



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH PERUBAHAN TEGANGAN DAN TEMPERATUR
TERHADAP PEMBENTUKAN LAPISAN OKSIDA PADA
PROSES ANODISASI SEDERHANA ALUMINUM FOIL
DALAM LARUTAN ASAM OKSALAT 0.2 M**

TESIS

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Magister Teknik (MT.)**

**MUHAMMAD ADYUTATAMA
0706173856**

**FAKULTAS TEKNIK
DEPARTEMEN METALURGI DAN MATERIAL
PROGRAM STUDI KOROSI DAN PROTEKSI LOGAM
DEPOK
JUNI 2009**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH PERUBAHAN TEGANGAN DAN TEMPERATUR
TERHADAP PEMBENTUKAN LAPISAN OKSIDA PADA
PROSES ANODISASI SEDERHANA ALUMINUM FOIL
DALAM LARUTAN ASAM OKSALAT 0.2 M**


TESIS

**MUHAMMAD ADYUTATAMA
0706173856**

**FAKULTAS TEKNIK
DEPARTEMEN METALURGI DAN MATERIAL
PROGRAM STUDI KOROSI DAN PROTEKSI LOGAM
DEPOK
JUNI 2009**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : MUHAMMAD ADYUTATAMA
NPM : 0706173856
Tanda Tangan : 
Tanggal : 26 Juni 2009

HALAMAN PENGESAHAN

Thesis ini diajukan oleh:

Nama : Muhammad Adyutatama
NPM : 0706173856
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Tesis : Pengaruh perubahan tegangan dan temperatur terhadap pembentukan lapisan oksida pada proses anodisasi sederhana aluminium foil dalam larutan asam oksalat 0.2 M

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Teknik pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material Fakultas Teknik, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Johnny Wahyuadi, DEA (



Pembimbing 2 : Ir. Andi Rustandi, MT (



Penguji 1 : Ir. Rini Riastuti, MSc (



Penguji 2 : Ir. Yunita Sadeli, MSc (



Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 9 Juli 2009

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik pada Departemen Metalurgi Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Ir. Johnny Wahyuadi M, DEA, dan Ir. Andi Rustandi, MT selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini;
2. Orang tua dan keluarga saya yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moral
3. Ibu Deswita, Bapak Aloma, dan Bapak Ardhi dari PTBIN;
4. Tigor dan Baim, dari CMPFA
5. Rekan sekaligus sahabat, Andre, Maburur dan Dewin serta rekan lainnya yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan tesis ini.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Depok, 20 Desember 2008

Penulis

LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Muhammad Adyutatama
NPM : 0706173856
Program Studi : Korosi dan Proteksi
Departemen : Teknik Metalurgi Material
Fakultas : Teknik Universitas Indonesia
Jenis karya : Tesis

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

Pengaruh perubahan tegangan dan temperatur terhadap pembentukan lapisan oksida pada proses anodisasi sederhana aluminium foil dalam larutan asam oksalat 0.2 M

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 26 Juni 2009

Yang menyatakan



Muhammad Adyutatama

ABSTRAK

Nama : Muhammad Adyutatama

Program Studi : Korosi dan Proteksi Logam

Judul : Pengaruh perubahan tegangan dan temperatur terhadap pembentukan lapisan oksida pada proses anodisasi sederhana aluminium foil dalam larutan asam oksalat 0.2 M

Perkembangan teknologi pelapisan logam dengan metode anodisasi sangat berkembang dewasa ini, sehingga penelitian dalam bidang anodisasi untuk aplikasi material porous juga mengalami perkembangan yang cepat. Proses anodisasi dengan material aluminium foil dilakukan dengan media larutan asam oksalat 0,2 M dilakukan dengan variasi terhadap temperatur dan tegangan menghasilkan lapisan oksida yang beragam. Tegangan yang diaplikasikan yaitu tegangan konstan 10, 40, dan 70 V dengan variasi temperatur 4, 22, dan 40 °C menghasilkan perbedaan tebal dan bentuk permukaan oksida pada permukaan aluminium foil.

Penggunaan tegangan yang tinggi dan temperatur yang rendah diharapkan menghasilkan lapisan aluminium oksida dengan pori yang berukuran kecil sehingga membran porous dapat dibentuk.

Pada pengamatan menggunakan SEM dengan perbesaran hingga 10000 X didapat garis gelap terang searah rolling. Garis yang berwarna gelap mengindikasikan lapisan porous yang telah tergerus. Pada potongan melintang didapat ketebalan lapisan aluminium oksida mulai dari 0,91 hingga 11,56 μm . Indikasi pori berukuran besar terlihat pada proses anodisasi dengan variasi temperatur 22 °C dengan tegangan 40 V yaitu sebesar 2 - 8 μm dengan tebal 8.81 μm dan pada variasi 40 °C dengan tegangan 10 V yaitu sebesar 400 nm dengan tebal 5,38 μm

Kata kunci: Anodisasi, Aluminium oksida, pori

ABSTRACT

Nama : Muhammad Adyutatama

Program Studi : Korosi dan Proteksi Logam

Judul : Effect of voltage and temperature alteration in oxide layer formation using simple anodizing process of aluminium foil in 0.2 M oxalic acid solution

The development of metal coating technology with anodizing method is unfolding now days, so that research in anodizing for applied as porous materials also flourish rapidly. Anodized process using aluminium foil materials with Oxalic acid solution 0.2 M have varieties in oxide layer result. Voltage that applied are constant voltage 10, 40, 70 V with different fix temperatures 4, 22, and 40 °C resulting difference oxide layer thickness in aluminium foil surface.

Using high voltage and low temperature, we expect that small oxide pore diameter is created, so porous membrane can be formed.

Observation using SEM up to 10000X magnification, the light and dark layer in the line of rolling direction is visible. Dark layer indicate porous layer that had been solute. In the cross section area, the aluminium oxide layers are observed resulting 0.91 to 11.56 µm thick. Wide pore indication had shown in 22 °C and voltage 40 V anodizing process is 2 - 8 µm wide and 8.81 µm thick and in 40 °C and voltage 10 V is 400 nm wide and 5.38 thick.

Keyword: Anodizing, Aluminium oxide, pore

DAFTAR ISI

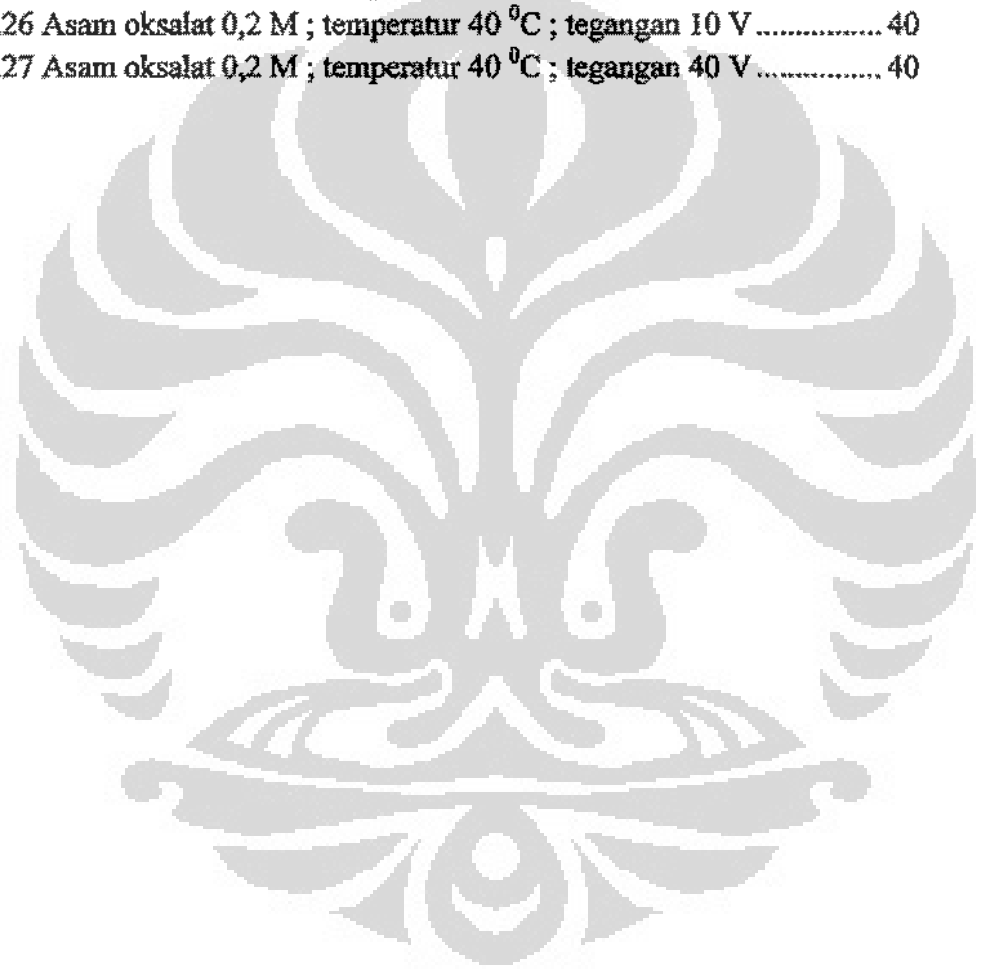
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	v
ABSTRAK.....	vi
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Ruang Lingkup Penelitian.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	2
1.5 Kegunaan Penelitian.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Aluminium.....	4
2.2 Anodisasi.....	5
2.3 Parameter Proses Anodisasi.....	9
2.3.1 Lamanya Proses Anodisasi (waktu).....	9
2.3.2 Jenis dan Konsentrasi Larutan Elektrolit.....	9
2.3.3 Temperatur.....	11
2.3.4 Tegangan dan rapat arus.....	13
2.4 Proses Pembentukan Lapisan Oksida.....	13
2.5 Asam Oksalat.....	17
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....	20
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	20
3.2 Alat Dan Bahan.....	21
3.3 Prosedur Penelitian.....	22
3.3.1 Pembuatan Cangkang Penahan Sampel.....	22

3.3.2	Pembuatan dan Preparasi Sampel	23
3.3.3	Persiapan Larutan.....	23
3.3.4	Penyusunan Rangkaian	24
3.3.5	Pengamatan dan Pengujian.....	25
BAB 4 HASIL PENGUJIAN DAN PEMBAHASAN.....		27
4.1	Kondisi Pengujian.....	27
4.2	Pengamatan Visual	28
4.2.1	Temperatur pengujian 4 °C	29
4.2.2	Temperatur Pengujian 22 °C	31
4.2.3	Temperatur Pengujian 40 °C	32
4.2.4	Pengamatan SEM	33
5	BAB 5 PENUTUP.....	41
5.1	Kesimpulan.....	41
5.2	Saran	41
DAFTAR REFERENSI.....		42

