

# Permodelan morfologi nanopori anodic aluminum oxide (AAO) melalui proses anodisasi dalam larutan asam oksalat dan larutan campuran asam sulfat dan oksalat pada aluminium murni = Modelling pore diameter of anodic aluminum oxide (AAO) by anodizing process in oxalic acid electrolyte and mixed electrolyte of sulfuric and oxalic acid on aluminum foil

Vika Rizkia, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20434276&lokasi=lokal>

---

## Abstrak

Proses anodisasi pada aluminium menghasilkan struktur fenomenal berupa oksida logam yang terkenal dengan istilah Anodic Aluminum Oxide (AAO). AAO sangat diperlukan untuk meningkatkan daya adhesi pada proses pelapisan selanjutnya baik pada aluminium dan paduannya maupun komposit aluminium. Hal tersebut terjadi akibat adanya ikatan saling kunci antara lapisan oksida hasil anodisasi (AAO) dengan pelapis berikutnya. Morfologi pori pada AAO dapat dengan mudah dimodifikasi melalui perubahan parameter anodisasi. Namun, sayangnya penelitian-penelitian sebelumnya belum menyediakan informasi apapun mengenai pengontrolan diameter pori. Sedangkan seperti yang kita ketahui bahwa perbedaan aplikasi yang diinginkan membutuhkan diameter pori yang berbeda pula.

Oleh karena itu guna mendapatkan diameter pori dengan ukuran tertentu maka pemilihan parameter proses anodisasi yang tepat sangatlah penting. Untuk memenuhi kebutuhan tersebut, dalam penelitian ini akan dihasilkan persamaan empiris yang dapat memprediksi ukuran diameter dan densitas pori AAO yang terbentuk hasil anodisasi dengan berbagai parameter tertentu agar dapat digunakan dalam aplikasi yang sesuai.

Tujuan utama penelitian ini adalah pengembangan persamaan empiris yang menggambarkan hubungan konsentrasi oksalat, tegangan dan waktu anodisasi terhadap diameter pori. Namun penelitian ini juga menganalisis mekanisme pembentukan, karakteristik, dan ketahanan korosi lapisan terintegrasi pada Al7075/SiC. Serta menganalisis pengaruh konsentrasi, temperatur, dan resistivitas larutan elektrolit, dan tegangan anodisasi terhadap diameter dan densitas pori AAO pada aluminium foil.

Proses anodisasi Al7075/SiC dilakukan dalam larutan asam sulfat 16% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dengan rapat arus 15, 20, 25 mA/cm<sup>2</sup> pada 25, 0, -25°C selama 30 menit. Selanjutnya dilakukan proses sealing dalam larutan CeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pada temperatur ruang dengan pH 9 selama 30 menit. Proses anodisasi pada aluminium foil dilakukan dalam larutan 3 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 0,5 M; 0,7 M; dan 0,9 M H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, dan 0,3; 0,5; 0,7 M H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> selama 40-60 menit. Proses anodisasi dilakukan pada tegangan konstan 35, 40, dan 45 V untuk larutan asam oksalat dan 15 V untuk larutan campuran.

Pengamatan dan evaluasi morfologi lapisan pori hasil anodisasi dilakukan menggunakan alat FE-SEM (Field Emission Scanning Electron Microscope), ketahanan korosi material diinvestigasi menggunakan pengujian polarisasi dan EIS, sedangkan analisa kualitatif terhadap morfologi pori (diameter dan densitas) pada AAO menggunakan perangkat lunak ImagePro. Pengembangan persamaan empiris menggunakan metode derajat terkecil dan permukaan respon.

Proses terintegrasi yang diaplikasikan pada komposit Al7075/SiC pada temperatur anodisasi 0 °C menghasilkan terbentuknya deposit bulat kaya cerium dengan diameter 64 nm ( 3 nm) yang menutupi

seluruh permukaan lapisan oksida dan rongga secara efektif. Proteksi terintegrasi anodisasi dan pelapisan cerium meningkatkan ketahanan korosi hingga 4 order perbesaran dibandingkan tanpa perlindungan akibat terjadinya ikatan saling kunci antara kedua lapisan tersebut.

Peningkatan konsentrasi larutan elektrolit asam oksalat, temperatur, tegangan dan waktu celup anodisasi dalam larutan 0,3; 0,5; dan 0,7 M mengakibatkan peningkatan diameter pori permukaan pada AAO.

