

BAB III

METODELOGI PENELITIAN

3.1 Metode dan Desain Penelitian

3.1.1 Metode penelitian

Dalam penelitian ini, digunakan metode analisis kuantitatif berdasarkan eksperimen. Analisis kuantitatif dilakukan berdasarkan penelitian eksperimen yang memiliki tingkat validitas tinggi karena pengendalian yang ketat terhadap variable eksternal. Penelitian ini bereksperimen untuk menggunakan pengujian hipotesis yang paling efektif.

3.1.2 Desain Penelitian

Penelitian ini terdiri atas dua tahap utama, yakni sintesis natrium silikat berbasis abu sabut kelapa dan pengujian ketahanan korosi baja berlapis natrium silikat. Uji korosi dilakukan menggunakan metode kehilangan massa (weight loss) dalam dua media korosif, yaitu larutan HCl dan NaOH masing-masing dengan konsentrasi 2 M. Pengujian dilakukan pada suhu ruang ($\pm 25^{\circ}\text{C}$) selama empat interval waktu: hari ke-1, ke-3, ke-5, dan ke-7.



a. Sintesis natrium Silikat dari Abu Sabut Kelapa

Proses sintesis natrium silikat diawali dengan tinjauan literatur untuk mengetahui langkah-langkah dalam isolasi silika dan sintesis natrium silikat. Setelah diidentifikasi, penelitian dilakukan dengan bertahap. Sabut kelapa diabukan dan dilarutkan dengan HCl untuk membersihkan dari kandungan pengotor, lalu dilarutkan Kembali dengan NaOH untuk membuat natrium silikat. Karakterisasi pada bahan dilakukan dengan instrumen XRD dan ATR. Berdasarkan hasil uji dilakukan perbandingan dengan hasil pada penelitian terdahulu untuk menentukan standar spesifikasi yang sesuai sehingga dapat ditarik Kesimpulan terkait spesifikasi material dan metode yang dilakukan dalam penelitian ini.

b. Uji Korosi Baja Terlapis Natrium Silikat

Pengujian korosi baja dapat dihitung dengan metode *weightloss*, dimana metode tersebut mengukur berat baja sebelum dilapisi dan sesudah dilapisi natrium silikat. Baja tersebut akan diletakkan pada larutan asam dan basa pada konsentrasi masing-masing 2 Molar untuk mengetahui laju korosinya dan setelah direndam akan dihitung efektivitasnya dalam melapisi baja.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian sintesis natrium silikat (Na_2SiO_3) dari limbah sabut kelapa dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Pertahanan Republik Indonesia dari bulan November 2024 - Juni 2025. Penelitian ini termasuk sintesis bahan natrium silikat dan uji identifikasi senyawa.

Tabel 3.1 Jadwal Penelitian

No	Kegiatan	2024				2025						
		Sept	Oct	Nov	De s	Jan	Feb	Mar	Apr	Mei	Jun	Jul
1	Proses Bimbingan Skripsi											
2	Penulisan Proposal Skripsi											
3	Seminar Proposal Skripsi											
4	Penelitian											
5	Pengujian Sampel											
6	Analisa Data											
7	Penyusunan Laporan Skripsi											
8	Seminar Skripsi											
9	Perbaikan Skripsi											
10	Sidang Akhir											
11	Penyerahan Skripsi Ke Departemen											

3.3 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yakni tanur, oven, hot plate, *magnetic stirrer*, neraca analitik, cawan porselen, mortar, peralatan gelas, kertas saring, pipet tetes, statif dan klem, sieve 100 mesh, alu dan instrumen analisis ATR dan XRD. Bahan-bahan yang digunakan adalah sabut kelapa, asam klorida (HCl) 1 M, natrium hidroksida (NaOH) 2 M & 3 M, aquades (H₂O), Baja 4140, kertas lakmus dan cat besi .

3.4 Variabel Penelitian

Variabel bebas adalah variabel yang dapat diubah untuk mengetahui pengaruh terhadap variabel terikat. Variabel bebas pada penelitian ini pada komposisi penambahan natrium silikat pada cat, dimana perbandingan penambahan natrium silikat dengan cat yaitu 1, 3, 5 gram dengan pelarut cat sebanyak 10 ml. Variabel terikat pada penelitian ini pada pengujian

analisis XRD dan ATR yang sudah menunjukkan kesesuaian dengan karakter bahan alam, dan berat akhir baja setelah uji korosi. Variabel kontrol pada penelitian ini pada penambahan natrium silikat pada cat dengan masing-masing ukuran berupa 100 mesh yang telah dilarutkan pada 10 ml aquades sehingga tidak ada gumpalan padat yang tertinggal. Pada pengujian laju korosi belum diperhitungkan keadaan lingkungan seperti suhu dan ruang isolasi lingkup sehingga tidak dapat dimasukkan dalam variabel perhitungan terhadap suhu.

3.5 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan, antara lain isolasi silika dari limbah sabut kelapa, sintesis natrium silikat, proses pelapisan baja 4140 dengan metode *dip-coating*, uji karakterisasi silika dan natrium silika hasil sintesis dari sabut kelapa, dan pengujian efektivitas komposisi natrium silikat dengan metode *weightloss* untuk mengetahui laju korosi.