DAFTAR GAMBAR

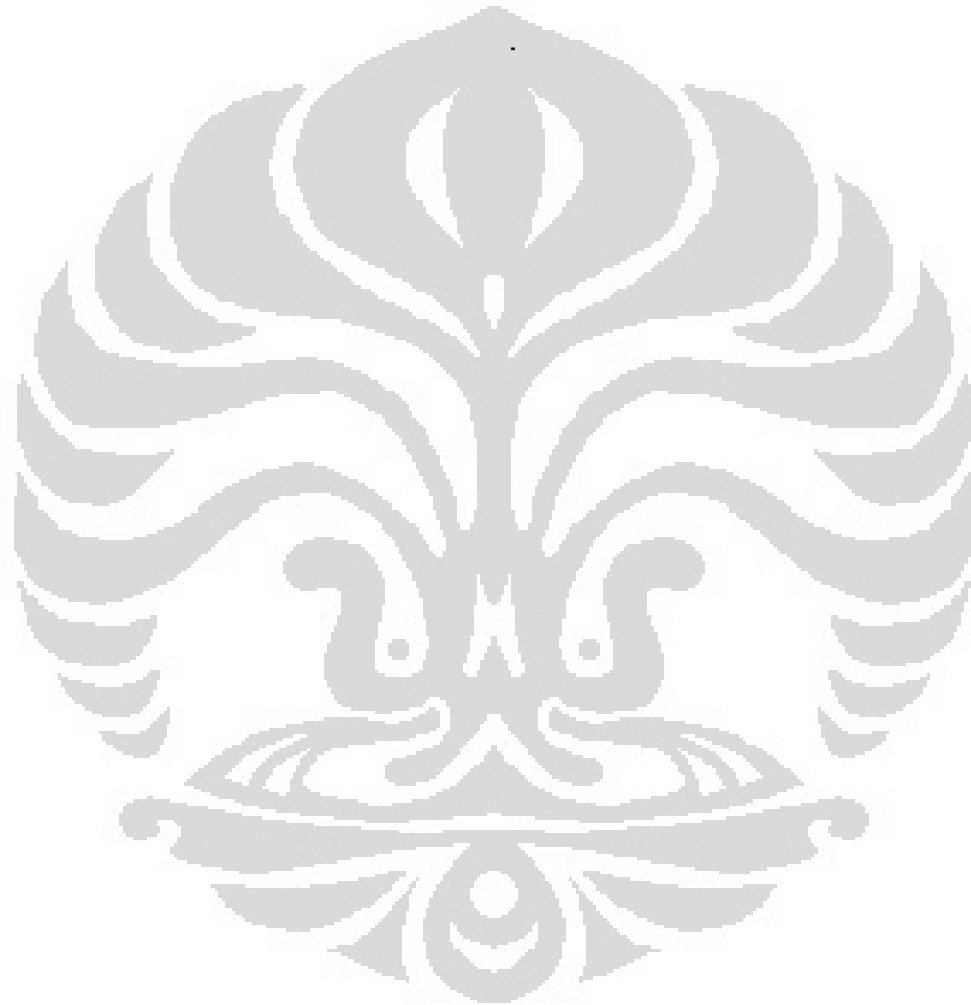
Gambar 2.1 Diagram pourbaix aluminium	5
Gambar 2.2 Struktur anodisasi pada aluminium	7
Gambar 2.3 Foto SEM pori aluminium oksida dengan diameter 58 nm, anodisasi dengan asam fosfat ; a) perbesaran rendah ; b) perbesaran tinggi	7
Gambar 2.4 Beberapa parameter yang mempengaruhi diameter pori	10
Gambar 2.5. Pengaruh konsentrasi asam oksalat terhadap diameter pori	11
Gambar 2.6 Pengaruh temperatur terhadap: (atas) kekerasan, (tengah) ketahanan aus, (bawah) diameter pori.....	12
Gambar 2.7 Tahapan pembentukan lapisan oksida, (1) pembentukan barrier layer, (2) awal pembentukan pori / inisiasi pori, (3) pori mulai terbentuk dan berkembang (4) Pori yang terbentuk semakin stabil	14
Gambar 2.8. Transportasi ion lewat lapisan oksida	15
Gambar 2.9 Potongan melintang membran alumina yang sebelumnya dilakukan elektropolishing pada substrat aluminium ; (a) Permukaan yang seperti kaca ; (b) Permukaan dengan <i>residual defect</i> . Kondisi anodisasi : 0,4 M H ₃ PO ₄ , 160 V, 16 °C.....	16
Gambar 2.10 Asam oksalat	18
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.....	20
Gambar 3.2 Cangkang penahan sampel (a) tampak atas ; (b) tampak samping ; (c) cangkang dengan sampel.....	22
Gambar 3.3 Asam Oksalat	24
Gambar 3.4 Susunan rangkaian sel proses anodisasi.....	25
Gambar 3.5 Foto rangkaian sel anodisasi.....	25
Gambar 3.6 Sampel setelah dicoating dengan emas	26
Gambar 3.7 SEM.....	26
Gambar 4.1 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 10 V	29
Gambar 4.2 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 40 V	29
Gambar 4.3 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 40 V	30
Gambar 4.4 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 70 V	30
Gambar 4.5 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 90 V	30
Gambar 4.6 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 10 V ..	31
Gambar 4.7 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 40 V ..	31
Gambar 4.8 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 70 V ..	31
Gambar 4.9 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 90 V ..	32
Gambar 4.10 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 10 V	32
Gambar 4.11 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 40 V	32
Gambar 4.12 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 70 V	33
Gambar 4.13 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 10 V .	34
Gambar 4.14 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 40 V .	34

Gambar 4.15 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 70 V .	35
Gambar 4.16 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 10 V	35
Gambar 4.17 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 40 V	36
Gambar 4.18 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 70 V	36
Gambar 4.19 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 10 V	36
Gambar 4.20 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 40 V	36
Gambar 4.21 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 4 °C ; tegangan 40 V	38
Gambar 4.22 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 4 °C ; tegangan 70 V	38
Gambar 4.23 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 22 °C ; tegangan 10 V	39
Gambar 4.24 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 22 °C ; tegangan 40 V	39
Gambar 4.25 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 22 °C ; tegangan 70 V	39
Gambar 4.26 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 40 °C ; tegangan 10 V	40
Gambar 4.27 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 40 °C ; tegangan 40 V	40



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Warna oksida pada larutan dan paduan aluminium tertentu	8
Tabel 4.1. Ketebalan lapisan oksida hasil anodisasi asam oksalat 0,2 M	37



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi berbasis nano telah mengalami perkembangan yang sangat pesat karena kebutuhan akan material dengan performa yang lebih baik terus meningkat. Salah satu material teknologi nano yang menarik perhatian untuk dikaji adalah aluminium karena dapat membentuk *anodic porous alumina* yang memiliki sifat khas yaitu keteraturan strukturnya yang terbentuk [1]. Struktur nano yang terbentuk tersebut dapat diatur sehingga *anodic porous alumina* dapat menjadi material awal untuk berbagai aplikasi seperti *quantum-dot array*, material magnet, dan *photocatalysts*. [2]

Anodic porous alumina juga digunakan dalam sektor yang sederhana dan inovatif. Salah satu penggunaannya adalah sebagai membran untuk penyaringan mikro dalam lingkungan yang agresif, menggantikan membran polimer, dan sebagai tempat kabel nano baik yang berbahan logam maupun semi konduktor dimana keteraturan struktur sangat diperlukan [3]. Selain itu teknologi membran ini dapat diaplikasikan pada baterai rechargeable Li [4].

Pembuatan *anodic porous alumina* dapat dilakukan dengan proses elektrokimia yang melibatkan oksidasi anodik dari lembaran aluminium murni sehingga didapatkan lapisan alumina yang *porous*. Oksidasi anodik aluminium, pada larutan asam tertentu menghasilkan lapisan dengan baris struktur sel alumina yang seragam berbentuk hexagonal close packed. Setiap sel mengandung *pore* yang melingkar. Lapisan ini berhubungan dengan lapisan alumina yang tidak *porous* bersebelahan dengan substrat alumina. Dengan pemilihan yang tepat pada kondisi proses maka lapisan dengan diameter 1 hingga 250 nm dan ketebalan lapisan sampai 200 μm dapat dibentuk. [1]

State of the art dari penelitian tentang pembuatan lapisan *anodic porous alumina* menggunakan asam oksalat adalah bagaimana mengatur proses dan

variable proses anodisasi yang menentukan seperti misalnya jenis dan komposisi elektrolit, tegangan dan rapat arus, temperatur proses agar didapat struktur *honeycomb* dengan ukuran pori nanometer. Penelitian mengenai tema ini telah banyak dilakukan jika dilihat dari banyaknya jurnal penelitian yang membahas tentang lapisan porous alumina, oleh sebab itu dilakukan studi literatur mengenai perkembangan penelitian tersebut.

1.2 Rumusan Masalah

Proses anodisasi adalah proses yang bergantung pada berbagai variabel seperti paduan aluminium yang digunakan, konsentrasi larutan asam yang digunakan, waktu, temperatur, rapat arus, tegangan, pengadukan, dan lain sebagainya. Banyaknya variabel yang mempengaruhi hasil anodisasi merupakan kajian yang menarik untuk menentukan kondisi optimal proses anodisasi sehingga struktur yang berukuran nano dapat terbentuk. Pada penelitian ini variabel yang dibuat tetap adalah waktu anodisasi dan konsentrasi larutan asam oksalat.

1.3 Ruang Lingkup Penelitian

Penelitian ini dibatasi pada logam aluminium murni tipe 1000 yang dipasaran dikenal sebagai *aluminium foil* dalam larutan asam oksalat 0,2 M dengan variasi temperatur dan tegangan dalam skala laboratorium:

Variasi temperatur yang digunakan adalah: 4, 22, dan 40 °C.

Variasi tegangan yang diberikan adalah: 10, 40, dan 70 V

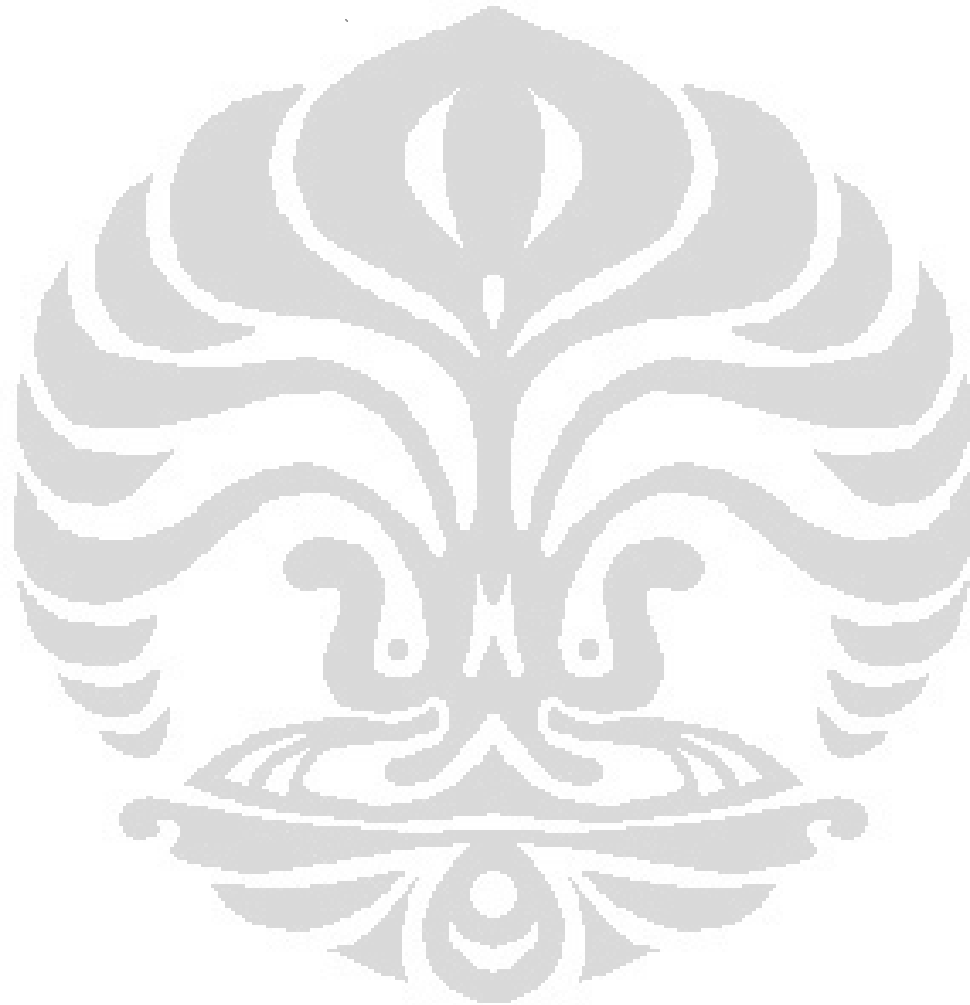
Pengujian yang dilakukan adalah foto SEM dan pengukuran ketebalan lapisan alumina.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah membuat lapisan *anodic porous alumina* yang dapat diaplikasikan sebagai membran maupun sebagai tempat semikonduktor, selain untuk kebutuhan dekoratif seperti pewarnaan yang lebih baik.

1.5 Kegunaan Penelitian

Kegunaan penelitian ini yaitu dapat membuat material berstruktur nano dengan teknologi yang murah sehingga dapat diaplikasikan dalam industri berskala kecil.



BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Aluminium

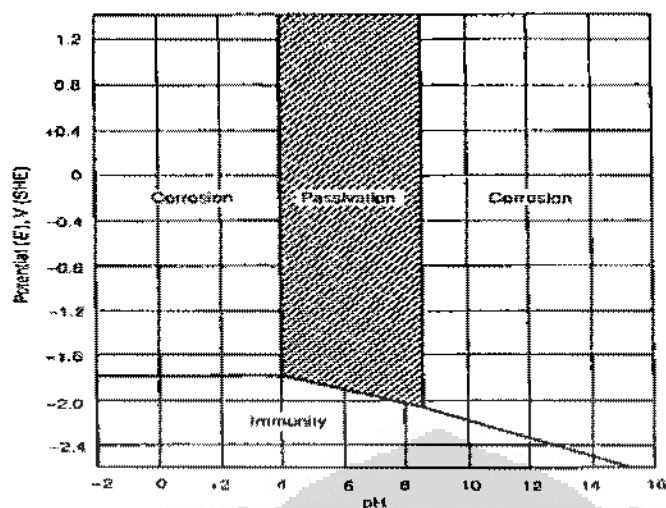
Aluminium pada sistem periodik berada pada golongan III A dan periode 3 yang memiliki nomor atom 13 dan temperatur lebur 660 °C. logam ini memiliki struktur kristal face centered cubic (FCC) sehingga bersifat ductile dan mudah difabrikasi. Aluminium memiliki massa jenis yang rendah yaitu 2,57-2,95 gr/cm³ sehingga lebih ringan bila dibandingkan dengan tembaga, besi, dan kuningan dan lebih berat bila dibandingkan dengan Titanium dan Magnesium. [5]

Aluminium jika berada pada lingkungan atmosfer sangat tahan terhadap korosi, hal ini disebabkan oleh kemampuan aluminium untuk membentuk lapisan oksidanya. Kemampuan aluminium untuk membentuk lapisan pasif dalam bentuk oksidannya disebabkan karena aluminium mudah teroksidasi karena pengaruh reaksi energi bebas yang cukup tinggi. Lapisan oksida ini memiliki ketebalan antara 0,1 – 0,4 x 10⁻⁶ inchi atau 0,25 – 1 x 10⁻² mikron. Berdasarkan diagram pourbaik Lapisan oksida ini akan tetap stabil pada kondisi pH antara 4,5 sampai 8,5 [6]. Berdasarkan sifat aluminium yang ringan, tahan korosi, mudah difabrikasi, maka aluminium banyak digunakan, dikembangkan dan diaplikasikan pada dunia industri, pesawat terbang, arsitektural dan otomotif.

Logam aluminium memiliki nilai keelektropositifan yang cukup tinggi, sehingga ia akan dapat dengan mudah bereaksi dengan oksigen dan membentuk lapisan oksida yang tipis pada permukaannya melalui reaksi sebagai berikut:



Lapisan oksida pada permukaan aluminium dapat juga dihasilkan dengan melalui proses kimia dan proses elektrokimia. Salah satu proses yang biasa digunakan untuk menghasilkan lapisan oksida ini adalah proses pelapisan anodik atau yang biasa dikenal dengan proses anodisasi yaitu pembentukan lapisan oksida berpori yang bersifat *inert* melalui proses elektrokimia.



Gambar 2.1 Diagram pourbaix aluminium [6]

2.2 Anodisasi

Anodisasi adalah proses pasivasi elektrolitik yang digunakan untuk meningkatkan ketebalan dari lapisan oksida alami pada permukaan logam. Logam yang dapat dianodisasi adalah logam yang secara alami cepat membentuk lapisan oksida dari logam tersebut dimana lapisan tersebut stabil pada lingkungan netral sehingga ketebalan lapisan tersebut dapat ditambah dengan proses pasivasi elektrolit. Pada aluminium lapisan oksida secara alamiah akan terbentuk ketika logam tersebut terekspos dengan udara. Lapisan oksida alamiah ini memiliki ketebalan sekitar 1×10^{-6} inch [7].

Pada proses anodisasi, logam ditempatkan pada anoda sehingga mengalami reaksi oksidasi yang menghasilkan lapisan oksida. Anodisasi meningkatkan ketahanan korosi dan aus suatu material dan menghasilkan kemampuan adhesi yang lebih baik untuk cat primer dan lem dibandingkan dengan material *bare*. [8] Pada anodisasi aluminium dengan asam oksalat dan malonic ketebalan lapisan oksida lebih tebal ~1,3 – 1.4 kali dibandingkan dengan logam yang bereaksi untuk membentuk lapisan tersebut. [9] Secara umum proses anodisasi bertujuan untuk: [10]

1. Meningkatkan ketahanan aus (*wear resistant*) / *durability*

Ketebalan lapisan oksida yang dihasilkan pada proses *hard anodizing* sekitar 25 mikron hingga 100 mikron. Dimana lapisan oksida (Al_2O_3) ini sangat keras, nilai kekerasan sebanding dengan *sapphire* atau paling keras setelah intan.

Dengan kekerasan dan ketebalan lapisan oksida seperti tersebut diatas maka cocok untuk diaplikasikan pada kondisi yang membutuhkan ketahanan abrasi tinggi.

2. Meningkatkan ketahanan korosi

Lapisan oksida yang terbentuk pada permukaan logam bertindak sebagai penghalang (*barier*) sehingga dapat melindungi logam yang ada dibawahnya dari serangan korosi pada lingkungan yang korosif seperti pada lingkungan atmosfer dan air garam.

3. Dekorasi / tampilan

Lapisan oksida yang terbentuk pada permukaan logam memiliki tampilan yang mengkilap, sehingga pada aluminium tampilan oksida alami sangat diinginkan. Selain itu, lapisan oksida yang dihasilkan dapat diberi warna dengan metode yang berbeda. Pewarnaan organik akan diserap pada lapisan porous sehingga menghasilkan warna tertentu dan pigmen mineral yang mengendap di dalam porous akan menghasilkan warna yang stabil.

Secara umum lapisan oksida hasil dari proses anodisasi memiliki karakteristik sebagai berikut [11] [12]:

- Lapisan oksida sesuai dengan $\gamma\text{Al}_2\text{O}_3$. Pada larutan cair dengan temperatur 70°C atau lebih, oksida akan berekspansi dengan menyerap kristalisasi air sehingga membentuk monohidrat sampai trihidrat.
- Keras, Alumina (Al_2O_3) memiliki kekerasan sebanding dengan *sapphire*. Untuk kekerasan pada oksida yang terbentuk dengan larutan asam sulfat sekitar 230 HV
- Insulatif dengan tahanan spesifiknya sekitar $10 \Omega\cdot\text{cm}$ pada 1000

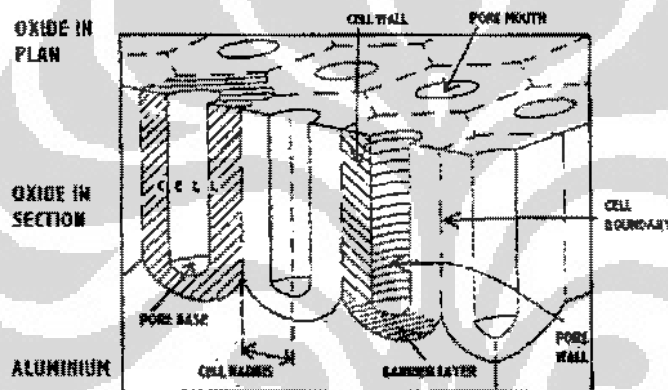
Volt dan tahan terhadap beban

- Transparan, indeks refraktifnya berkisar antara $n = 1,60$ sampai $1,65$
- *Amorphous*
- Tidak ada serpihan (*flake*) pada permukaan

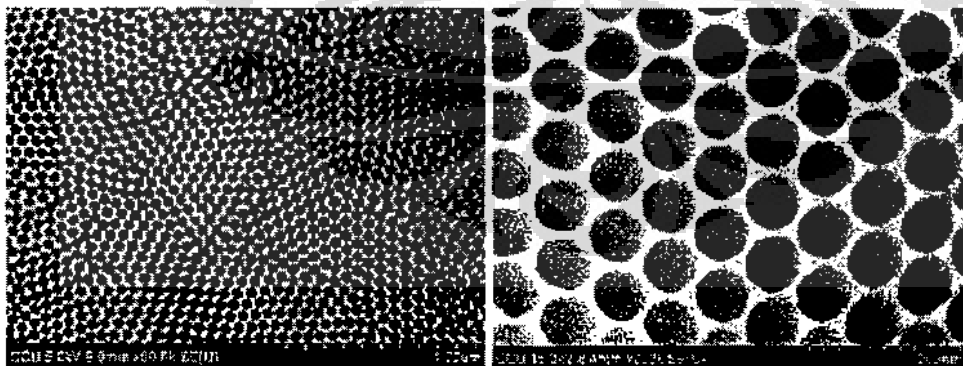
Oksida alumina juga memiliki sifat sebagai berikut: [13] [14]

- Struktur kristal hexagonal
- Konduktivitas listrik yang sangat kecil (isolator) yaitu $< 10^{-13} (\Omega\text{-m})^{-1}$
- Kekerasan 2100 knop Hardness (100 gram load)
- Modulus elastisitas 393 GPa
- Titik leleh yang tinggi $2050\text{ }^{\circ}\text{C}$

Struktur anodisasi dapat dilihat pada Gambar 2.2 dan 2.3.



Gambar 2.2 Struktur anodisasi pada aluminium [15]



a)

b)

Gambar 2.3 Foto SEM pori aluminium oksida dengan diameter 58 nm, anodisasi dengan asam fosfat ; a) perbesaran rendah ; b) perbesaran tinggi [2]

Pada kondisi tertentu, warna oksida yang terbentuk akan menunjukkan komposisi larutan yang digunakan, seperti asam oksalat yang akan menghasilkan lapisan oksida berwarna emas. [12] Beberapa warna oksida yang dihasilkan oleh larutan pengoksidasi pada paduan aluminium tertentu dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Warna oksida pada larutan dan paduan aluminium tertentu [12]

ALLOY	SULPHURIC ACID	OXALIC ACID	SULPHONIC ACID
1100-H	Silver	Dark Yellow	Brown Grey
3003-H	Beige	Pinky Grey	Black
4043-H	Grey Black	Green Black	Grey Black
5052-O	Green Yellow	Yellow	Light Brown
5356-O	Light Grey	Dark Yellow	Grey Brown
5083-O	Dark Grey	Grey Brown	Black
6061-T6	Light Yellow	Grey Yellow	Dark Brown
6063-F	Silver	Grey Yellow	Light Brown

Secara umum, proses anodisasi dibagi menjadi tiga tipe [16]:

1. Tipe I

Tipe ini menggunakan asam kromat sebagai larutan elektrolitnya. Proses ini menghasilkan lapisan oksida yang relatif tipis sekitar 0,5 - 2,5 μm . Proses ini sangat direkomendasikan untuk membuat lapisan pada part dengan design yang rumit karena sifat elektrolitnya yang relatif tidak korosif. Konsentrasi asam kromat yang digunakan adalah sekitar 3 - 10% berat.

2. Tipe II

Tipe ini adalah tipe yang paling sering digunakan dengan asam sulfat sebagai larutan elektrolitnya. Proses ini dapat menghasilkan lapisan oksida hingga 25 μm . Konsentrasi asam sulfat yang digunakan adalah sebesar 12 - 20% berat.

3. Tipe III

Tipe ini juga menggunakan asam sulfat sebagai larutan elektrolitnya dengan temperatur rendah yaitu antara 0 - 10 $^{\circ}\text{C}$. Lapisan yang dihasilkan

umumnya lebih keras (kekerasan Rockwell-C mencapai 70) dan lebih berat daripada proses yang lain. Proses ini menghasilkan ketahanan korosi dan ketahanan abrasi yang baik. Lapisan oksida yang dihasilkan mencapai 100 μm .

Larutan sisa proses anodisasi dapat digunakan kembali jika kandungan Al^{3+} dalam larutan tidak lebih dari 20 g/L, sehingga lapisan akan rusak dan voltase tegangan akan naik. Penggantian larutan atau penyaringan untuk mengurangi kandungan Al^{3+} dapat dilakukan. [12]

2.3 Parameter Proses Anodisasi

Proses anodisasi dipengaruhi oleh beberapa hal yaitu:

1. Lamanya proses anodisasi (waktu)
2. Jenis dan konsentrasi larutan elektrolit
3. Temperatur
4. Tegangan dan rapat arus
5. Jenis Paduan

Variabel yang mempengaruhi ukuran pori dapat dilihat pada Gambar 2.4.

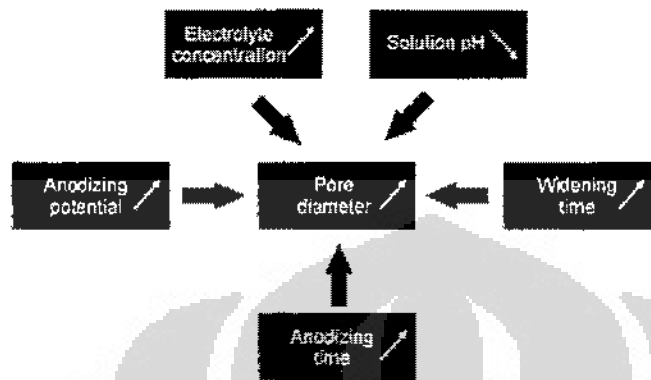
2.3.1 Lamanya Proses Anodisasi (waktu)

Waktu anodisasi yang semakin lama menyebabkan bertambah tebalnya lapisan oksida hasil anodisasi. Semakin tebalnya lapisan oksida disebabkan oleh semakin banyaknya Al yang bereaksi membentuk oksida.