Sedangkan, penambahan asam sulfat dalam asam oksalat menghasilkan pori dengan morfologi diameter pori yang jauh lebih halus dan densitas pori yang jauh lebih besar. Secara umum, densitas pori hanya tergantung pada diameter pori hasil anodisasi, dimana peningkatan diameter pori menghasilkan densitas pori yang semakin menurun. Persamaan empiris hubungan antara tiga faktor anodisasi (konsentrasi asam oksalat, tegangan, dan waktu anodisasi) dengan diameter pori hasil dari penelitian ini adalah :  $D_p = 0,140625 MVt + 0,33125 MV \cdot 523542 Mt + 35,64583 M \cdot 0,04006 Vt + 0,685764 V + 1,792431 t \cdot 42,5053$  (derajat terkecil) dan  $D_p = 33,3 \cdot 236,3 M \cdot 1,453 V + 0,3942 t + 7,60 MV$  (metode derajat satu)

.....Anodizing process in aluminum produces a phenomenal structure in form of metal oxide which is known as Anodic Aluminum Oxide (AAO). AAO is a very useful morphology to improve the adhesion properties for further coating in aluminum alloy and composite aluminum. This phenomenon is related to the presence of interlock bond between AAO and the next layer. The AAO morphology can be modified simply by varying anodizing parameters.

Therefore, selecting appropriate parameters plays an important role in order to obtain the desired pore size. Unfortunately, the preliminary studies did not provide any information on controlling the pore size and density (through increasing/decreasing the concentration of sulfuric acids, voltage, and duration of anodizing to determine pore diameter and density).

For that purpose, in this research some empirical models were built to predict the pore size produced by anodizing process in various parameters. The grand design of this research aims to develop empirical equations which predict the relationship between oxalic acid concentration, anodizing voltage and time to the pore diameter. However, this research also aims to analyze the formation mechanism and of the integrated layer on Al7075/SiC, as well as the enhancement of corrosion resistance resulted from the integrated layer. Moreover, the influence of various anodizing parameters, i.e. resistivity, concentration, temperature, and type of electrolyte on pore characteristics of AAO is also conducted in this study.

Anodizing process of Al7075/SiC was conducted in 16% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solution in current densities 15, 20, 25 mA/cm<sup>2</sup> at 25, 0, -25°C for 30 minutes. Subsequently, cerium sealing process was carried out in CeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> at room temperature and pH 9 for 30 minutes. Anodizing of aluminum foil were carried out in 0,3; 0,5; 0,7M H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> solution and a mixture solution of 0.5M, 0.7M, and 0.9M H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and 3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> for 40-60 minutes. Anodizing processes were performed under potentiostatic conditions with constant potentials of 35, 40, and 45V for oxalic solution and 15 V for a mixture solution.

Morphology of AAO layer observations were performed using field emission scanning electron microscopy (FE-SEM) FEI Inspect F50, while the corrosion resistance of materials were investigated by means of polarization and EIS, and qualitative analysis of pore characteristics (pore diameters and densities) accomplished by ImagePro software.

The development of empirical equations using least square and response surface methods Integrated protection by conducting anodization at 0°C prior to cerium sealing in Al7075/SiC leads to the formation of cerium spherical deposit in the diameter of 64 nm (±3nm) which effectively covered most of the surface of oxide film as well as cavity. Moreover, this integrated protection enhanced four orders magnification of

corrosion resistance than that of bare composite due to interlock bonding between the layers.

The increasing of electrolyte concentration and temperature, as well as voltage and duration of anodizing in 0.3; 0.5; dan 0.7 M oxalic acid leads to the increasing of pore diameter in AAO surface. While, the addition of sulfuric acid in oxalic acid provides much smaller pore diameters and higher pore densities at lower voltages than single electrolyte of oxalic acid. In general, pore density is only dependent on pore diameter, which decreases with the increases of pore diameter. The empirical equations built in this research are :  $D_p = 0,140625 MVt + 0,33125 MV \cdot 523542 Mt + 35,64583 M \cdot 0,04006 Vt + 0,685764 V + 1,792431 t \cdot 42,5053$  (least square) and  $D_p = 33,3 \cdot 236,3 M \cdot 1,453 V + 0,3942 t + 7,60 MV$  (first order model)