3.5.1 Isolasi Silika dari Limbah Sabut Kelapa

Proses preparasi sampel diawali dengan pengecilan ukuran sabut kelapa, dilanjutkan dengan pencucian hingga bersih dan pengeringan. Material kering kemudian dikalsinasi pada suhu 600 °C selama 2 jam menggunakan tanur untuk memperoleh abu sabut kelapa. Abu yang dihasilkan diekstraksi menggunakan larutan HCl 1 M dan didiamkan selama 1 jam guna mengendapkan senyawa pengotor. Setelah itu, endapan difiltrasi menggunakan kertas saring dan dikeringkan pada suhu ruang. Endapan hasil pemurnian kemudian dilarutkan dalam 500 mL larutan NaOH 2 M, diaduk menggunakan magnetic stirrer, dan dipanaskan pada hot plate pada suhu 150–200 °C selama 1 jam. Larutan hasil pemanasan disaring, kemudian dipanaskan kembali dengan penambahan HCl hingga mencapai pH netral, dan dibiarkan selama 18 jam untuk memungkinkan proses kondensasi yang menyebabkan pengeluaran ion natrium dari fase gel. Gel yang terbentuk selanjutnya difiltrasi dan dicuci perlahan dengan aquades hingga bersih. Endapan silika kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 12 jam, dilanjutkan dengan proses penumbukan hingga

berbentuk bubuk halus dan diayak menggunakan saringan berukuran 100 mesh.

3.5.2 Sintesis Natrium Silikat

Sintesis natrium silikat dilakukan dengan metode rujukan oleh peneliti Trivana *et al* (2015), silika dihancurkan dan ditimbang sebanyak 10g. silika yang telah dihaluskan dimasukkan kedalam gelas beker dan ditambahkan NaOH 4M. kemudian sampel dididihkan pada temperatur 80°C selama 4 jam dalam keadaan diaduk secara konstan. Campuran dipindahkan ke cawan porselen dan dilebur pada suhu 500°C selama 30 menit. Kemudian, natrium silikat dibiarkan dingin, digerus dengan mortar, dan dihaluskan menggunakan saringan dengan ukuran 100 mesh.

3.5.3 Proses Pelapisan Dip-coating pada Baja

Spesimen baja dipotong dengan dimensi 2 cm × 5 cm dan ketebalan 3 mm, kemudian dilakukan preparasi permukaan melalui pengamplasan guna menghilangkan kontaminan seperti kotoran dan karat. Selanjutnya, setiap 10 mL larutan cat dalam wadah kaca diformulasikan dengan penambahan silika sebagai bahan aditif masing-masing sebanyak 1, 3, dan 5 gram, dan didispersikan menggunakan pengaduk magnet selama 60 menit. Proses penimbangan spesimen dilakukan sebelum dan sesudah pelapisan menggunakan timbangan analitik untuk menentukan perubahan massa akibat perlakuan pelapisan.

3.6 Metode Analisis

Metode analisis adalah pendekatan sistematis yang digunakan untuk mengidentifikasi, mengukur, dan mengevaluasi suatu objek berdasarkan prinsip ilmiah. Metode ini bertujuan untuk memahami karakteristik, struktur, atau sistem dengan pendekatan kualitatif.

3.6.1 Analisis XRD

Silika yang diperoleh dianalisis dengan XRD. Analisis XRD digunakan untuk mengetahui bentuk dari silika dan natrium silikat tersintesis. Sampel yang telah disintesis dihaluskan menjadi serbuk halus dan homogen. Serbuk silika dan natrium silikat diletakkan pada holder XRD dengan

menutupi permukaan holder. Rentang sudut yang akan dipindai diatur pada sudut 2θ . Difraktogram XRD silika hasil ekstraksi dibandingkan dengan nilai difraktogram silika yang berada pada rentang puncak difraksi pada sudut $2\theta = 26^\circ$ yang menunjukkan bentuk amorphous (Silvia dan Zainuri, 2020).

3.6.2 Analisis ATR

Natrium silikat yang diperoleh dianalisis menggunakan ATR. Serbuk silika dan natrium silikat yang diperoleh diletakkan pada detektor. Spektrum yang akan dianalisis diatur pada rentang bilangan gelombang 400 - 4000 cm^{-1} . Karakterisasi pola penyerapan silika yang umum adalah gugus siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) pada 777,79 cm^{-1} dan silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) pada rentang 1072 cm^{-1} (Azis dkk, 2024).

3.6.3 Uji Korosi

Sampel yang telah dilakukan proses pelapisan disiapkan. Larutan HCl 2 M dan larutan NaOH 2 M digunakan sebagai larutan uji suasana lingkungan asam dan basa. Pelat logam direndam dalam larutan uji selama 96 jam (Simatupang *et al.*, 2023). Metode yang dilakukan berupa metode *weightloss*. Metode ini dilakukan untuk mengetahui selisih berat spesimen uji sebelum (berat awal) dan sesudah pengujian (berat akhir) (Solehudin *et al.*, 2019). Metode ini menggunakan pelat logam yang ditempatkan pada suatu sistem dan dibiarkan hingga membentuk korosi. Perhitungan untuk mengukur *weightloss* sebagai berikut :

$$\text{Cr} = \frac{534 \text{ Bh}}{\rho \times A \times T}$$

Dengan :

Cr = Laju korosi (mmpy)

Bh = Bobot hilang (g)

ρ = Massa jenis (g/cm^3)

A = volume yang terendam (cm^3)

T = Waktu perendaman (jam)

Tabel 3.2 Klasifikasi Laju Korosi

Ketahanan Korosi Relatif	mpy	mmpyr	μ m/yr	nmph	pmps
Luar Biasa	<1	<0.02	<25	<2	<1
Unggul	1-5	0.02-0.1	25-100	2-10	1-5
Baik	5-20	0.1-0.5	100-500	10-50	5-20
Cukup	20-50	0.5-1	500-1000	50-150	20-50
Buruk	50-200	1-5	1000-5000	150-500	50-200
Buruk Sekali	200+	5+	5000+	500+	200+

Sumber : Sugeng *et al.*, 2022