2.3.2 Jenis dan Konsentrasi Larutan Elektrolit

Jenis larutan elektrolit yang digunakan dalam proses anodisasi sangat berpengaruh terhadap sifat lapisan oksida yang terbentuk. Larutan yang cenderung tidak melarutkan dengan pH mendekati netral (5-7) menghasilkan lapisan oksida tanpa pori seperti asam borat, ammonium borat, dan ammonium tartrate. Sedangkan larutan yang cenderung melarutkan dengan pH rendah akan menghasilkan lapisan berpori seperti asam sulfat, asam oksalat, asam kromat,

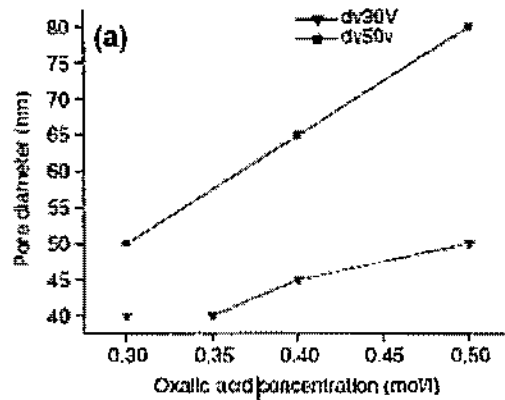
dan asam phosphate. Asam sulfat dan asam oksalat biasanya digunakan untuk pembentukan lapisan dengan keteraturan pori yang tinggi.



Gambar 2.4 Beberapa parameter yang mempengaruhi diameter pori [17]

Konsentrasi larutan elektrolit akan berpengaruh terhadap diameter pori. Peningkatan konsentrasi larutan elektrolit akan memperbesar diameter pori hal ini dikarenakan konsentrasi larutan yang tinggi akan mempermudah proses pelarutan lapisan oksida. Namun peningkatan konsentrasi larutan juga akan mempercepat proses pembentukan lapisan oksida. Contoh pengaruh konsentrasi larutan dapat dilihat pada Gambar 2.5.

Kecepatan tumbuhnya lapisan oksida hasil anodisasi pada larutan asam dengan konsentrasi dan kondisi yang sama akan berkurang dengan susunan sebagai berikut: chromic > sulfuric > phosphoric > citric > tartaric > oxalic acid. Densitas dan lebar pori berkurang dengan urutan sebagai berikut: oxalic > tartaric > citric > phosphoric > sulfuric [18].

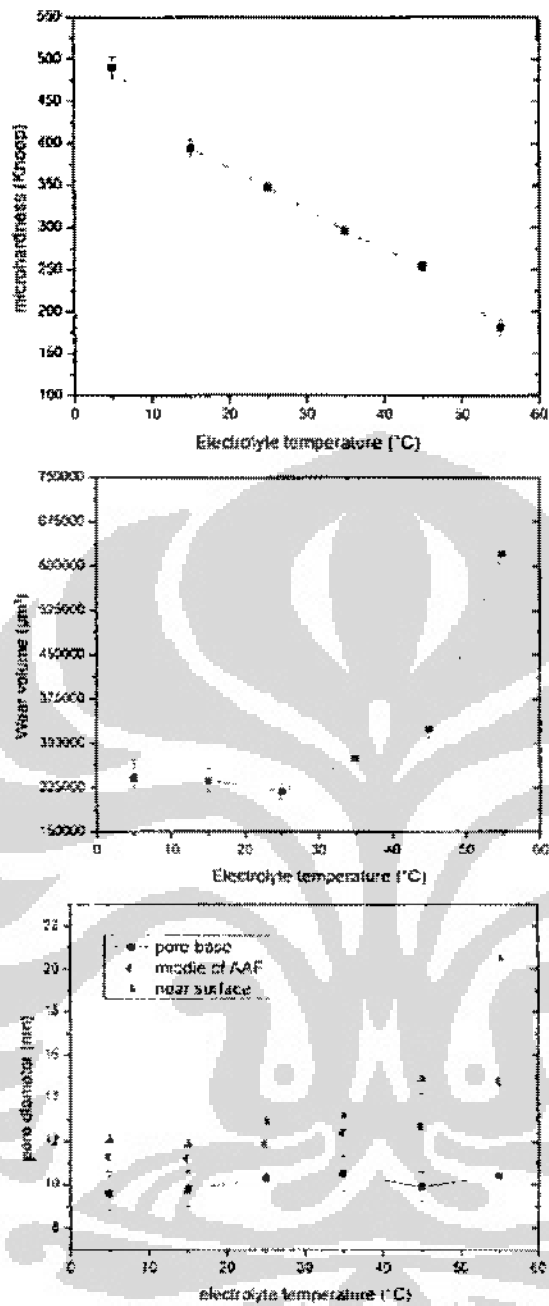


Gambar 2.5. Pengaruh konsentrasi asam oksalat terhadap diameter pori [19]

2.3.3 Temperatur

Temperatur merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi kualitas lapisan oksida yang dihasilkan. Semakin rendah temperatur dari larutan elektrolit yang digunakan maka lapisan oksida yang dihasilkan akan semakin keras dan memiliki pori dengan daya serap yang lebih rendah dibandingkan dengan lapisan oksida hasil pelapisan anodik dengan temperatur larutan elektrolit yang lebih tinggi. Peningkatan temperatur akan memperbesar diameter pori, terutama di daerah dekat permukaan. Selain itu temperatur juga mempengaruhi ketahanan aus dan kekerasan material. Hal ini dapat ditunjukkan pada Gambar 2.7.

Pada proses anodisasi reaksi pembentukan lapisan oksida bersifat eksotermik (melepas panas) sehingga akan terjadi peningkatan suhu elektrolit dan lapisan oksida yang dapat menyebabkan terjadinya pemanasan lokal (*local heating*). Kekerasan lapisan oksida akan menurun akibat adanya *local heating*, oleh karena itu dilakukan *agitasi* pada elektrolit supaya panas yang dihasilkan dari reaksi eksotermis dapat diminimalisasi



Gambar 2.6 Pengaruh temperatur terhadap: (atas) kekerasan, (tengah) ketahanan aus, (bawah) diameter pori [20]

2.3.4 Tegangan dan rapat arus

Pada peningkatan tegangan maka rapat arus akan meningkat, dan sebaliknya. [17] Pada tegangan tinggi maka rapat arus juga semakin meningkat dan temperatur juga akan ikut meningkat [21]. Peningkatan tegangan akan meningkatkan ketebalan lapisan oksida [20] [22]. Namun hal ini hanya akan terjadi hingga suatu titik maksimal yang berbeda-beda, tergantung kondisi larutan dan faktor faktor lain yang mempengaruhi. Setelah melewati titik maksimal, tegangan akan terlalu tinggi dan menyebabkan lapisan oksida menjadi rusak dan mengalami *burning* [19].

Ketebalan barrier layer juga dipengaruhi oleh tegangan yang diberikan. Ketika proses anodisasi selesai dengan variabel yang sudah ditentukan sebelumnya, ketebalan barrier layer akan berubah sesuai dengan voltase sel yang baru, hal ini dinamakan "*recovery*". Jadi ketika proses anodisasi telah selesai, arus harus segera dimatikan sehingga tidak terjadi penurunan arus berkala yang mengakibatkan menipisnya barrier layer. Pada kondisi operasi dengan voltase DC, ketebalan barrier layer pada umumnya sekitar 1,1 sampai 1,4 nm/Volt, semakin tinggi voltase yang diaplikasikan, barrier layer akan semakin tebal. Ketika dilakukan *hard anodizing* atau anodisasi menggunakan asam organik, potensial yang lebih tinggi akan ditemukan. [12]

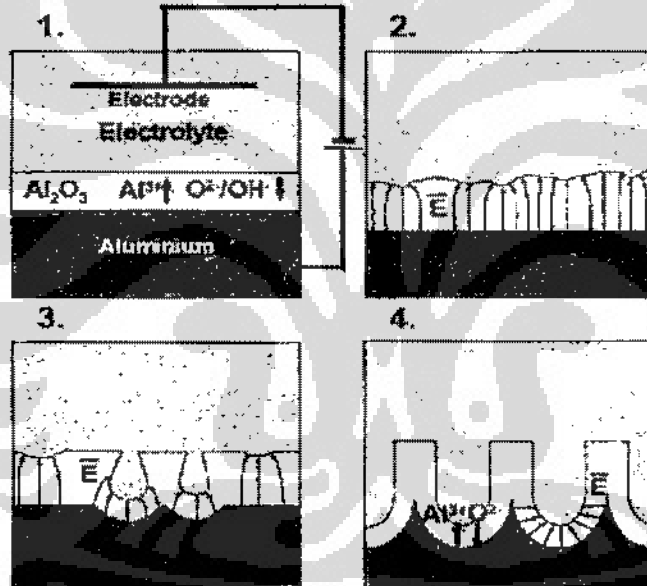
2.4 Proses Pembentukan Lapisan Oksida

Proses terbentuknya lapisan oksida dapat dibagi menjadi 4 tahap yaitu: [15] [12]

1. Penebalan barrier layer yang ditandai dengan penurunan arus yang mengalir. *Barrier layer* ini merupakan lapisan oksida aluminium yang menebal akibat adanya reaksi oksidasi pada permukaan logam. Akibat adanya penebalan maka hambatan yang ditimbulkan menjadi lebih besar. Hal itulah yang menimbulkan penurunan arus selama pembentukan *barrier layer*.
2. Setelah *barrier layer* menebal, mulai muncul benih-benih pori di dekat batas antara oksida dan larutan. Benih ini muncul karena lapisan oksida yang

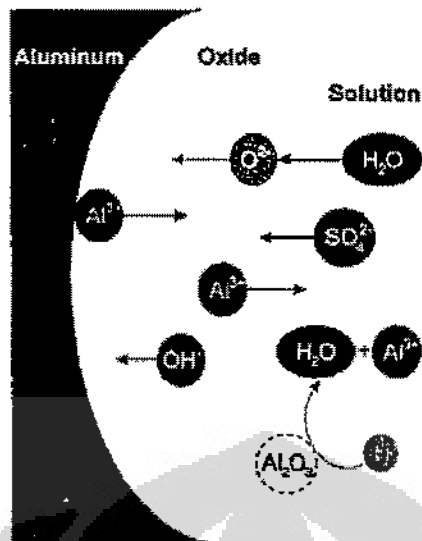
bersifat insulator dikenai voltase yang tinggi sehingga ketika rusak akan menimbulkan benih pori. Pada tahapan ini terjadi penurunan arus pada sistem dan akan mencapai titik minimum saat tahapan ini berhenti.

3. Inisiasi pori yang terbentuk menjadi awal pembentukan struktur oksida berpori. Larutan elektrolit masuk ke dalam pori sehingga pertumbuhan oksida terus berlanjut. Bentuk pori pada tahap ini tidak sempurna dan terjadi peningkatan arus yang mengalir pada sistem.
4. Arus yang mengalir pada sistem akan terus meningkat dengan semakin sempurnanya morfologi lapisan oksida. Peningkatan ini akan terjadi hingga pada suatu saat arus yang mengalir akan konstan saat struktur berpori telah terbentuk sempurna. Pertumbuhan oksida akan terjadi pada bagian dasar pori.



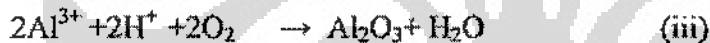
Gambar 2.7 Tahapan pembentukan lapisan oksida, (1) pembentukan barrier layer, (2) awal pembentukan pori / inisiasi pori, (3) pori mulai terbentuk dan berkembang (4) Pori yang terbentuk semakin stabil [15]

Proses pembentukan lapisan porous oksida tersebut selalu melibatkan proses pelarutan. Proses pelarutan inilah yang menyebabkan pertumbuhan pori. Tercapainya kondisi steady-state menyebabkan terjadinya kesetimbangan dinamis antara pembentukan dan pelarutan lapisan oksida.



