpy) = \frac{\text{depth of deepest pit (mil)} \times 365}{\text{exposure time (days)}} \quad (6)$$

2.5.2 Pit depths may be measured with a depth gauge or a micrometer caliper with needlepoint anvils. The anvil must be small enough to reach the bottoms of the pits. An optical microscope calibrated for depth measurement may also be used to estimate pit depth. The microscope should be focused first on uncorroded metal adjacent to the pit and then focused on the

bottom of the pit. Metallographic cross sections through pits provide an accurate measurement of pit depth if a high degree of accuracy is deemed necessary. The same measurement technique should be used on all coupons from a given system. Pit density per unit area should be reported. Additional information on the measurement of pits can be found in ASTM[®] G 46.¹¹

2.5.3 Pitting characterization by calculation of pitting rate may be misleading if pitting onset occurs after an incubation period. Time to pitting onset varies and pit growth may not be uniform. Therefore, care should be exercised in applying calculated pitting rates to project time-to-failure.

Section 3: Installation of Corrosion Coupons

3.1 Types of Corrosion Coupons

3.1.1 Corrosion coupons are available from a number of suppliers. Coupons are available in many different sizes and configurations. The size and configuration selected depend on the type of holder being used, the size, and entry orientation. Special access fittings and devices that allow installation and retrieval under pressure may require a specific type of coupon. It is usually advantageous to standardize a few sizes to minimize inventories and to eliminate difficulties in preparation and handling.

3.1.2 Circular (washer-type) coupons shown in Figure 1 are available in various sizes. The size of the circular coupon, which fits between a pair of ring joint flanges, depends on the size and type of flange in which the circular coupon is to be installed.

3.1.3 Ring-type coupons for use in drill pipe tool joints are shown in Figure 2. Additional information on the use of drill pipe coupons can be found in API¹² RP 13B-1.¹²

3.1.4 Corrosion coupons can be modified for studies of oxygen concentration cells. A rubber band can be placed around the coupon, excluding oxygen from the metal under the rubber band.¹³ An oil-resistant

elastomer should be used if hydrocarbons are present. Banded coupons should not be used for mass-loss determinations. Coupons banded in this manner are not practical in high-velocity streams.

3.2 Coupon Composition

3.2.1 Coupons are usually made of 0.1 to 0.2% carbon steel that is readily available in strip and plate form and is easily worked. Depending on the reason for testing, metals used should normally be identical to those in the system, but may also include metals and alloys that are being considered for use in the system.

3.3 Coupon Holders

Coupon holders are available in many sizes and shapes to hold one or more flat or round (rod-type) coupons. Some common coupon holders are shown in Figures 3 and 4.

3.3.1 Depending on the system, corrosion coupons may be mounted in a variety of ways. Mounting must accomplish the following:

3.3.1.1 Adequate support of the coupons in the system.

¹¹ ASTM International (ASTM), 100 Bar Harbor Dr., West Conshohocken, PA 19380-2999.

¹² American Petroleum Institute (API), 1220 L St. NW, Washington, DC 20005.

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Tulungagung, 9 Mei 1991. Penulis menempuh pendidikan formal di TK Dharma Wanita Plandaan, SDN Plandaan 1, SMPN 1 Tulungagung, dan SMAN 1 Boyolangu. Tahun 2012 lulus dari jurusan D3 Teknik Instrumentasi ITS kemudian meneruskan studi di jurusan S1 Teknik Fisika, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya. Apabila ada pertanyaan tentang Tugas Akhir penulis, dapat menghubungi 085735465433 dan email ewing.apriyan@gmail.com.