Gambar 2.8. Transportasi ion lewat lapisan oksida [23]

Aluminium sebagai anoda yang bermuatan positif akan teroksidasi dengan reaksi:

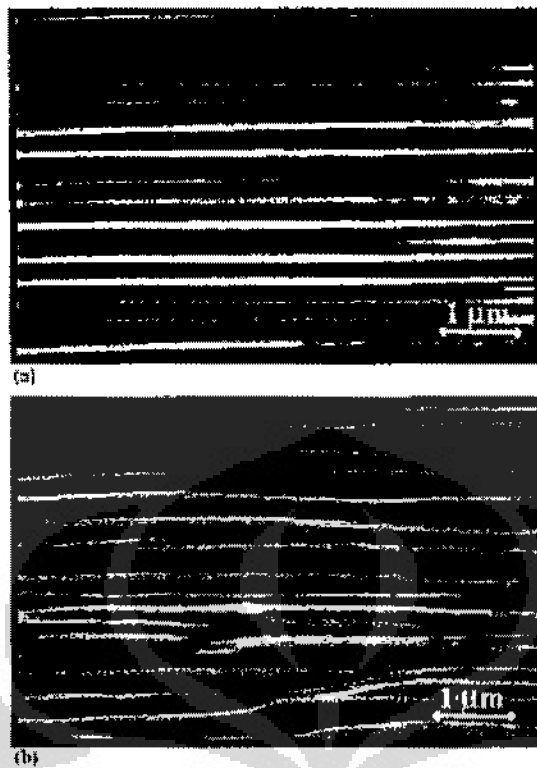


Sedangkan pada katoda (logam inert) terjadi reaksi:



Reaksi (iii) diatas akan menghasilkan lapisan Al^{3+} yang kemudian akan menjadi $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ seperti pada Gambar 2.7 yang bersifat pasif pada pH 4 sampai 8,5 seperti yang digambarkan pada diagram Pourbaix. Lapisan pasif yang terbentuk merupakan lapisan oksida yang stabil pada lingkungan air dan memiliki kontribusi yang cukup besar terhadap sifat tahan korosi dari logam aluminium.

Kehalusan permukaan aluminium yang dianodisasi menentukan bentuk pori oksida yang terbentuk, semakin halus permukaan aluminium maka pori yang terbentuk semakin lurus. [24] Sehingga electropolishing seringkali dilakukan pada permukaan yang dianodisasi untuk mendapatkan pori membran oksida yang lurus seperti digambarkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Potongan melintang membran alumina yang sebelumnya dilakukan elektropolishing pada substrat aluminium ; (a) Permukaan yang seperti kaca ; (b) Permukaan dengan *residual defect*. Kondisi anodisasi : 0,4 M H_3PO_4 , 160 V, 16 °C. [3]

Permukaan yang bebas dari kotoran dan lemak diperlukan dalam proses anodisasi karena dapat mempengaruhi ketahanan korosi aluminium dan proses anodisasi tersebut. Oleh sebab itu proses degreasing diperlukan sebelum dilakukan anodisasi. Adapun tahap persiapan sampel sebelum proses anodisasi secara umum dibagi menjadi:

1. Pengamplasan

Pengamplasan bertujuan untuk menghasilkan permukaan yang halus dan rata. Hal ini sangat penting untuk mendapatkan lapisan oksida yang baik dengan permukaan logam yang rata. Pengamplasan dilakukan dengan material abrasif seperti *silicon carbide* dengan berbagai tingkatan ukuran (*grid*), proses pengamplasan dilakukan bertahap dimulai dari ukuran yang kasar hingga halus.

2. Degreasing

Degreasing bertujuan untuk menghilangkan lemak atau kotoran-kotoran yang menempel pada permukaan logam yang akan dianodisasi. Larutan yang digunakan pada proses ini ialah larutan yang dapat melarutkan lemak seperti Natrium hidroksida (NaOH). Proses degreasing dapat dipercepat dengan memanaskan larutan tersebut pada temperatur 60-80°C. Reaksinya dengan aluminium bersifat eksotermik, menghasilkan hidrogen dan sodium aluminat sehingga meningkatkan temperatur larutan [25]

3. Etsa (*Etching*)

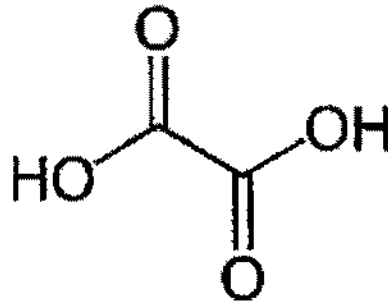
Etsa bertujuan untuk menghilangkan lapisan tipis yang terdapat pada permukaan aluminium sehingga permukaan aluminium terlihat kesat (*matte*). Pada proses etsa ini larutan yang digunakan yaitu natrium hidroksida (NaOH) pekat.

4. Dessmutting

Dessmutting adalah proses pengendapan paduan pengotor seperti Si, Mg, Fe, dan Cu pada permukaan. Proses ini terjadi ketika aluminium dietsa dengan larutan alkali (NaOH), permukaan aluminium menjadi berwarna abu-abu hingga hitam. Warna hitam yang melekat pada permukaan disebut dengan "smutt". Smutt terjadi ketika paduan pengotor tersebut yang berada di dalam aluminium terdeposit pada permukaan [26]. Untuk menghilangkan smutt atau partikel-partikel oksida logam lain yang terdeposit pada permukaan logam maka digunakan asam nitrat 25-30% berat dengan kondisi temperatur kerja pada suhu kamar selama 2-3 menit.

2.5 Asam Oksalat

Asam oksalat adalah senyawa kimia dengan rumus $H_2C_2O_4$. Asam dikarbolik ini lebih baik digambarkan dengan rumusan $HOCCOOH$. Asam ini termasuk asam organik yang cukup kuat, yaitu sekitar 3000 kali lebih kuat jika dibandingkan dengan Asam asetat. Di-anion, yang dikenal dengan oksalat, juga merupakan agen pereduksi seperti ligan. Banyak ion logam membentuk endapan yang tidak larut pada asam ini, contohnya seperti Kalsium oksalat. Gambar molekul Asam Oksalat dapat dilihat pada Gambar 2.10. [27]



Gambar 2.10 Asam oksalat [27]

Proses anodisasi dengan Asam oksalat telah banyak digunakan di Jerman dan Jepang sejak tahun 1939 [24], tetapi sekarang jarang digunakan.

Anodisasi menggunakan asam oksalat menyerupai anodisasi dengan asam sulfat dengan sedikit perbedaan yang jelas pada sifat asam. Asam oksalat tidak menyerang dan melarutkan oksida yang dibentuk seagresif asam sulfat. Pelarutan yang lebih rendah ini mengizinkan pembentukan oksida yang tebal (~2mils) dengan mudah pada temperatur ambient, lapisan oksida yang terbentuk juga lebih padat, dan bentuk permukaan oksidanya yang lebih halus dibandingkan dengan menggunakan asam sulfat. [28]

Penggunaan asam oksalat sebagai larutan pengoksidasi dapat memberikan warna perunggu hingga emas. Hal ini disebabkan oleh bergabungnya oksalat ke dalam oksida. Ion chloride tidak boleh melebihi 20 ppm karena dapat menyebabkan pitting. Kandungan aluminium pada larutan tidak boleh melebihi 2,5 g/L. Sekitar 0,13-0,14 g/A.h asam oksalat digunakan ketika 0,08 – 0,09 g/A.h ion aluminium larut dalam larutan. Karena asam oksalat tidak terlalu korosif, anodisasi dengan asam oksalat dapat digunakan pada bagian dengan *crevices* dan sambungan. Contoh proses anodisasi menggunakan asam oksalat adalah proses *Eloxal* yang dikembangkan di Jerman dan proses *Alcanodox* yang dikomersialisasi oleh Alcan. [28]

Proses anodisasi dengan asam oksalat dapat dilakukan dengan menggunakan polypropylene sebagai bejananya. Aluminium, stainless steel, titanium, timbal, dan grafit dapat digunakan sebagai material katoda.

Perbandingan 3:1 untuk anoda berbanding katoda menjadi pilihan yang tepat untuk anodisasi dengan asam oksalat. [28]

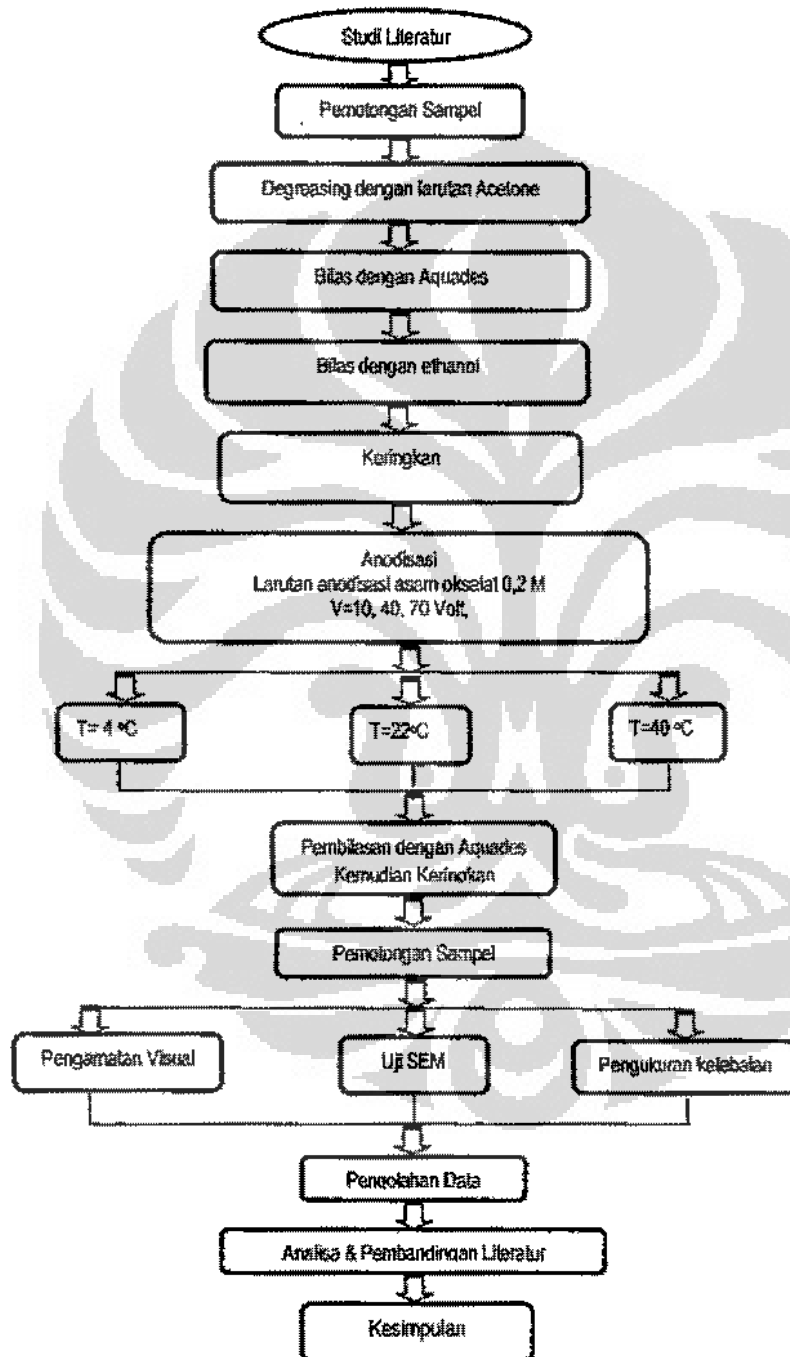
Konsentrasi dari elektrolit mempengaruhi tegangan anodisasi pada rapat arus yang diberikan, warna yang tidak melekat dan sifat hasil *coating*. Semakin tinggi konsentrasi, tegangan semakin rendah, dan warna semakin gelap. *Coating* yang dihasilkan menggunakan larutan asam oksalat dengan konsentrasi rendah biasanya memiliki ketahanan abrasi yang baik, tetapi diperlukan tegangan yang lebih tinggi.

Rapat arus yang tinggi memicu *coating* yang padat dengan warna gelap dan waktu anodisasi yang singkat tetapi membutuhkan tegangan yang tinggi. Konduktifitas asam oksalat akan meningkat dengan adanya peningkatan temperatur, sementara lapisan *coating* / oksida hasil anodisasi akan lebih cepat larut pada temperatur larutan yang tinggi dibandingkan dengan temperatur yang rendah. [28]

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.2 Alat Dan Bahan

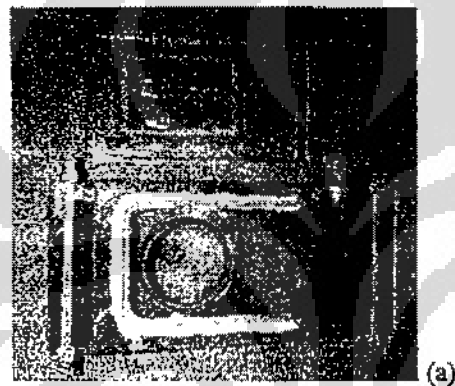
Peralatan dan bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah:

1. Aluminum Foil
2. Aseton
3. Alkohol
4. Asam Oksalat Pro Analysis
5. Resin dan hardener
6. Air Aquades
7. Coating Konduktif
8. Cangkang Sampel
9. Kertas amplas
10. Jangka sorong
11. Emission spectrometer
12. Scanning Electron Microscopy (SEM)
13. Rectifier tegangan max 150 V
14. Multitester (Volt meter dan Amper meter)
15. Desikator
16. Beaker Glass
17. Katoda Pb
18. Pengering
19. Stearer
20. Thermometer

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Pembuatan Cangkang Penahan Sampel

Penggunaan cangkang pada penelitian ini dimaksudkan untuk membatasi area paparan aluminium terhadap larutan oksidator sehingga aluminium foil yang mengalami anodisasi hanya pada satu sisi lembar sampel dengan area tertentu. Cangkang yang dipergunakan didesain untuk tidak bereaksi dengan larutan oksidator, oleh sebab itu dipilih cangkang berbahan acrylic dengan jendela papar sampel berbentuk lingkaran dengan luas. Skematis cangkang penahan sampel dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Cangkang penahan sampel (a) tampak atas ; (b) tampak samping ; (c) cangkang dengan sampel

3.3.2 Pembuatan dan Preparasi Sampel

Sampel yang akan dianodisasi dengan asam oksalat merupakan potongan aluminium foil dengan ukuran 13 cm X 3,5 cm sesuai dengan cangkang dudukan sampel. Area yang dipaparkan ke larutan hanya satu sisi dari lembar potongan aluminium foil dan membentuk area lingkaran dengan diameter 2,6 cm.

Preparasi yang dilakukan terhadap sampel sebelum ditempatkan di cangkang dan dioksidasi hanya bertujuan untuk menghilangkan pengotor dan lemak pada permukaan sampel, sehingga proses yang dilakukan adalah:

1. Degreasing dengan Aceton [18]
2. Pembilasan dengan Alkohol
3. Penghilangan uap air dengan aseton dan peralatan pengering.

3.3.3 Persiapan Larutan

Dalam penelitian ini larutan yang digunakan adalah asam oksalat dengan variabel tetap dari segi konsentrasi, dan variabel bebas pada segi temperatur dan tegangan pengujian. Konsentrasi larutan pada penelitian ini adalah 0.2 M. Pembuatan larutan dilakukan dengan melakukan pengenceran terhadap asam oksalat dengan perincian sebagai berikut:

BM asam oksalat = 126.07 g/mol

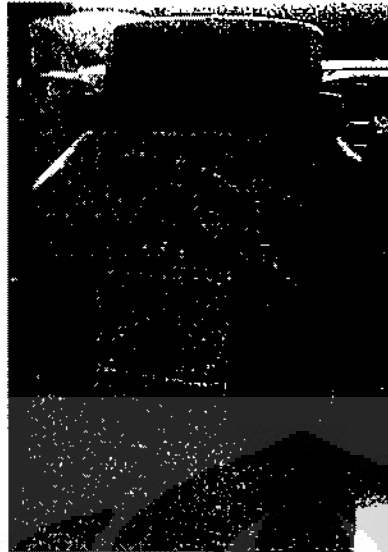
1mol H₂C₂O₄ = 126.07

Jadi berat yang dibutuhkan untuk membuat asam oksalat 2 M adalah:

$0,2 * 126,07 = 25,124$ gram

Pembuatan larutan dalam 1 liter larutan

Foto asam oksalat yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Asam Oksalat

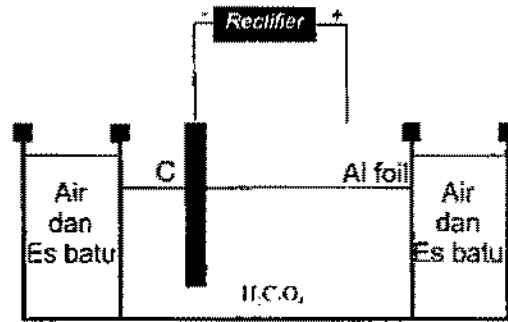
Setelah dilakukan pengenceran asam oksalat yang digunakan memiliki pH 3,8 ; hambatan 15,48 mS ; dan TDSnya sebesar 8,23.

Variasi temperatur larutan dilakukan dengan menempatkan beaker larutan ke dalam lemari pendingin sebelum dilakukan anodisasi serta ditempatkan di dalam bak yang telah dikelilingi dengan pecahan es untuk variasi temperatur rendah (4°C). Sementara temperatur tinggi dilakukan dengan pencelupan beaker larutan ke dalam wadah air yang sebelumnya telah dipanaskan sehingga didapat temperatur 40°C pada larutan penganodisasinya.

Untuk mendapatkan temperatur yang relatif seragam selama proses anodisasi, maka di dalam larutan juga dicelupkan thermometer sebagai indikator perubahan temperatur, yang mana jika terjadi perubahan, kemudian dilakukan penyesuaian dengan cara penambahan es di sekeliling beaker atau penggunaan air yang lebih panas di dalam wadah air. Untuk menghasilkan temperatur yang cukup homogen, dilakukan pengadukan dengan stirrer dengan kecepatan 200 rpm.

3.3.4 Penyusunan Rangkaian

Rangkaian disusun seperti pada Gambar 3.4 dan 3.5.



Gambar 3.4 Susunan rangkaian sel proses anodisasi



Gambar 3.5 Foto rangkaian sel anodisasi

3.3.5 Pengamatan dan Pengujian

Dalam penelitian ini target utama yang ingin diketahui dari sampel uji adalah pembentukan lapisan oksida yang terjadi serta ada atau tidak adanya pori pada lapisan oksida tersebut. Metode yang digunakan untuk menjelaskan hasil dari pengujian anodisasi yang dilakukan adalah dengan menggunakan pencitraan dengan focus dan perbesaran optic yang tinggi. Diharapkan dengan menggunakan piranti tersebut kemudian didapat perubahan pada sampel dalam skala mikro atau bahkan nano. Selain itu dengan metode ini juga dapat diketahui tebal penampang melintang dari sampel uji, sebagai indikator pembentukan lapisan oksida.

3.3.5.1 Pengujian Pencitraan SEM

Pencitraan SEM dilakukan dengan perbesaran rata-rata diatas 10,000 kali untuk mendapatkan indikasi terbentuknya pori pada permukaan lapisan oksida.

Pengujian dilakukan pada piranti SEM -- Jeol milik Badan Tenaga Atom Nasional yang memiliki perbesaran maksimum hingga 300,000 kali. Foto alat SEM dapat dilihat pada Gambar 3.7.

Sampel yang akan diuji dipreparasi dengan cara di coating menggunakan emas sehingga diharapkan ketika diuji material tidak mengalami *charging*. Contoh sampel hasil coating dapat dilihat pada Gambar 3.6.

Untuk melihat ketebalan lapisan oksida maka sampel dipotong melintang, dimounting dengan penguat baja pada kedua sisi aluminium sehingga lapisan oksida tidak rusak. Sisa guntingan dihilangkan dengan pengamplasan kecepatan rendah dan dengan kertas amplas #1500.



Gambar 3.6 Sampel setelah dicoating dengan emas



Gambar 3.7 SEM

BAB 4 HASIL PENGUJIAN DAN PEMBAHASAN

Hasil pengujian dan pembahasan merupakan pembahasan dari data yang didapat selama pengujian.

4.1 Kondisi Pengujian

Pada penelitian ini kondisi pengujian yang dilakukan berupa variabel tetap dan variabel berubah. Variabel tetap dari pengujian anodisasi ini adalah konsentrasi asam oksalat yaitu sebesar 0,2 M dan material yang dianodisasi yaitu aluminium tipe 1000. Penetapan konsentrasi asam oksalat sebesar 0,2 M berdasarkan penelitian Zhao, Jiang, Shi, Li, Zhao, & Du pada tahun 2007 dimana mereka melakukan penelitian pada konsentrasi 0,3 M sampai 0,5 M dengan interval 0,5 dan penelitian Bocchetta P. , Sunseri, Chiavarotti, & Quarto pada tahun 2003 yang menggunakan konsentrasi asam oksalat sebesar 0,15 M. Penggunaan variabel tetap 0,2 M pada pengujian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang perilaku oksida aluminium foil pada konsentrasi tersebut.

Variabel tetap waktu, yaitu 30 menit didasarkan pada percobaan sebelumnya yaitu penelitian Muhammad Anton Eka Sakti [29] pada tahun 2008 di Departemen Metalurgi dan Material menggunakan asam sulfat. Penetapan waktu yang sama diharapkan dapat diketahui perilaku lapisan oksida yang terbentuk pada asam sulfat oksalat.

Variabel berubah yaitu temperatur uji dan tegangan didasarkan pada penelitian Bocchetta P. , Sunseri, Chiavarotti, & Quarto pada tahun 2003, yang menggunakan potensiostat untuk pengaturan tegangan dari 0 hingga 70 V pada temperatur -1 hingga 16 °C. Pada penelitian yang kami lakukan, kami ingin mengetahui hasil pengujian dari penggunaan tegangan tetap yang diaplikasikan pada sampel aluminium foil pada temperatur tertentu.

4.2 Pengamatan Visual

Pada pengujian-pengujian dengan tegangan 10 V permukaan sampel secara visual mengalami kerusakan berupa lubang lubang kecil pada sampel. Hal ini terjadi karena pada voltase rendah kecepatan pembentukan oksida cukup rendah [25] sehingga pada daerah yang pembentukan lebih lambat karena pengaruh ketidakhomogenan material mengakibatkan terbentuknya lubang. Seiring dengan naiknya tegangan yang diaplikasikan warna oksida aluminium terlihat semakin jelas.

Kenaikan temperatur uji akan mempercepat reaksi kimia, sehingga proses pembentukan dan pelarutan lapisan oksida akan berjalan lebih cepat. Hal ini terjadi seperti pada pengujian dengan temperatur 40 °C dan tegangan 70 V, sampel uji telah berlubang. Hasil pengujian aluminium foil pada variasi temperatur dan tegangan yang lebih besar dari 22 °C dan 40 V sampel akan lebih getas sehingga akan patah jika ditekuk, hal ini menunjukkan terjadinya pembentukan oksida akan lebih banyak pada temperatur dan tegangan yang lebih tinggi.

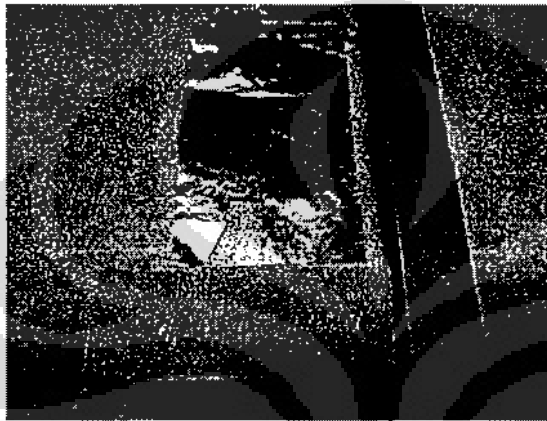
Dengan naiknya tegangan, panas yang dihasilkan pada saat oksidasi akan lebih tinggi, sehingga kontrol temperatur harus dijaga. Untuk membuktikan bahwa kenaikan tegangan akan mempercepat reaksi pembentukan oksida maka dilakukan pengujian pada tegangan 90 V dengan temperatur 4 °C. Waktu pengujian anodisasi hanya berlangsung selama 10 menit karena permukaan sampel sudah mengalami pelarutan pada daerah pinggir atas sehingga sampel ini akan habis jika diuji dengan waktu 30 menit.

Pada pengujian dengan tegangan yang lebih tinggi seperti pada sampel dengan variasi temperatur 4 °C dan tegangan 90 °C, warna alamiah kuning keemasan akan tampak pada permukaan sampel seiring dengan pertambahan temperatur, hal ini sesuai dengan literatur yang menyatakan bahwa warna alamiah akan muncul dengan jenis larutan yang digunakan. [12] Warna tersebut terjadi ketika pigmen oksalat meresap pada permukaan oksida yang berpori.

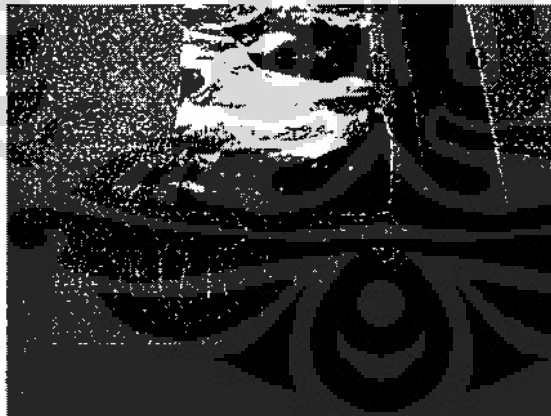
Semakin tinggi potensial maka permukaan lapisan sampel uji akan semakin jelas tertutup oleh oksida yang terbentuk. Karena proses pembentukan oksida akan berlangsung lebih cepat pada potensial yang tinggi. [20]

Pengamatan visual pada sampel setelah mengalami proses anodisasi dapat dilihat pada gambar berikut.

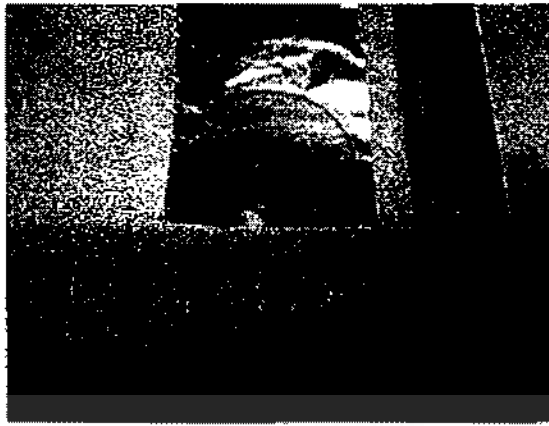
4.2.1 Temperatur pengujian 4 °C



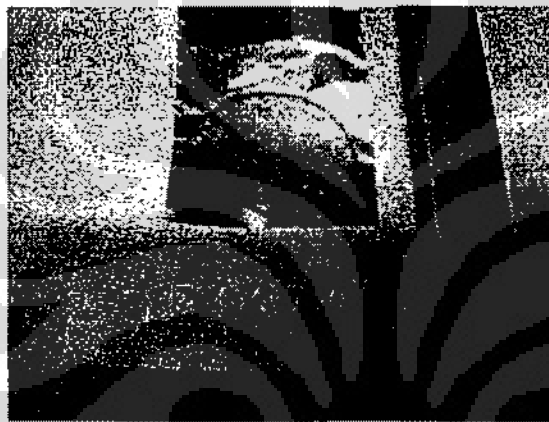
Gambar 4.1 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 10 V



Gambar 4.2 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 40 V



Gambar 4.3 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 40 V

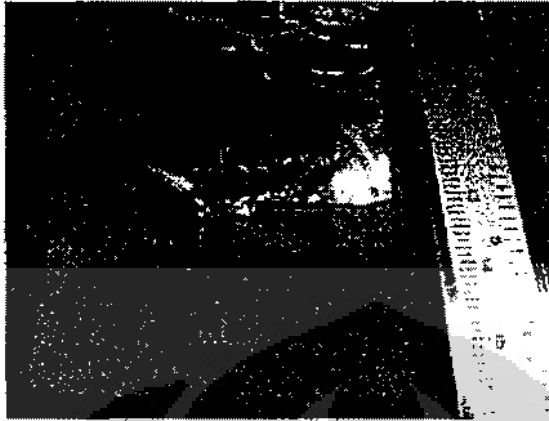


Gambar 4.4 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 70 V

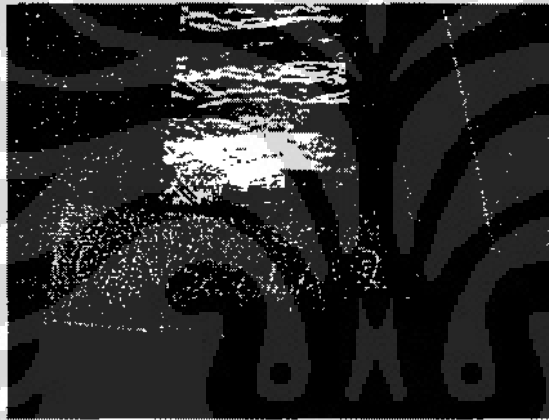


Gambar 4.5 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 90 V

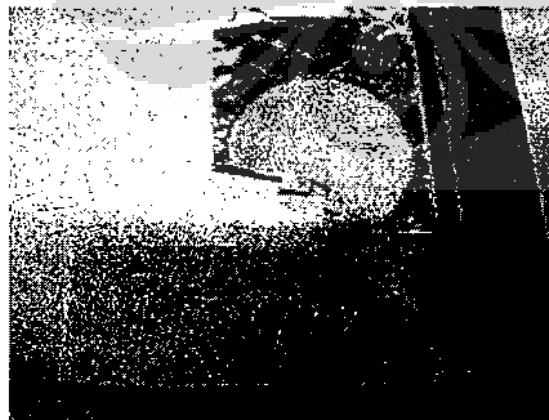
4.2.2 Temperatur Pengujian 22 °C



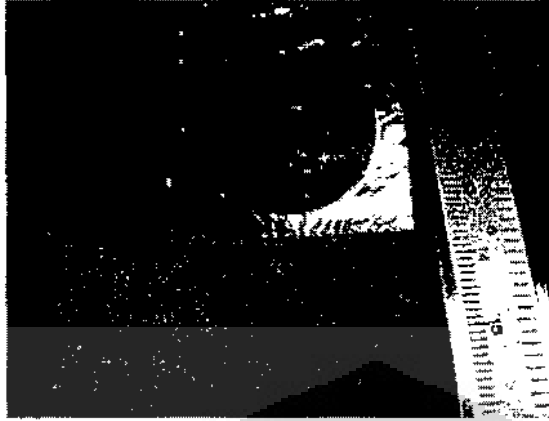
Gambar 4.6 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 10 V



Gambar 4.7 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 40 V



Gambar 4.8 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 70 V



Gambar 4.9 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 90 V

4.2.3 Temperatur Pengujian 40 °C



Gambar 4.10 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 10 V



Gambar 4.11 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 40 V



Gambar 4.12 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 70 V

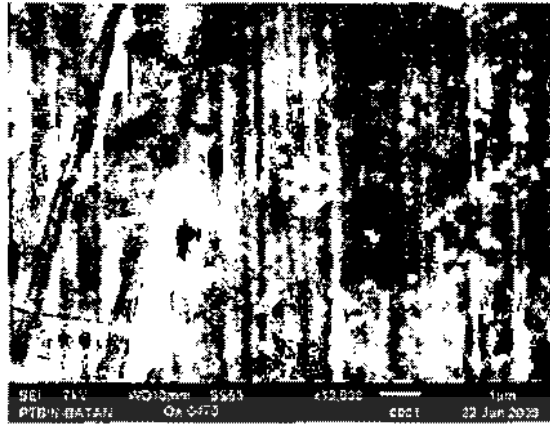
4.2.4 Pengamatan SEM

Pengamatan hasil pengujian SEM dititikberatkan pada sampel dengan variabel temperatur 22 °C dengan tegangan 10, 40, dan 70 V, temperatur 4 °C dengan tegangan 70 V, dan temperatur 40°C dengan tegangan 10 V karena pada penelitian yang dilakukan oleh Bocchetta, sampel yang terbentuk pori menggunakan variabel tegangan 0-70 V dan temperatur 16 °C sehingga diharapkan pori akan terbentuk pada range variasi tersebut. Untuk pengujian pada variasi lain ditunjukkan untuk mengapati permukaan oksida.

4.2.4.1 Permukaan Sampel

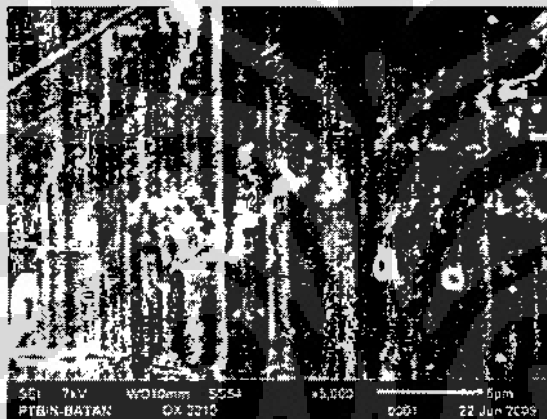
Pada pengamatan di permukaan sampel terlihat garis gelap dan terang yang searah vertikal, garis tersebut merupakan garis yang terbentuk dari pembuatan aluminium foil, karena pembuatan aluminium foil menggunakan rolling maka kemungkinan perbedaan warna tersebut adalah hasil rolling material. Garis yang berwarna gelap merupakan garis yang lebih dalam sehingga merupakan indikasi pori yang sudah tergerus. Untuk titik-titik hitam pada sampel hasil anodisasi merupakan indikasi void yang teranodisasi sehingga tampak seperti pori tetapi tidak tersebar merata.

Pori yang diharapkan terlihat, masih belum dapat terlihat karena fokus dengan SEM pada perbesaran tinggi tidak tercapai. Pada penelitian yang dilakukan oleh Aerts pada tahun 2007, diameter pori akan bertambah besar seiring

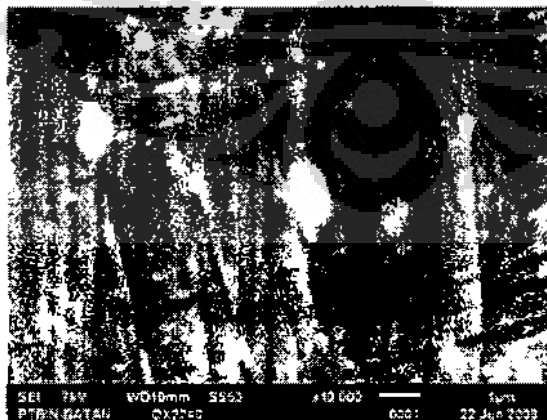


Gambar 4.15 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 4 °C ; tegangan 70 V

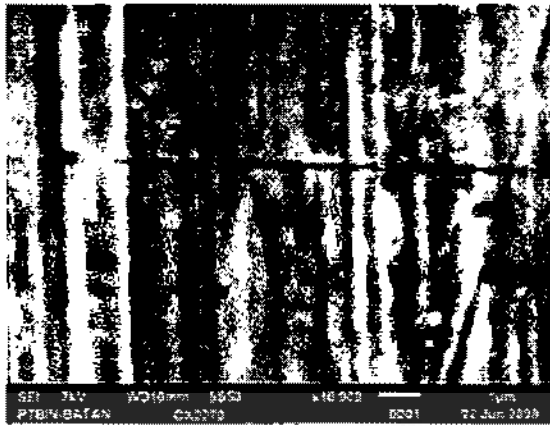
- Temperatur 22 °C



Gambar 4.16 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 10 V

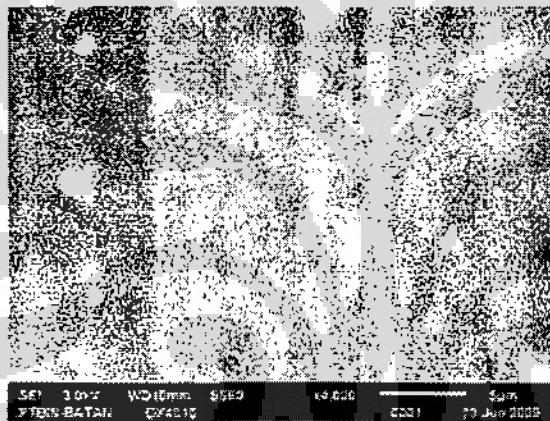


Gambar 4.17 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 40 V



Gambar 4.18 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 22 °C ; tegangan 70 V

- Temperatur 40 °C



Gambar 4.19 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 10 V



Gambar 4.20 Asam Oksalat 0,2 M ; temperatur anodisasi 40 °C ; tegangan 40 V

4.2.4.2 Potongan Melintang

Potongan melintang sampel aluminium foil ditunjukkan untuk menunjukkan lebar lapisan oksida dan tebal material setelah proses anodisasi. Ketebalan lapisan oksida bervariasi sesuai dengan temperatur dan tegangan yang diberikan. Tebal lapisan oksida yang dihasilkan oleh proses anodisasi dengan asam oksalat 0,2 M berkisar antara 0,91 hingga 11,56 μm .

Untuk lapisan oksida yang tidak terbentuk pori, lapisan oksida terlihat sebagai penebalan barrier layer dimana warna hasil pencitraan SEM adalah warna yang lebih terang.

Pada lapisan oksida hasil oksidasi dengan variabel temperatur 22 $^{\circ}\text{C}$; tegangan 40 V didapat indikasi lapisan oksida yang berpori dengan tebal 8,81 mikro meter dan lebar pori sebesar 2 – 8 μm . Hasil dapat dilihat pada Gambar 4.24. Indikasi pori tampak terlalu lebar hal ini terjadi karena pemotongan dan pengamplasan sampel yang tidak sempurna.

Indikasi lapisan oksida berpori juga ditemukan pada oksidasi dengan variabel temperatur 40 $^{\circ}\text{C}$ dan tegangan 10 V yaitu tebal lapisan 5,38 μm dan lebar pori 400 nm. Gambar 4.26. Indikasi pori yang terlihat sedikit bertumpuk, hal ini menandakan ketebalan lapisan pori bervariasi pada kisaran 5,38 μm ketika dilakukan pemotongan dengan amplas dengan #1500.

Indikasi adanya pori pada variabel-variabel tersebut tidak terlihat pada pengamatan pada permukaan SEM sehingga pembuktian dengan pencitraan SEM yang lebih baik masih diperlukan.

Ketebalan lapisan oksida dapat dilihat pada Tabel 4.1

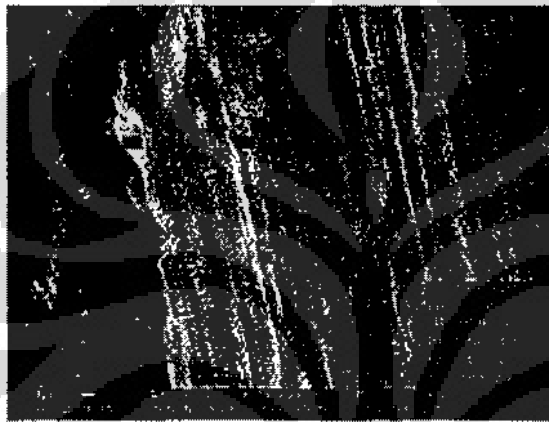
Tabel 4.1. Ketebalan lapisan oksida hasil anodisasi asam oksalat 0,2 M

Volt	10 V	40 V	70 V
	Tebal Oksida (μm)		
4 $^{\circ}\text{C}$	0,91	3,2	3,2
22 $^{\circ}\text{C}$	0,91	11,56	11,56
40 $^{\circ}\text{C}$	5,38	5,38	5,38

Ketebalan lapisan oksida dapat bervariasi karena kemungkinan larutan elektrolit yang bereaksi dengan permukaan sampel akan mengalami penurunan atau peningkatan mobilitas reaksi sehingga arus yang terjadi juga mengalami peningkatan dan penurunan. [18] Berdasarkan data ketebalan lapisan oksida yang didapat maka nilai ketebalan juga akan meningkat seiring dengan kenaikan tegangan dan temperatur.

Ketebalan lapisan oksida dapat dilihat pada bagian di bawah ini:

- Temperatur 4 °C

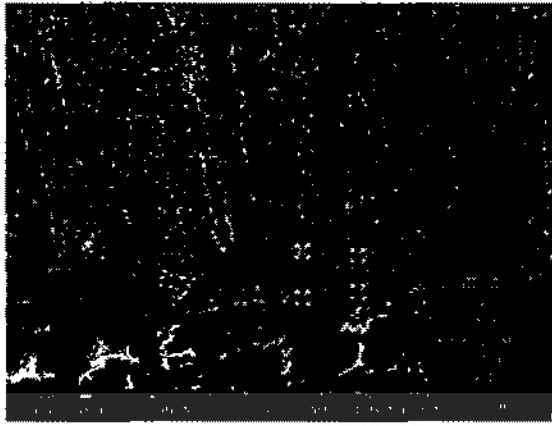


Gambar 4.21 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 4 °C ; tegangan 40 V



Gambar 4.22 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 4 °C ; tegangan 70 V

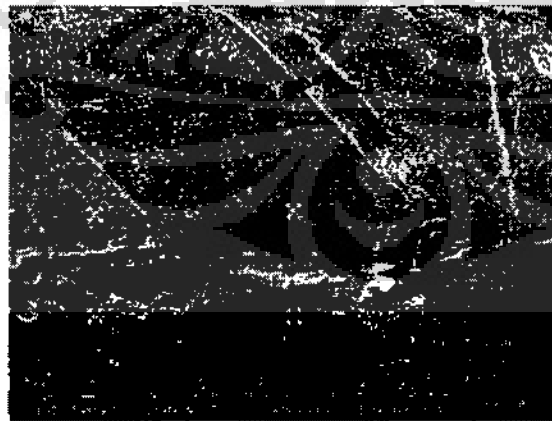
- Temperatur 22 °C



Gambar 4.23 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 22 °C ; tegangan 10 V

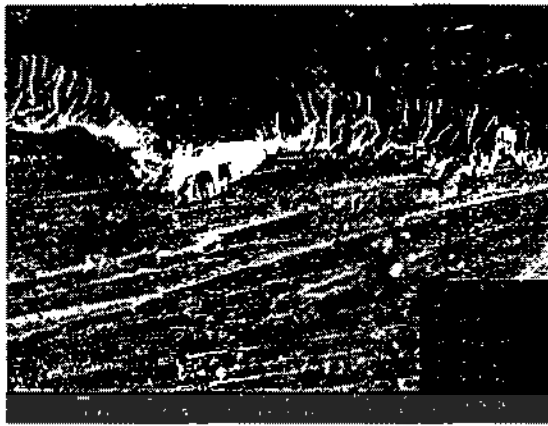


Gambar 4.24 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 22 °C ; tegangan 40 V



Gambar 4.25 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 22 °C ; tegangan 70 V

- Temperatur 40 °C



Gambar 4.26 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 40 °C ; tegangan 10 V



Gambar 4.27 Asam oksalat 0,2 M ; temperatur 40 °C ; tegangan 40 V

BAB 5 PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Indikasi terbentuknya pori yang ditandai dengan warna gelap pada daerah SEM pada permukaan terjadi pada variasi temperatur 4 °C dengan tegangan 40 dan 70 V, temperatur 22 °C dengan tegangan 10, 40, dan 70 V, temperatur 40 °C dengan tegangan 10 dan 40 V.
2. Ketebalan lapisan hasil anodisasi berkisar antara 0,91 hingga 11,56 µm
3. Pada pengamatan melintang indikasi pori berukuran besar terlihat pada variasi 22 °C dengan tegangan 40 V yaitu sebesar 2 - 8 µm dengan tebal 8,81 µm dan pada variasi 40 °C dengan tegangan 10 V yaitu sebesar 400 nm dengan tebal 5,38 µm

5.2 Saran

1. Penelitian hendaknya dilakukan pada material yang lebih homogen.
2. Pencitraan SEM dilakukan dengan Field Emission SEM sehingga citra dapat lebih jelas.

DAFTAR REFERENSI

- [1] Li, Y., Kanamori, Y. and Hane, K. *A new method for fabrication nanoporous aluminum grating array*. s.l. : Microsystem Technologies, 2004, Vol. 10, pp. 272-274.
- [2] Bai, Allen, et al. *Pore diameter control of anodic aluminum oxide with ordered array of nanopores*. s.l. : Electrochimica Acta, 2008, Vol. 53, pp. 2258-2264.
- [3] Bocchetta, Patrizia, et al. *Microporous alumina membranes electrochemically grown*. s.l. : Electrochimica Acta, 2003, Vol. 48, pp. 3175-3183.
- [4] Mozalev, A; Magaino, S; Imai, H;. *The formation of nanoporous membranes from anodically oxidized aluminium and their application to Li rechargeable batteries*. s.l. : Electrochimica Acta, 2001, Vol. 46, pp. 2825-2834.
- [5] ASM Handbook vol. 2 Properties and Selection: Non Ferrous Alloys and Special-Purpose of Materials. [book auth.] Elwin L. Rooy. *Introduction to Aluminium and Aluminium Alloys*. s.l. : ASM International, 1992.
- [6] Henly, V. F. *Anodic Oxidation of Aluminium and Its Alloys*. s.l. : Pergamon Press, 1982.
- [7] Best, George E. C. *Chromic Acid Anodizing of Aluminium*. [book auth.] A. Kenneth Graham. *Electroplating Engineering Handbook Third Edition*. Jenkintown : Van Nostrand Reinhold Company, 1975.
- [8] Anodizing. *Wikipedia*. [Online]. [Cited: June 25, 2009.] <http://en.wikipedia.org/wiki/Anodizing>
- [9] Garcia-Vergara, S. J., et al. *Tracer studies of anodic films formed on aluminium in malonic and oxalic acids*. s.l. : Applied Surface Science, 2007, Vol. 254, pp. 1534-1542.
- [10] *Aluminium Handbook 2, Forming, Casting, Surface Treatment, Recycling and Ecology*. s.l. : Aluminium-Verlag Marketing & Kommunikation GmbH, 2003.
- [11] *Aluminium Handbook 2, Forming, Casting, Surface Treatment, Recycling and Ecology*. Germany : Aluminium-Verlag Marketing & Kommunikation GmbH, 2003.
- [12] Kawai, Satoshi. *Anodizing and Coloring of Aluminium Alloys*. Herts : Metal Finishing Information Service Ltd., 2002.
- [13] Callister, Jr., William D. *Materials Science and Engineering an Introduction*. 6th Edition. Singapore : John Wiley & Sons (Asia) Pte. Ltd, 2004.
- [14] Smallman, R. E. and Bishop, R. J. *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering Science, process, applications*. 6th Edition. Woburn : Butterworth-Heinemann, 1999.
- [15] Sheasby, P. G. and Pinner, R. *The Surface Treatment and Finishing of Aluminium and Its Alloy vol. 1*. Ohio : ASM International, 2001.
- [16] *ASM Handbook Volume 5 Surface Engineering*. s.l. : ASM Internasional, 1994. pp. 1417-1419.

- [17] **Sulka, G. D.** *Nanostructured Materials in Electrochemistry: Highly Ordered Anodic Porous Alumina Formation by Self-Organized Anodizing*. New York : Wiley, 2008.
- [18] **Rehim, S. S. Abdel, Hassan, H. H. and Amin, M. A.** *Galvanostatic anodization of pure Al in some aqueous acid solutions Part I: Growth kinetics, composition and morphological structure of porous and barrier-type anodic alumina films*. s.l. : Journal of Applied Electrochemistry, 2002, Vol. 32, pp. 1257–1264.
- [19] **Zhao, Nai-Qin, et al.** *Effects of anodizing conditions on anodic alumina structure*. s.l. : Journal Materials Science, 2007, Vol. 42, pp. 3878–3882.
- [20] **Aerts, T., et al.** *Influence of the anodizing temperature on the porosity and the mechanical properties of the porous anodic oxide film*. s.l. : Surface & Coatings Technology, 2007, Vol. 201, pp. 7310–7317.
- [21] **Bocchetta, P., et al.** *Asymmetric alumina membranes electrochemically formed in oxalic acid solution*. s.l. : Journal of Applied Electrochemistry, 2002, Vol. 32, pp. 977–985.
- [22] **Vrublevsky, I., et al.** *Effect of the current density on the volume expansion of the deposited thin films of aluminum during porous oxide formation*. s.l. : Applied Surface Science, 2003, Vol. 220, pp. 51–59.
- [23] **Asob, H., et al.** *Conditions for fabrication of ideally ordered anodic porous alumina using pretextured Al*. s.l. : Journal of Electrochemical Society, 2001, Vol. 148, pp. B152-B156.
- [24] **Wernick, S., Pinner, R. and Sheasby, P.G.** *The Surface Treatment and Finishing of Aluminum and Its Alloys, 5th ed., Vol. 1*. Teddington : Finishing Publications Ltd., 1996. pp. 443–448.
- [25] **Gazapo, Jose L. and J., Gea.** Anodizing of Aluminium. [Online] [Cited: May 18, 2006.]
<http://www.aluminium.org/education/TALAT/lectures/5203.pdf>.
- [26] **Cartier, Michael.** *Handbook of Surface Treatments & Coating*. New York : ASME press, 2003.
- [27] **Oxalic acid.** *Wikipedia*. [Online] [Cited: June 25, 2009.]
http://en.wikipedia.org/wiki/Oxalic_acid.
- [28] **Metalast Technical Buletin.** Oxalic Acid Anodizing. *Oxalid Acid Anodizing An in house evaluation by METALAST International, Inc.* September 14, 2000.
- [29] **Sakti, Muhammad Anton Eka.** *Pengaruh Temperatur Terhadap Pembentukan Nano Porous Aluminium Oksida Hasil Anodisasi Aluminium Foil*. Depok : Departemen Metalurgi dan Mateial Fakultas Teknik Universitas Indonesia, 2008.